

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar a mi madre, por su enorme apoyo incondicional, su dedicación, comprensión, amor y por el sobre esfuerzo realizado para que su hijo saliese adelante, en cada uno de los logros obtenidos durante todo este tiempo, sin ella nada de esto hubiera sido posible.

A mi hermano Edier, por ser una gran inspiración para poder superar cada uno de los obstáculos que se me presentaron.

A mi padre, que donde quiera que se encuentre su ayuda divina fue de gran importancia.

A mi novia Claudia Ximena, por creer en mí y saber compartir el apoyo que necesitaba en los buenos y malos momentos, por la ternura y el gran amor, gracias mi Cayita,

A toda mi familia por ser ese gran pilar inquebrantable que supo solidarizarse conmigo, en todo este largo camino.

A todos mis compañeros de Universidad, que después de compartir largas jornadas de estudio y diversión, logramos fundir lazos de hermandad inmensurables. Los momentos vividos con ustedes siempre permanecerán en mi mente y corazón.

A todos mis profesores Universitarios, por sus sabios consejos e ilustres ideas académicas.

A la doctora Angélica María Acevedo, jefe de Control de Calidad de LEVAPAN S.A Tuluá, por la confianza y solidaridad para realizar este proyecto.

A Oscar Mauricio Delatorre, por la gran oportunidad que me brindó y sus sabios consejos en cada una de las etapas de este informe.

A Luz Piedad Cardona por su desinteresada colaboración y asesoría prestada en este trabajo.

A Guillermo Idrobo, Tecnólogo Electrónico y Metrólogo del laboratorio de Metrología de LEVAPAN S.A Tuluá, por su valiosa inducción.

A Fabio Sánchez, Alfonso Mejía, Roberto González, Germán Puertas, Carmen Mina, Paula Londoño, Liliana Restrepo, compañeros de trabajo, que directa o indirectamente hicieron posible la realización de este proyecto en LEVAPAN S.A Tuluá.

A todos muchas, pero muchas gracias,,,

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Fig. 1 Mesones de granito	38
Fig. 2 Mesas anti vibratorias para balanza analítica	39
Fig. 3 Cuarto de balanzas	40
Fig. 4 Cuarto de contra muestras	41
Fig. 5 Horno de panadería	41
Fig. 6 Cilindro de panadería	42
Fig. 7 Zona de destiladores	43
Fig. 8 y 9 Estufas de 100° C y 130° C	44
Fig. 10 y 11 Estufa de 100° C para secado de material y mufla	44
Fig. 12 Buretas digitales	45
Fig. 13 Titulador automático DL50	45
Fig. 14 Balanza halógeno HR73	45
Fig. 15 Potenciómetro (PH metro)	46
Fig. 16 Campanas de extracción	46
Fig. 17 y 18 Zona de lavado y duchas de seguridad	47
Fig. 19 Cuenta colonias y microscopios	48
Fig. 20 Incubadoras	48
Fig. 21 Autoclave	49
Fig. 22 Tipos de agua enlazada	54
Fig. 23 Estufa desecadora	58
Fig. 24 Estufa de infrarrojo	59
Fig. 25 Microondas	59
Fig. 26 Espectroscopia infrarroja	62
Fig. 27 Balanza y cuadro de funciones	68
Fig. 28 Limitación de tiempo	71
Fig. 29 Contenido de humedad	73
Fig. 30 Contenido de materia seca	74
Fig. 31 Realización de la medición	75

Fig. 32 Detalles sobre el informe de medida	75
Fig. 33 Disodio tartrato dihidrato y cloruro de sodio	78
Fig. 34 Diagrama de proceso completo de producción de la urea	83
Fig. 35 Estufa eléctrica de aire circúndate	85
Fig. 36 Desecador de muestras	85
Fig. 37 Toma muestras	90
Fig. 38 Torta de soya después del secado en el halógeno	113
Fig. 39 Urea después del secado en el halógeno	124
Fig. 40 Sal refisal después del secado en halógeno	140

1. GLOSARIO

ANÁLISIS DE VARIANZA (ANOVA): Es una técnica estadística muy poderosa que se utiliza para separar y estimar las diferentes causas de variación.²⁷

COMPARACIÓN DE LAS MEDIAS DE DOS MUESTRAS: prueba de significancia que revela que los datos estadísticos de un método propuesto no poseen significancia con un método de referencia, verificada con el planteamiento de una hipótesis nula.²⁶

CRITERIO DE CHAUVENET: parámetro estadístico que refleja la no concordancia de algunos datos (resultados anómalos) respecto a la media y su desviación típica de un número de ensayos n .

ESTANDARIZACIÓN: es ajustar un método analítico a determinadas normas y formas y comprende las siguientes etapas: Montaje, Validación, Cálculo de atributos. ¹

EXACTITUD: (VERACIDAD): Expresa la cercanía entre el valor que es aceptado, sea como un valor convencional verdadero (material de referencia interno de la firma), sea como un valor de referencia aceptado (material de referencia certificado o estándar de una farmacopea) y el valor encontrado (valor promedio) obtenido al aplicar el procedimiento de análisis un cierto número de veces.²⁷

LA PRUEBA F PARA LA COMPARACIÓN DE DESVIACIONES ESTÁNDAR: En muchos casos es importante comparar la desviaciones estándar de dos conjuntos de datos, es decir errores aleatorios, ya que tienen dos formas, saber si el método A es más preciso que el método B o si ambos difieren en su precisión.²⁶

LIBROS OFICIALES: Los aprobados mediante el decreto 28466-S y sus modificaciones.²⁵

LÍMITES DE CONFIANZA: Ámbito entre la menor y la mayor concentración de analito en la muestra (incluyendo éstas concentraciones) para las cuales se ha demostrado que el procedimiento analítico tiene el nivel adecuado de precisión, exactitud y linealidad.²⁶

MATERIAL DE REFERENCIA (PATRÓN TERCIARIO): Material o sustancia, en el cual una o más de sus propiedades están suficientemente bien establecidas para que sea usado en la calibración de un aparato, la estimación de un método de medición o para asignar valores a los materiales. ¹³

MATERIAL DE REFERENCIA CERTIFICADO (PATRÓN SECUNDARIO): Material en el que los valores de una o más de sus propiedades están certificados por un procedimiento técnicamente validado, bien sea que este acompañado de, o pueda obtenerse, un certificado u otra documentación emitida por un ente certificador.¹³

MATERIAL ESTÁNDAR DE REFERENCIA (PATRÓN PRIMARIO): Material emitido por la Oficina Nacional de Normas de Estados Unidos (U.S National Bureau of Standards) cuyo nombre fue cambiado recientemente a Instituto Nacional para Normas y Tecnología (National Institute for Standards and Technology, NIST.) ¹³

MÉTODO ANALÍTICO: Adaptación específica de una técnica analítica para un propósito de medición seleccionado.²⁵

MONTAJE: es establecer un procedimiento analítico. Etapa de la estandarización mediante la cual se definen los atributos del método a ensayar, que incluye los siguientes pasos:

- Procedimiento detallado de análisis, asimilación del método.
- Verificación de equipos, reactivos y elementos de laboratorio.
- Ensayo de respuesta o señal.
- Concentraciones más baja y más alta esperadas encontrar en la muestra.
- Ensayo preliminar de reproducibilidad.⁸

MUESTRA O MATRIZ: sistema físico que sea sometido al procedimiento de análisis siguiendo el método que se está estandarizando, ya sea un blanco, un estándar, una muestra adicionada, o una muestra real propiamente dicha.²⁷

PARÁMETROS DE DESEMPEÑO ANALÍTICO: Características de validación que necesitan ser evaluadas y que típicamente corresponden a la siguiente lista: exactitud, precisión, especificidad, límite de detección, límite de Cuantificación, linealidad, intervalo de linealidad y robustez.²⁵

PRECISIÓN INTERMEDIA: Precisión obtenida dentro del laboratorio por diferentes analistas, diferentes equipos, días distintos con la misma muestra homogénea.²⁸

PRECISIÓN: expresa la cercanía de coincidencia (grado de dispersión) entre una serie de mediciones obtenidas de múltiples muestreos de una misma muestra homogénea bajo condiciones establecidas. Puede considerarse a tres niveles: repetibilidad, precisión intermedia y reproducibilidad.

Debe determinarse utilizando muestras originales y homogéneas. Sin embargo, si no es posible obtener una muestra homogénea puede ser determinada usando muestras preparadas o una disolución de la muestra.

PROCEDIMIENTO ANALÍTICO: Forma en que se realiza el análisis. Debe describir en detalle los pasos necesarios para realizar cada prueba analítica.

Puede incluir, pero no necesariamente los siguientes conocimientos: características de la muestra, preparación de los estándares de referencia y reactivos, uso de los aparatos o instrumentos, generación de la curva de calibración, uso de fórmulas para los cálculos.²⁷

REPETIBILIDAD (REPETITIVIDAD): Precisión obtenida bajo las mismas condiciones de operación en un intervalo corto de tiempo (mismo día), por un mismo analista, en la misma muestra homogénea y en el mismo equipo.²⁸

REPRODUCIBILIDAD: Expresa la precisión entre laboratorios como resultado de estudios interlaboratoriales diseñados para estandarizar la metodología.²⁸

SISTEMA ANALÍTICO: Está compuesto por: equipos, reactivos, materiales, documentos, patrones, materiales de referencia, analistas y variables operativas, que se utilizan en un método de análisis.²⁷

TÉCNICA ANALÍTICA: Principio científico que se ha encontrado útil para proveer información sobre la composición de un determinado producto o material.²⁷

VALIDACIÓN DE UN PROCEDIMIENTO ANALÍTICO: Procedimiento para establecer por medio de estudios laboratoriales una base de datos que demuestren científicamente que un método analítico tiene las características de desempeño que son adecuadas para cumplir los requerimientos de las aplicaciones analíticas pretendidas.

Implica la demostración de la determinación de las fuentes de variabilidad y del error sistemático y al azar de un procedimiento, no solo dentro de la calibración sino en el análisis de muestras reales.¹

$\alpha = 1/2*n$, donde n es numero de ensayos.²⁵

2. RESUMEN

La compañía nacional de levaduras LEVAPAN S.A Tuluá, es una empresa dedicada a la producción y comercialización de levadura, materias primas para industrias de alimentos, panificadoras y productos alimenticios.

La calidad de sus productos se ve reflejada por el liderazgo, el gran auge y la expansión que poseen en el mercado tanto nacional como internacionalmente.

Teniendo en cuenta que el laboratorio de Control de calidad, se hace protagonista de tan enorme responsabilidad, se da prioridad en la confiabilidad de los resultados en cada uno de los distintos análisis fisicoquímicos y para ello la necesidad de utilizar herramientas más tecnificadas que nos proporcionen datos en tiempos favorables y concisos, respaldados con los diferentes criterios estadísticos.

Por ello se desarrolla el siguiente trabajo, con el fin de establecer parámetros en la balanza halógeno, que nos permitan crear nuevas metodologías en materias primas como torta de soya, urea industrial, sal refisal y que conforme a la norma NTC ISO-IEC 17025 2005, sean la iniciativa de estandarización y validación de cada una de las metodologías del laboratorio de control de calidad en LEVAPAN S.A Tuluá.

Abstract:

The national company of yeasts LEVAPAN S.A Tuluá is a company dedicated to the yeast production and commercialization, matters cousins for industries of foods, bakeries and nutritious products.

The quality of its products is reflected by the leadership, the great peak and the expansion that possess in the market so much national as internationally.

Keeping in mind that the laboratory of Control of quality, main character of so enormous responsibility is made, priority is given in the dependability of the results in each one of the different physiochemical analyses and for it the necessity to use tools but technified that provide us data in times favors and concise, supported with the different statistical approaches.

For it is developed it the following work, with the purpose of adopting parameters in the scale halogen that you/they allow us to create new methodologies in matters cousins as soybean cake, industrial urea, salt refisal and that according to the norm NTC ISO-IEC 17025 2005, be the initiative of standardization and validation of each one of the methodologies of the laboratory of control of quality in LEVAPANS.A Tuluá.

3. INTRODUCCIÓN

Para cualquier empresa es de suma importancia contar con sistemas que demuestren que el producto o servicio final es de calidad. Esto toma relevancia mayor en la industria alimentaria en donde un producto que no cuente con los estándares de calidad adecuados pudiese tener consecuencias que perjudiquen al consumidor.

Debido a esto, en los últimos años ha tomado fuerza el concepto de “Aseguramiento de la Calidad”, que no es otra cosa que demostrar que lo que declara calidad, efectivamente la posea.

Una de las prácticas que se menciona en las Guías de las Normas GMP (Good Manufacturing Practices) para desarrollar estos procesos de calidad en la industria alimentaria es a través de la validación, herramienta que nos da la certeza de tener un proceso más eficiente y con menor ocurrencia de reproceso y pérdidas. La validación es, por lo tanto, un procedimiento claramente diseñado para establecer en forma documentada que un sistema, un equipo, un proceso de producción o una metodología analítica de control de un producto cumplen con los parámetros de calidad especificadas.

El concepto de validación se remonta a la década del sesenta, en donde las prácticas de calidad se remitían al producto terminado, dando como resultado productos que no cumplían con sus especificaciones de uniformidad de contenido, contaminación cruzada y otros aspectos de interés, situación que se mantuvo por mucho tiempo, causando importantes problemas de salud.

Años más tarde, la Food and Drug Administration (FDA), centró sus esfuerzos hacia la elaboración de políticas destinadas al estudio del proceso, más que al del producto.

Esto fue rápidamente asimilado por la industria alimentaria, que ante la necesidad de contar con procesos de fabricación estandarizados, comprobados y reproducibles, comenzó a apuntar en este sentido las actividades destinadas a la implementación de la calidad. De este modo nació el concepto de Validación de Procesos.

Para implementar un plan de validación es necesario un trabajo en conjunto de las distintas áreas de un laboratorio, tales como fabricación, acondicionamiento y control de calidad entre otras, en donde la dirección por parte de un Químico es fundamental.

Además, la colaboración y capacitación del personal encargado de la fabricación de los productos alimenticios también es de suma importancia, ya que incide en forma directa en el procedimiento realizado. Por esta razón, el personal debe estar debidamente entrenado y consciente que tras su trabajo se esgrime una gran responsabilidad.

El hecho de contar con los procesos validados no sólo significa para una industria alimentaria tener productos de calidad que le permitan garantizar su efectividad para entrar y mantenerse en el exigente mercado, sino también significa un valioso ahorro en tiempo y dinero, ya que se minimizan los riesgos de perder lotes de producción por errores generados durante el transcurso de la fabricación.

Por naturaleza sabemos que un proceso en que interviene directa o indirectamente la mano del hombre siempre tiene variabilidades que son imposibles de eliminar, sin embargo, sí es posible controlarlas.

La Estadística es una herramienta indispensable para el control de estas variables, ya que mediante el Control Estadístico no sólo es posible una inspección de rutina, sino que además, ayuda a identificar errores y a tomar

decisiones que permiten minimizarlos; en otras palabras, posee las herramientas que le dan la solidez científica a los procesos de validación.

Por ello nace la necesidad de adoptar mecanismos de evaluación que permitan tener el grado de confianza necesaria para hacer que los procesos sean más seguros; mediante técnicas de estandarización y validación, que respalden y fortalezcan a futuro con la calificación del laboratorio de análisis fisicoquímicos en la adopción y completa acreditación de acuerdo a la norma ISO-IEC 17025 2005.

En el presente trabajo se realizó la estandarización y posterior validación de las técnicas para la determinación del porcentaje de humedad en materias primas como torta de soya, urea industrial y sal refisal, mediante la implementación de la balanza halógeno HR73 y la previa comparación con el método de referencia de estufa eléctrica, fortalecido con la pasantía en el laboratorio de control de calidad, que me familiarizó con cada uno de los procedimientos, equipos e instalaciones que condujeron a la optimización y mejora de los diferentes procedimientos.

1. OBJETIVOS

4.1. OBJETIVO GENERAL

- ✓ Llevar a cabo la estandarización y validación de técnicas químicas, para la determinación del porcentaje de humedad mediante balanza Halógeno HR73, que se utiliza en el análisis fisicoquímico de materias primas del laboratorio de control de calidad, en la Compañía Nacional de Levaduras “LEVAPAN” S.A. Planta Tulua.

4.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

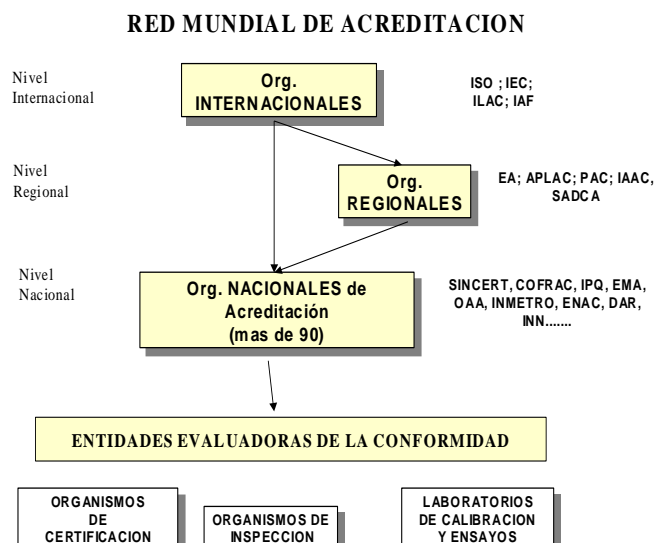
- ✓ Utilizar adecuadamente un análisis laboratorial e interpretar los resultados obtenidos de forma correcta, llevando a cabo la completa estandarización y validación de algunos procedimientos, empleados de forma rutinaria en el laboratorio de control de calidad, asegurándose de que cada uno de los valores obtenidos cumpla los requerimientos necesarios de confiabilidad.
- ✓ Determinar de acuerdo a los libros de especificación y manual de análisis fisicoquímico, en materias primas, de la Compañía Nacional de Levaduras “LEVAPAN” S.A. Planta Tuluá, los procedimientos que se verificarán mediante la estandarización y validación, para el respectivo desarrollo de la técnica.
- ✓ Obtener en forma experimental y para las condiciones del laboratorio de control de calidad, los valores de los parámetros que servirán de confiabilidad del método analítico, entre los que se encuentra: Criterio de Chauvenet, comparación de dos medias, la prueba F para la comparación de desviaciones estándar, exactitud, análisis de varianza ANOVA

SIMPLE, precisión (repetibilidad y precisión intermedia), límites de confianza del método.

- ✓ Tener en cuenta la comparación de resultados de las diferentes metodologías propuestas, con la ayuda del método de referencia adoptado en la empresa, minimizando así, tiempo y costo del análisis, para su proyección y respectiva aplicación.
- ✓ Aumentar la productividad del laboratorio al implementar técnicas automáticas en equipos que se encuentran subutilizados.
- ✓ Asegurar la calidad y constancia de la calidad, por medio de la estandarización y validación de los métodos y herramientas analíticas que de manera directa ayudaran a las diferentes auditorías post desarrolladas en la empresa.
- ✓ Utilizar métodos estadísticos para el análisis de los datos, obtenidos en el desarrollo de la metodología en el laboratorio de control de calidad “LEVAPAN”.
- ✓ Fundamentar la transferencia (métodos y herramientas) y la armonización de resultados entre el laboratorio de control de calidad “LEVAPAN” y los demás laboratorios pertenecientes a proveedores.
- ✓ Elaborar un documento en el cual, se fundamente la técnica empleada para el análisis del control de materias primas donde la Compañía Nacional de Levaduras “LEVAPAN” S.A. Planta Tuluá, que tenga la fortaleza necesaria para respaldar sus resultados.

5. ANTECEDENTES

5.1. Principal red internacional de acreditación



(1. Guía para la acreditación de laboratorios que realizan ensayos físico-químicos de productos alimenticios. Capítulo 17 Definiciones. bioaplicaciones.galeon.com/ENAC/jabalín/Page0.html.)

En la actualidad, nuestro mundo se ha caracterizado por el avance de la ciencia y la tecnología, cada día se hace mas indispensable la necesidad de que los resultados en los distintos laboratorios farmacéuticos, industriales, de alimentos en fin, sean confiables y seguros, donde el hombre busca la organización para respaldar cada uno de los distintos campos de producción sin importar su carácter oficial o privado.

A continuación mencionaremos algunos de ellos y su finalidad correspondiente.

5.1.1. Organización Internacional para la Estandarización (ISO):

La Organización Internacional para la Estandarización o International Organization for Standardization (ISO), es una organización internacional no gubernamental, compuesta por representantes de los organismos de

normalización (ON's) nacionales, que produce normas internacionales industriales y comerciales. Dichas normas se conocen como normas ISO y su finalidad es la coordinación de las normas nacionales, en consonancia con el Acta Final de la Organización Mundial del Comercio, con el propósito de facilitar el comercio, facilitar el intercambio de información y contribuir con unos estándares comunes para el desarrollo y transferencia de tecnologías

Estructura de la organización:

La Organización ISO está compuesta por tres tipos de miembros:

- **Miembros natos**, uno por país, recayendo la representación en el organismo nacional más representativo.
- **Miembros correspondientes**, de los organismos de países en vías de desarrollo y que todavía no poseen un comité nacional de normalización. No toman parte activa en el proceso de normalización pero están puntualmente informados acerca de los trabajos que les interesen.
- **Miembros suscritos**, países con reducidas economías a los que se les exige el pago de tasas menores que a los correspondientes.

5.1.2. Comisión Electrotécnica Internacional (IEC):

La Comisión Electrotécnica Internacional o International Electrotechnical Commission, normaliza en el campo electrotécnico, siendo la entidad responsable de la estandarización de equipos eléctricos.¹

5.1.3. Cooperación internacional de acreditación de laboratorios (ILAC):

La Cooperación internacional de acreditación de laboratorios es un sistema de cooperación internacional entre varios esquemas de acreditación de laboratorios que operan a lo largo del mundo, cuya vigencia inicio el 31 de enero de 2001, proporcionando técnicas al comercio internacional para promover la confianza y aceptación de datos de los laboratorios acreditados entre los Estados.

Entre los temas objeto de interés en el ILAC, encontramos la acreditación de laboratorios, el aseguramiento de calidad, la estandarización de las pruebas, la calibración y medidas, las barreras técnicas para comerciar, la aceptación internacional de datos de prueba y los acuerdos internacionales de reconocimiento. Es fundamental el interés del ILAC en desarrollar una red global de laboratorios de acreditación que proporcionen resultados exactos facilitando de manera simultánea que el comercio, la industria y el gobierno aumenten el uso y aceptación de los resultados de los laboratorios acreditados, tanto nacionales como extranjeros.²

5.1.4. Foro de acreditación internacional (IAF):

El Foro de acreditación internacional o International Accreditation Fórum (IAF), es la asociación del mundo de los cuerpos de la acreditación del gravamen de la conformidad en los campos de los sistemas de gerencia, de los productos, de los servicios, del personal y de otros programas similares del gravamen de la conformidad.

El propósito de IAF es asegurarse de que sus miembros del cuerpo de la acreditación acreditan solamente cuerpos competentes y establecer los arreglos del reconocimiento mutuo, conocidos como arreglos multilaterales del reconocimiento (MLA), entre sus miembros.³

5.1.5. Cooperación interamericana de acreditación (IACC):

La Cooperación interamericana de acreditación, es la encargada de promover la aceptación internacional de las acreditaciones expedidas por sus miembros basada en equivalencias de sus sistemas y programas de acreditación a través del reconocimiento internacional y la cooperación entre regiones; además otras de sus funciones son lograr la aceptación internacional de los resultados que expiden los laboratorios acreditados, y apoyar los tratados de libre comercio de las Américas (ALCA).⁴

5.2. Principal red nacional de acreditación en Colombia

5.2.1. Circular única del SIC (Superintendencia de Industria y Comercio):

Es el ente autorizado por el ministerio de desarrollo económico para acreditar. Sus funciones son establecer, coordinar, dirigir y vigilar los programas nacionales de control industrial de calidad, pesas, medidas y metrología, y organizar los laboratorios de control de calidad y metrología que considere indispensables para el adecuado cumplimiento de sus funciones, así como acreditar y supervisar los organismos de certificación, los laboratorios de pruebas y ensayo y de calibración que hagan parte del sistema nacional de certificación.

La SIC en representación de Colombia no es parte del Foro (ILAC-IAF) por carecer de recursos para pagar la membresía; sin embargo, participa de las reuniones a las cuales es invitada y se somete a pre-evaluaciones internacionales por la necesidad de integrar el Acuerdo de Reconocimiento Mutuo -MRA-, en calidad de organismo de acreditación en Colombia.

En desarrollo de lo anterior, la SIC ha participado activamente en la Asamblea conjunta del ILAC-IAF que se llevó a cabo del 15 al 21 de septiembre de 2002, en la ciudad de Berlín y en la reunión del ILAC que se celebró en Japón en el 2001; las cuales han permitido el intercambio de información, retroalimentación en la revisión y desarrollo de prácticas y procesos de acreditación. Adicionalmente, la SIC ha sido objeto de pre-evaluación internacional, cuyos resultados imponen la tarea de continuar trabajando en superar las inconformidades presentadas en el marco de las directrices del IAF, con el fin de integrar el Acuerdo de Reconocimiento Mutuo MRA.⁵

5.2.2. Instituto nacional de vigilancia de medicamentos y alimentos (INVIMA):
Es un establecimiento público de orden nacional, de carácter científico y tecnológico, con personería jurídica, autonomía administrativa y patrimonio independiente. Entre sus funciones se encuentra la de trabajar para la protección de la salud individual y colectiva de los colombianos mediante la aplicación de las normas sanitarias relacionadas con los productos de su competencia, además se encarga de organizar, dirigir y controlar la red nacional de laboratorios referidos a los productos establecidos en el Art. 245 de la ley 100/93 y en las demás normas pertinentes desarrollando, montando y divulgando nuevas técnicas de análisis. ⁶

5.2.3. Instituto Colombiano de normas técnicas y acreditación (ICONTEC)
Es un organismo privado sin ánimo de lucro, integrado por representantes del sector público, productores y consumidores del sector privado. Es el organismo nacional de normalización en virtud de decreto 2746 de 1984, ratificado por el decreto 2269 de 1993. Se encuentra acreditado ante la superintendencia de industria y comercio como organismo de certificación de productos industriales y sistemas de calidad. Entre sus funciones está la de elaborar, actualizar, reprobado y anular las normas y guías técnicas colombianas y demás documentos normativos relacionados con el campo voluntario; prestando así el servicio de certificación para productos y sistemas de calidad y definiendo disposiciones generales para las actividades de normalización regional e internacional. ⁷

5.2.4. Instituto de estudios ambientales y meteorológicos (IDEAM):
Es el encargado de realizar los estudios ambientales que permitan conocer los efectos del desarrollo socioeconómico sobre la naturaleza, sus procesos, el medio ambiente y los recursos naturales renovables y proponer indicadores ambientales. Por otro lado se encarga de efectuar el seguimiento de los recursos biofísicos de la nación especialmente en lo

referente a su contaminación y degradación, necesarios para la toma de decisiones de las autoridades ambientales.⁸

5.3. Norma NTC ISO-IEC 17025 2005

La nueva norma para la acreditación de laboratorios ISO-IEC 17025 que reemplaza a la guía ISO-IEC 25 fue desarrollada por el comité para la evaluación de la conformidad (CASCO) de la international organization for standardization – ISO.

La primera diferencia es el cambio de denominación de guía o norma lo cual refuerza su carácter de establecer requisitos y el hecho de que el documento forma parte de una nueva “familia” ISO-IEC: 17000 sobre evaluación de la conformidad. Muy pronto esta familia desarrollara varios y muy importantes documentos para la acreditación y certificación de la calidad.

Adicionalmente, la nueva norma presenta dos cambios importantes con respecto a la guía inicial, el primero de ellos es la inclusión de requisitos de gestión, y en lo técnico se realiza una mejor descripción de los requisitos, sin embargo estas diferencias no son sustanciales respecto a la guía original.

Desde el punto de vista de estos requisitos técnicos se detalla y pone gran énfasis en los requisitos sobre validación de métodos, estimación de la incertidumbre de medición y aspectos de trazabilidad para laboratorios de ensayo y previsiones para la inclusión de interpretaciones y opiniones en el informe de resultados.

Aplicaciones:

Esta Norma Internacional establece los requisitos generales para la competencia en la realización de ensayos o de calibraciones, incluido el muestreo. Cubre los ensayos y las calibraciones que se realizan utilizando

métodos normalizados, métodos no normalizados y métodos desarrollados por el propio laboratorio.

La Norma Internacional es aplicable a todas las organizaciones que realizan ensayos o calibraciones. Éstas pueden ser, por ejemplo, los laboratorios de primera, segunda y tercera parte, y los laboratorios en los que los ensayos o las calibraciones forman parte de la inspección y la certificación de productos.

Esta Norma Internacional es aplicable a todos los laboratorios, independientemente de la cantidad de empleados o de la extensión del alcance de las actividades de ensayo o de calibración. Cuando un laboratorio no realiza una o varias de las actividades contempladas en esta Norma Internacional, tales como el muestreo o el diseño y desarrollo de nuevos métodos, los requisitos de los apartados correspondientes no se aplican. Las notas que se incluyen proporcionan aclaraciones del texto, ejemplos y orientación.

No contienen requisitos y no forman parte integral de esta Norma Internacional.

Esta Norma Internacional es para que la utilicen los laboratorios cuando desarrollan los sistemas de gestión para sus actividades de la calidad, administrativas y técnicas. También puede ser utilizada por los clientes del laboratorio, las autoridades reglamentarias y los organismos de acreditación cuando confirman o reconocen la competencia de los laboratorios.

Esta Norma Internacional no está destinada a ser utilizada como la base para la certificación de los laboratorios.

El cumplimiento de los requisitos reglamentarios y de seguridad, relacionados con el funcionamiento de los laboratorios, no está cubierto por esta Norma Internacional. Si los laboratorios de ensayos y de calibración

cumplen los requisitos de esta Norma Internacional, actuarán bajo un sistema de gestión de la calidad para sus actividades de ensayo y de calibración que también cumplirá los principios de la Norma ISO 9001.⁹

5.4. La acreditación en Colombia:

En nuestro país, el Gobierno Colombiano a través del Ministerio de Desarrollo Económico expidió el Decreto 2269 de 1993, el cual organiza el Sistema Nacional de Normalización, Certificación y Metrología - SNNCM, el esquema garantiza una amplia participación y exige el compromiso de todos los sectores involucrados: Gobierno, industria y consumidores en general. Así mismo, mediante Resolución No. 8728 del 26 de marzo de 2001, se estructuró el proceso de acreditación de laboratorios y entes certificadores, donde se establecen los requisitos de acuerdo con los lineamientos internacionales, para responder con agilidad y eficiencia la demanda del comercio mundial.

El Sistema Nacional de Normalización, Certificación y Metrología SNNCM, tiene como objetivos:

- Proteger al consumidor de bienes y servicios que puedan afectarlo en aspectos como la seguridad, salud, economía y medio ambiente.
- Incidir positivamente en los procesos de calidad y competitividad de la industria nacional productora de bienes y servicios.
- Facilitar el intercambio comercial.
- Racionalizar la infraestructura nacional relacionada con la calidad.
- Disponer de un sistema nacional que garantice agilidad y confiabilidad.

La estructura del Sistema Nacional de Normalización, Certificación y Metrología SNNCM, lo conforman:

Organismo de Acreditación:

El Organismo de acreditación es la Superintendencia de Industria y Comercio - SIC, entidad a la cual se le asignó esta función mediante Decreto 2153 de 1992 y se ratificó con el Decreto 2269 de 1993. La Superintendencia de Industria y Comercio -SIC-, acredita a los diferentes organismos que soliciten hacer parte del Sistema Nacional. La filosofía contenida en el Decreto 2269 garantiza que se utilice y se integre en el sistema toda la infraestructura nacional ya existente en el campo de la certificación de calidad, de ensayos y metrología. Así mismo, que se desarrolle la infraestructura necesaria en los campos donde no exista y sea necesario.

La acreditación es el procedimiento mediante el cual se reconoce la competencia técnica y la idoneidad de organismos de certificación e inspección, laboratorios de ensayos y de metrología, para que lleven a cabo sus funciones.

Para la acreditación la -SIC- se apoya en el Consejo Técnico Asesor para la acreditación, el cual está conformado por representantes del gobierno, del sector privado y de los organismos y laboratorios acreditados. La función del Consejo es asesorar a la SIC en lo relativo a la aplicación de los requisitos de acreditación y garantizar el consenso y participación de todos los que se involucren en este proceso.

Los organismos que podrán ser acreditados por la SIC y que conforman el Sistema Nacional de Normalización, Certificación y Metrología, son:

Organismo de Certificación:

Entidad imparcial, pública o privada, nacional, extranjera o internacional, que posee la competencia y la confiabilidad necesarias para administrar un sistema de certificación, consultando los intereses generales.

Organismos de Inspección:

Organismo que ejecuta servicios de inspección a nombre de un organismo de certificación. Realiza actividades de medir, ensayar o comparar con un patrón o documento de referencia una o más características de un proceso, un producto, una organización, evaluar una persona, o varios de éstos y confrontar los resultados con requisitos especificados, para así establecer si se logra la conformidad de esas características.

Laboratorio de Pruebas de Ensayo:

Laboratorio nacional, extranjero o internacional, que posee la competencia e idoneidad necesarias para llevar a cabo en forma general la determinación de las características, aptitud o funcionamiento de materiales o productos. En los laboratorios se realizan pruebas y ensayos a sustancias, materiales o productos para la determinación de las características, aptitudes o funcionamiento de éstos.

Laboratorio de calibración:

Laboratorio nacional, extranjero o internacional encargado de apoyar actividades de metrología industrial y en alguna medida labores de calificación de instrumentos de medición para coadyuvar labores de metrología legal. Para que realicen mediciones y calibraciones de patrones, instrumentos o sistemas de medición de magnitudes físicas o químicas, dentro de intervalos de medición e incertidumbres de medida específicas.

Organismo Nacional de Normalización

La normalización en Colombia tiene como ente superior de política al Consejo Consultivo Asesor de Normas y Calidades (Decreto 219 de febrero 15 de 2000), y su desarrollo técnico ha venido siendo ejecutado por el Organismo Nacional de Normalización, que de acuerdo al Decreto 2269 de 1993, es el Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación ICONTEC, entidad privada, reconocida por el Gobierno Nacional cuya

función principal es la elaboración, adopción y publicación de las normas técnicas nacionales y la adopción como tales de las normas elaboradas por otros entes.

El desarrollo del país ha generado mayores necesidades de normalización en muchos sectores industriales, lo cual hizo necesario la creación de las Unidades Sectoriales de Normalización, creadas por incitativa de sectores específicos donde se cuenta con la capacidad técnica para realizar procesos de normalización.

La estructura del Sistema Nacional de Normalización, Certificación y Metrología SNNCM.

Para Colombia, el ICONTEC Organismo Nacional de Normalización hasta la fecha no ha realizado actividades relacionadas con la normalización de métodos analíticos. Ha definido una política para hacer uso de métodos normalizados en el desarrollo de los procesos normativos en los cuales se requiere hacer referencia a métodos de análisis. En el caso de normas para el sector de alimentos la jerarquía es la siguiente: Normas Internacionales-ISO, Codex Alimentarius-; Normas Regionales- CEN-, Normas de organizaciones de reconocido prestigio-AOAC, FDA, NFP entre otras.

En la mayoría de los casos los entes de gobierno oficializan métodos normalizados. Tal es el caso de U.S. Food and Drug Administration (administradores de drogas y alimentos) quienes han oficializado los métodos del AOAC reconocidos como "Official Methods of Analysis (métodos oficiales de análisis)

En el caso colombiano, el Ministerio de Salud y el INVIMA como organismo de igual forma a través de actos legislativos adoptan como oficiales normas emanadas de organizaciones de reconocido prestigio.¹⁰

5.4.1. Selección de los métodos:

El laboratorio debe utilizar métodos de ensayo y/o calibración, incluyendo métodos para el muestreo, que satisfagan las necesidades del cliente y que sean apropiados para los ensayos y/o calibraciones que el laboratorio realiza, preferiblemente aquellos publicados como normas internacionales, regionales o nacionales. El laboratorio debe asegurar que utiliza la última edición de las normas a menos que no sea apropiado o imposible de hacerlo así. Cuando sea necesario, las normas deben completarse con detalles adicionales para asegurar su aplicación consistente.

Cuando el cliente no especifique el método a ser utilizado, el laboratorio debe seleccionar los métodos apropiados que hayan sido publicados, ya sea en normas internacionales, regionales o nacionales, o por organizaciones técnicas reconocidas, o en textos o revistas científicas pertinentes, o como sea especificado por el fabricante. El cliente debe ser informado de cómo se seleccionó el método. El laboratorio debe confirmar que puede aplicar correctamente los métodos normalizados antes de sugerir los ensayos o calibraciones. Si el método normalizado cambia, se debe repetir la confirmación.

El laboratorio debe informar al cliente cuando el método propuesto por el cliente se considere inapropiado o desactualizada.

5.4.2. Métodos desarrollados por el laboratorio

La introducción de métodos de ensayo y calibración desarrollados por el laboratorio para su propio uso debe ser una actividad planificada y asignada a personal calificado equipado con recursos necesarios.

Los planes deben ser actualizados como procedimientos desarrollados y deben asegurar comunicación efectiva entre todo el personal involucrado.

5.4.3. Métodos no normalizados:

Cuando sea necesario emplear métodos que no están cubiertos por métodos normalizados, estos deben haber sido validados apropiadamente antes de su utilización y deben estar disponibles para el examen por parte de la Superintendencia de Industria y Comercio y por otros destinatarios autorizados. ¹¹

5.5. Por que estandarizar y validar:

Antes de mencionar la verdadera importancia que poseen cada uno de estos conceptos, se mencionará la diferencia que existe entre ellos y como su interacción determina la verdadera finalidad en un proceso tan riguroso como es el de la validación.

La estandarización es ajustar un método analítico a determinadas normas y formas y comprende las siguientes etapas:

- Montaje
- Validación
- Cálculo de atributos
- Cartas de Control

La validación es la confirmación mediante examen y la provisión de evidencia efectiva de que los requisitos particulares para un uso propuesto específico se han cumplido

El laboratorio debe validar los métodos no-normalizados, los métodos diseñados o desarrollados por el laboratorio, los métodos normalizados utilizados fuera de su rango propuesto y las ampliaciones de los métodos normalizados para confirmar que los métodos son aptos para el uso propuesto. La validación debe ser tan extensiva como sea necesaria para satisfacer las necesidades en la aplicación o en el campo de aplicación dado. El laboratorio debe registrar los resultados obtenidos, el procedimiento

empleado para la validación y una declaración de que si el método es apto para el uso propuesto.

El rango de exactitud y los valores obtenibles por los métodos validados (por ejemplo, la incertidumbre de los resultados, límite de detección, selectividad del método, linealidad, límite de repetibilidad y/o reproducibilidad, resistencia frente a influencias externas y/o sensibilidad cruzada frente a interferencias contra la matriz de la muestra/objeto para ensayo) como sean evaluados para el uso propuesto deben ser pertinentes a las necesidades del cliente.

Cuando la trazabilidad a las unidades de medida del Sistema Internacional no sea posible y/o pertinente, se deben aplicar otros medios para proporcionar la confianza en los resultados, tales como:

- El uso de materiales de referencia certificados adecuados para indicar la caracterización confiable del material.
- Patrones o métodos mutuamente aceptados, los cuales estén claramente especificados y acordados por todas las partes involucradas.
- La participación en un programa adecuado de comparaciones interlaboratorios o ensayos de aptitud.

La mayoría de los métodos normalizados utilizados en alimentos han sido desarrollados por organizaciones como: AOAC Internacional, ISO, ICMSF, USDA, FDA Bacteriological Analytical Manual, American Public Health Association, National Food Processors, American Association of Cereal Chemists, Comité Europeo de Normalización CEN.

Retomando los requisitos establecidos por el reglamento colombiano para la acreditación, a nivel de selección de métodos es recomendable la utilización de métodos normalizados u oficiales siempre y cuando éstos estén disponibles o sean apropiados. En el caso de utilizar métodos normalizados,

tiene que existir el compromiso del laboratorio de utilizar siempre la última versión de la norma. Cuando la nueva versión de la norma se encuentra disponible, el laboratorio tiene un período de gracia, que establece el organismo de acreditación para modificar su método. Durante este período el laboratorio debe informar al cliente sobre la situación.

“LOS MÉTODOS NO NORMALIZADOS Y LOS MÉTODOS OFICIALES MODIFICADOS DEBEN SER VALIDADOS PARA ASEGURAR QUE SON ADECUADOS PARA SU PROPÓSITO”.

Es importante recordar que la validación es siempre un equilibrio entre costos, riesgos y posibilidades técnicas. Siempre y cuando sea necesaria su realización se debe respaldar con los diferentes requerimientos especificados y descritos en la reglamentación nacional. ¹²

5.6. Parámetros estadísticos:

En la realización del proyecto de estandarización y posterior validación para las metodologías en la determinación de humedad por medio de la balanza halógeno HR73, se tendrán en cuenta los siguientes parámetros estadísticos, que facilitarán el análisis de resultados en cada uno de los procedimientos planteados y asegurarán la completa validez de los diferentes datos obtenidos.

Entre los parámetros estadísticos a desarrollar citamos:

- Criterio de Chauvenet,
- Comparación de dos medias,
- La prueba F para la comparación de desviaciones estándar,
- Exactitud,
- Análisis de varianza ANOVA SIMPLE,
- Precisión (repetibilidad y precisión intermedia),
- Límites de confianza del método. ¹³

6. COMPAÑÍA NACIONAL DE LEVADURAS LEVAPAN S.A TULUÁ:

La Compañía Nacional de Levaduras LEVAPAN S.A, es una empresa que se encuentra ubicada en el departamento del Valle del Cauca, ciudad Tuluá, en la carrera 27 A # 40-470.

Su localización se ve demarcada por la gran importancia en la expansión de la caña de azúcar que refleja el departamento y por ende de subproductos como la melaza, materia prima fundamental para la producción de levadura.

6.1. Un poco de historia:

Bajo la inspiración y firme decisión de Guillermo Ponce de León, nace LEVAPAN en 1952, cuando varias compañías infructuosamente habían tratado de incursionar en el mercado colombiano de levaduras.

La planta de personal la conformaban 6 personas, incluido un vendedor. 85 libras fue el primer volumen de ventas que se produjo en una modesta planta ubicada en Fontibón, municipio cercano a Bogotá. En sus inicios el portafolio lo conformaban cuatro productos.

El auge que tomaba la compañía, la llevó a la construcción de la planta en Tuluá en 1957, donde hoy se concentra toda su producción de levaduras después del cierre de la planta en Fontibón en 1961.

La década de los años sesenta marca hechos importantes en la vida de la compañía, incursiona en los mercados internacionales exportando al Medio Oriente, Asia y África; estableciendo plantas de producción de levadura en Panamá, Ecuador y República Dominicana y participa en el mercado de productos de consumo masivo.

En los años ochenta adquiere a industrias San Jorge, cuyas marcas venía distribuyendo y en su planta afianza la producción de materia prima para la

industria panificadora. Además se asocia con Puratos de Bélgica hacia el año de 1983, relación comercial que ha generado grandes beneficios para el sector panificador como el uso de los mejoradores en la producción del pan e innovación en la rama de la bizcochería y pastelería.

Para los años noventa establece una planta de producción en territorio Venezolano y adquiere como reconocimiento a su contribución al desarrollo industrial y tecnológico de Colombia, LEVAPAN recibe la Orden al Merito Industrial.

Mas tarde recibiría el premio nacional categoría “Gran Empresa” a la innovación tecnológica empresarial. Otro hecho para destacar fue la construcción de una moderna planta en Paraguay para atender toda la demanda de Mercosur hacia 1996.

Bajo estos derroteros la planta de producción de levadura en Colombia, ubicada en Tuluá ha sido certificada en su sistema de Aseguramiento de Calidad bajo la norma ISO 9002, convirtiéndose en la segunda empresa del grupo en obtener esta certificación después de su filial PARALEVA en Asunción Paraguay. ¹⁴

6.2. Situación actual:

En el presente LEVAPAN es una gran empresa que se ha consolidado enormemente por la calidad de sus productos, el liderazgo que emprende y las buenas relaciones comerciales que posee. El sistema de aseguramiento de calidad que ha adoptado se afianza en el trabajo que se fortalece en el proceso de producción bajo el concepto de calidad y que se estructura bajo la Norma ISO 9002 y certificada por SGS, Compañía Internacional Auditora de Sistemas de Calidad, que se encuentra acreditada por la Superintendencia de Industria y Comercio (SIC) y por la ANSI-RAB (USA), entre otras.

Dicho sistema de calidad cubre la producción de levadura para panificación, proteínas de levadura, proteína vegetal hidrolizada y beta glucán de levadura que exige una estricta planificación, permanente control de proveedores, óptima selección de materias primas e incesante control de todos los procesos de producción, almacenamiento y distribución.

Lo anterior respaldado completamente por el compromiso del recurso humano que permite garantizar una calidad confiable a todos los clientes asegurando la satisfacción de sus necesidades.

6.3. Sistema de calidad

El laboratorio de Control de calidad de Levapan S.A. hace parte de una compañía dedicada a la fabricación de levaduras y derivados de levaduras (extractos de proteína, sabores y proteínas hidrolizadas) y materias primas para alimentos, por lo tanto hace parte de una empresa legal, la cual para dar cumplimiento al sistema de calidad, está organizada y completamente documentada en cada uno de sus procesos y funciones, mediante organigramas; estableciendo las actividades de cada área, autónomas y responsables de sus funciones. La función principal del laboratorio es prestar servicios de inspección y ensayo para verificar la calidad de los productos. (Ver Anexo 1: estructura del sistema integral de gestión de Levapan S.A.)

El sistema de calidad implementado en la actualidad por el laboratorio de Control de Calidad es el requerido para dar cumplimiento a la certificación ISO 9001-2000 de la compañía, otorgado en agosto del 2000, la re certificación fue otorgada en enero de 2004; presenta una estructura que permite tener el control de la documentación de acuerdo al sistema de calidad de la compañía, el cual está estructurado así:

Manuales → Procedimientos, Instructivo → Registros

El laboratorio tiene documentados los procedimientos para los ensayos, en instructivos de análisis, los cuales tienen la descripción necesaria para

asegurar la calidad del análisis y el bienestar del analista, también cuenta con los procedimientos de manejo de reclamos, manejo de productos no conformes, acciones correctivas, acciones preventivas que se manejan de la misma forma para toda la compañía por el sistema en general.

La compañía nacional de Levaduras LEVAPAN S.A. tiene políticas y objetivos de calidad para establecer un orden y sentido a la organización dando cumplimiento a su misión, también es regida por valores y principios en los cuales se desarrollan todas sus actividades con el fin de alcanzar la visión que se ha propuesto. Por lo tanto el laboratorio esta regido por estos principios fundamentales de la compañía y de su sistema de calidad. ¹⁵

7. ADOPCIÓN DE LA NORMA NTC ISO-IEC 17025 2005 PARA EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD

Actualmente el laboratorio de control de calidad de LEVAPAN S.A., se encuentra en la política de adopción a la Norma ISO-IEC 17025, en la cual se ha desarrollado un trabajo de grado fundamentado en la inspección y revisión de cada uno de los parámetros de aplicación que la componen verificando si es posible su certificación y completa aprobación.

7.1. Análisis de Los resultados del Diagnóstico:

El análisis hecho a los resultados obtenidos sirvió para identificar que el laboratorio se debe poner en la tarea de aplicar un sistema de aseguramiento de la calidad de su proceso como organismo para la inspección y el ensayo de los productos elaborados por la compañía esto le facilitará garantizar sus resultados.

Es evidente que la organización tiene un sistema documental bien estructurado, un buen proceso para la auto evaluación y la mejora continua para dar siempre cumplimiento a sus políticas, mediante los procedimientos de identificación de riesgos potenciales, procedimientos de auditorias, procesos de aseguramiento metrológico y de mantenimiento, permiten un buen sostenimiento del laboratorio y permiten que este en un alto porcentaje; si promediamos los resultados obtenidos aproximadamente entre el 60 y 70 por ciento de cumplimiento, lo cual permite establecer que las necesidades son pocas pero se debe trabajar principalmente en asegurar con los registros, la trazabilidad de los resultados. ¹⁶

8. RESUMEN DE PASANTÍA EN LA COMPAÑÍA NACIONAL DE LEVADURAS LEVAPAN S.A TULUÁ:

La práctica en la Compañía Nacional de Levaduras LEVAPAN S.A Tuluá, comenzó el 02 de Octubre del 2006 y se prolongó hasta el 02 de Noviembre de 2007 (13 meses).

La experiencia de trabajar en el campo industrial de alimentos, es favorecedora si se cuenta con el tiempo de experiencia que se adquiere.

8.1. Breve descripción de la compañía:

La empresa de LEVAPAN se encuentra constituida físicamente por cuatro (4) secciones importantes, que son las casas maquinarias de cada uno de los procesos fisicoquímicos y los responsables directamente de la gran diversidad en productos.

- *Planta de hidrolizado:* es la encargada de la producción de los diferentes sabores de proteína vegetal hidrolizada (PVH) y que de acuerdo al tipo de condiciones o reactivos con que se manejen en su proceso de elaboración pueden ser: PVH de Maíz, PVH Lídec, PVHA, y PVHS.
- *Planta de extractos:* es la encargada de la producción de todos los productos secos y en pasta que se utilizan como materia prima en la industria de alimentos. Entre los mas destacados tenemos:
En extractos: Extracto de Levadura LS 3111 (EXLV, LS por que son productos bajos en sal), EXLV VLS 3111 (VLS por que son productos con muy baja sal), EXLV 3111 (demasiados salados).
En sabores: Chicken, Beta Glucan Plus, CTFB, Roasten Beef Flavorin entre otros.
En pasta: EXLV 1222 G
- *Planta de levadura:* es la principal planta de la Compañía, ya que maneja y produce el producto número uno de venta y exportación

para la industria de la panificación que es la “Levadura Fresca”, además fabrica levadura seca que puede ser: Instantánea, Alltech y Convencional.

- *Planta piloto*: es la encargada de ensayar y verificar que cada uno de los procesos de elaboración de los diferentes productos que maneja la Compañía en la actualidad, se realicen de forma micro, es decir; cuenta con la maquinaria necesaria pero a pequeña escala, cuyo fin es de llevar un control de las condiciones necesarias y/o de modificación, para que cada uno de los productos no presenten ningún inconveniente.

Además producen dos tipos de sabores que se utilizan en la industria de alimentos y que se convierten en fuerte competitividad para el mercado nacional e internacional, estos son el SPP 20 y el SPP 15.

Estas son las secciones a destacar, sin dejar a un lado que existen otros departamentos como el de gestión integral, control de calidad, Investigación y desarrollo, sección administrativa, almacén y bodegas, enfermería y el fondo de empleados que hacen de esta una gran familia y líder con sus productos en las actualidad.

8.2. Breve descripción del laboratorio de Control de Calidad para análisis fisicoquímicos:

El laboratorio de Control de Calidad para análisis fisicoquímico, se encuentra ubicado en el segundo piso, de un bloque de tres pisos, donde también se ubica una instalación de investigación y desarrollo, el primer piso corresponde a la sección de planta piloto y el tercero a la sección del laboratorio de bacteriología, microbiología e investigación y desarrollo.

El laboratorio de Control de Calidad para fisicoquímicos cuenta con diversas áreas que están divididas, cada una teniendo en cuenta las condiciones que

se requieren; por otro lado se han diseñado mesones en granito cubiertos en resina para evitar su deterioro por el derrame de compuestos corrosivos; con una altura de 90cm aproximadamente para el fácil desempeño de los operarios, con cajones en la parte inferior para el almacenamiento de materiales y reactivos. Las áreas a las cuales el sol afecta directamente sobre las paredes, se les ha instalado vidrios polarizados y cortinas para disminuir la entrada de luz y facilitar el trabajo de los operarios de los equipos.

Fig. 1 Mesones de granito



De igual forma se diseñaron las mesas para las balanzas a la misma altura de los mesones con un caucho de corcho en la base de las patas y otro caucho de corcho entre la parte superior de las patas y la mesa, las patas se encuentran unidas por dos tubos entre ellas, en la parte superior e inferior, generando mayor estabilidad y amortizando las vibraciones; cabe resaltar que se diseñó una mesa para cada balanza.

Fig. 2 Mesas anti vibratorias para balanza analítica



El área total del laboratorio es de 170 m² del segundo piso del bloque, en el cual se han distribuido las áreas de panadería, cuarto de balanzas, cuarto de muestras y reactivos, oficina de jefe de control de calidad, oficina de secretaria, área de estufas, destiladores, mesones para análisis, análisis de actividad en fermentógrafos, campanas de extracción, lavaderos y puesto de análisis de materias primas.

El área de bacteriología del tercer piso hace parte del trabajo y la responsabilidad de control de calidad, por ello lo mencionaremos y aclararemos su distribución que es de la siguiente manera: oficina de bacteriología, cuarto de siembra, área de lectura, incubación y área de esterilización y lavado de material (área humedad).

Cabe aclarar que los análisis sensoriales organolépticos son realizados por los analistas de investigación y desarrollo, por esta razón no se tubo en cuenta para la descripción física del laboratorio de Control de Calidad, el sistema implementado por ellos es denominado, Panel Interno, de esta manera nos prestan el servicio.

8.2.1. Cuarto de Balanzas:

Tiene un área total de 17.7 m², en la cual está la zona de las balanzas; dos balanzas analíticas y una balanza medidora de humedad con lámpara de halógeno, se construyó una mesa para cada una, además de esto hay mesones en los cuales hay una centrífuga, otra balanza medidora de humedad de infrarrojo, dos desecadores, un potenciómetro, un refractómetro mecánico, sistema de aire acondicionado, y un escritorio con su respectivo computador para registro de resultados manuales y electromecánicos.

Fig. 3 Cuarto de balanzas



8.2.2. Cuarto de muestras:

El cuarto se encuentra dividido en dos partes con un área total de 6.19 m², una es el cuarto de muestras que cuenta con un sistema de aire acondicionado, estanterías para el almacenamiento de las contra muestras y esta en la parte posterior. La otra área es el almacén de reactivos que cuenta con dos estanterías y se encuentra en la parte anterior.

Fig. 4 Cuarto de contra muestras.



8.2.3. Panadería:

Tiene un área total de 16.51 m², la cual está distribuida de la siguiente manera: un sistema de aire acondicionado, cabina de fermentación, cilindro, medidor de volumen, mesones, lavaplatos, mezcladoras y el área del horno con una división para disminuir la incidencia de calor; la cabina de fermentación se encuentra alejada del horno evitando así que los análisis se vean afectados por este.

Fig. 5 Horno de panadería



Fig. 6 Cilindro de panadería



8.2.4. Oficina del jefe de Control de Calidad:

Presenta un área de 8.50 m², conformada por un escritorio, el computador, el archivador donde se ubican todo tipo de documentos aferentes al laboratorio.

8.2.5. Oficina de la secretaria:

El área total es de 9.70 m², está distribuida con dos escritorios, cada uno con su respectivo computador, un archivador para la documentación que llega a diario, entre los se encuentran certificados de calidad de materias primas, solicitudes de inspección, papelería en general, y además cuenta con un comedor para las reuniones del área.

8.2.6. Área de análisis fisicoquímico:

Presenta un área total de 111.40m², esta es el área restante del laboratorio, la cual está distribuida de la siguiente forma:

8.2.7. Zona de destiladores:

Cuenta con un mesón, un sistema de agua suavizada proveniente de la caldera de la planta utilizada para el destilador de agua; el cual proporciona agua destilada tipo 2 especifica para análisis de laboratorio, se construyó el lavadero para el desagüé de los condensadores. También se tienen dos

destiladores para análisis de muestras, aunque solo es utilizado uno de ellos; que es utilizado para destilar nitrógeno y sulfitos, y por último se menciona la presencia de un digestor con sus respectivo Scrubbeer (condensador de gases).

Fig. 7 Zona de destiladores



8.2.8. Zona de estufas:

Esta área, consta de un mesón, en el cual se han distribuido una estufa de 100°C y 130°C, cada una para realizar respectivos análisis en la determinación de humedad y sólidos totales, además cuenta con una estufa de 100°C para secar material de vidrio, una mufla para calcinar, una estufa con sistema de vacío, un baño de maría a 60°C y una estufa de una boquilla eléctrica. Cabe resaltar que el laboratorio no tiene sistema de gas, por seguridad de su integridad y la de sus trabajadores.

Fig. 8 y 9. Estufas de 100 °C y 130 °C



Fig. 10 y 11. Estufa de 100 °C para secado de material y mufla



8.2.9. Mesones centrales:

Uno de los mesones es utilizado para la elaboración de los análisis, cuenta con dos soluciones estandarizadas, cada una con su respectivo dosificador (bureta digital), tiene un potenciómetro (pH-metro), un equipo con sistema de filtración al vacío, un titulador automático, que en el momento se encuentra en el proceso de calibración, El otro mesón es utilizado por el analista de materias primas para su completa comodidad, tiene almacenados sus reactivos y equipos necesarios.

Fig. 12 Buretas digitales



Fig.13 Titulador automático DL 50



Fig. 14 Balanza halógeno HR73



Fig. 15 Potenciómetro (pH metro)



8.2.10. Zona de Campanas de extracción:

Esta área cuenta con dos campanas de extracción, una de ellas tiene un digestor para la digestión de muestras para determinar fósforo como (P_2O_5), también hay un digestor a micro escala para las muestras pequeñas, utilizado por evaluación y desarrollo.

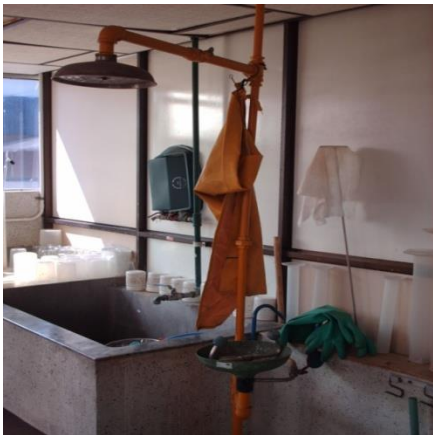
Fig. 16 Campanas de extracción



8.2.11. Lavaderos:

Esta área se encuentra dotada de dos lavaderos, mesones, escurridores, puesto para los implementos de aseo y una ducha en caso de algún accidente por derrame de reactivos químicos.

Fig. 17 y 18 Zona de lavado y ducha de seguridad



8.2.12. Laboratorio de bacteriología:

Se encuentra en el tercer piso del bloque, tiene un área total de 32 m² los cuales están distribuidos de la siguiente manera:

8.2.13. Cuarto de siembra:

Está dotada de dos mesones, uno en acero inoxidable y el otro en granito cubierto con resina, tiene luz ultravioleta, aire acondicionado, y una puerta hermética, el cuarto se esteriliza con amonio cuaternario cada ocho días, cada que se hace la siembra se limpian los mesones con alcohol.

8.2.14. Área de lectura e incubación:

Posee un mesón en acero inoxidable y el otro en granito en los cuales esta distribuido 3 incubadoras, dos a 30 °C y uno a 36 °C, un cuenta colonias y un microscopio, una plancha de calentamiento para hacer medios de cultivo, y un sistema de aire acondicionado.

Fig.19 Cuenta colonias y Microscopio



Fig. 20 Incubadoras



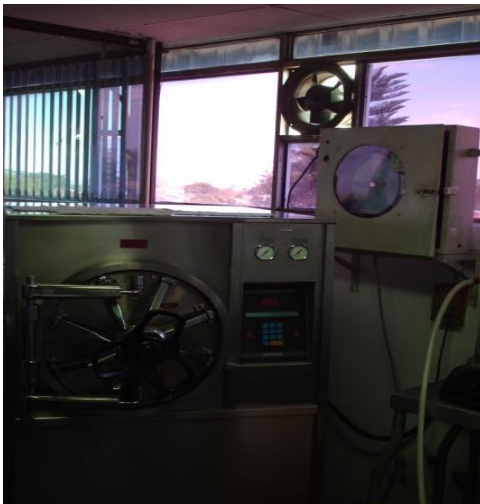
8.2.15. Oficina de bacteriología:

Está dotada de un escritorio con su respectivo computador, teléfono, archivador, dos sillas giratorias, sistema de aire acondicionado, puerta corrediza.

8.2.16. Área de esterilización:

Esta área tiene tres mesones, en uno de ellos están los hornos para esterilizar cajas, pipetas, vasos en aluminio, rastrillos, cucharas, etc., en el otro se encuentra el destilador de agua y dos lavaderos, donde se ubica el material sucio y el otro es una mesa en acero inoxidable, en el cual se ubica el material limpio para esterilización y el esterilizado, también hay un autoclave para las esterilizaciones de los medios, cajas contaminadas etc. Hay tres canecas de basura para reciclar.

Fig. 21 Autoclave.



9. ANÁLISIS DE MATERIAS PRIMAS

Luego del ingreso a la compañía el 02 de octubre del 2006, se produjo el entrenamiento para la posterior capacitación de cada una de las responsabilidades del cargo de materias primas, que se extendió durante las primeras tres semanas y fue dada por el analista encargado del momento.

Esta sección maneja un horario turno partido, que corresponde de 7:00 a.m a 12:30 p.m y de 2:00 p.m a 5:30 p.m de lunes a viernes, cubriendo un total de 45 horas semanales.

La responsabilidad en general de este campo, es muy grande, ya que depende de tan solo una persona y es quien determina si cada uno de los diversos materiales para la elaboración de todos los productos, se encuentran en las especificaciones correspondientes, para ser aprobados mediante los ensayos fisicoquímicos y poderse así utilizar en su totalidad.

Además el analista de materias primas es quien aprueba la principal materia prima, que es la Melaza, y que día a día alimenta esta gran industria para su productividad.

Entre los principales ensayos realizados en este campo mencionaremos: análisis de lodos, coloides, sulfitos, dextranas, azúcares invertidos, pH, brix, granulometría, % de humedad, índice salino, índice de peróxidos, determinación de nitrógeno, pureza de ácidos (HCl, H₂SO₄, H₃PO₄, HNO₃), pureza de bases (NaOH líquido - en escamas, NaHCO₃, KOH), viscosidad, densidades, determinación de fósforo (P₂O₅), análisis de solventes (formaldehído) entre otros.

Cada materia prima que es adquirida en LEVAPAN para uso industrial entra con un correspondiente certificado de calidad, que establece los parámetros

iniciales fisicoquímicos y que en nuestro laboratorio son analizados para corroborar la calidad correspondiente.

9.1. Análisis de material de empaque:

Como en toda gran empresa, la calidad de los productos no depende directamente de los buenos análisis que se desarrollen en sus etapas iniciales, intermedio o finales, sino también de los materiales con que se empaacan o envasan.

En Levapan es prioridad del analista de materias primas esta delicada función, en donde el material de empaque toma gran desarrollo en cada uno de los procesos y para el caso de la levadura fresca (principal producto) su envoltura de parafina cumple una importante función.

Entre los análisis mas importantes realizados en este campo están: análisis de papel parafinado, gramaje, espesor, altura, ancho, largo, distancia de separación de aletas, peso, texto, color, apariencia, resistencia, etc. todo aplicado a corrugados de doble y pared sencilla, cintas, bolsas plásticas de distinto tamaño, frascos y tambores. Donde cada material posee su especificación correspondiente y por ello el analista debe verificar su completa idoneidad para ser llevados a proceso.

9.2. Análisis de producto en proceso:

El paso por el área de materias primas fue sustancial, desde la inducción que comenzó el 02 de Octubre incluyendo las tres primeras semanas, en el cargo estuve hasta el 15 de febrero del 2007, aproximadamente cuatro meses y dos semanas. En lo personal tiempo suficiente para tener noción de la magnitud de cada uno de los diferentes procesos y su compleja importancia. A partir de la fecha mencionada por condiciones de jefatura de laboratorio empecé el entrenamiento en producto en proceso, una de las áreas y talves la más importante de la Compañía, ya que aquí los analistas somos tres por

que sencillamente tenemos que cumplir el horario de producción que es de 24 horas. El proceso de entrenamiento fue de dos semanas.

Los horarios se manejan de la siguiente manera: 6:00 a.m a 2:00 p.m – 2:00 p.m a 10:00 p.m y de 10:00 p.m a 6:00 a.m, en donde cada analista maneja un turno por semana y casi siempre domingos y festivos.

Entre los análisis realizados en este campo se destacan: sólidos totales, pH, acidez acética, índice salino, brix, determinación de nitrógeno – proteína, determinación de fósforo (P_2O_5), alcalinidad, dureza de aguas, densidades, actividad de fermentógrafo, conductividad entre otros.

Como en las áreas de materias primas y material de empaque, el producto en proceso también presenta sus características de especificación correspondiente, que son las que indican que la diversidad de productos que se fabrican están en los límites aceptables para la productividad final, en caso contrario el analista de turno debe informar al jefe encargado inmediato para que se realicen los respectivos ajustes.

Entre otras funciones del analista de turno, se encuentra la aprobación de productos a granel (que no se encuentran empacados).

En esta área culmine la pasantía que se prolongo como lo había mencionado anteriormente hasta el 02 Noviembre del 2007.

10. ¿QUÉ ES LA HUMEDAD?

No existe una definición generalmente aceptada para el concepto de humedad. Muchas veces el principio físico para medirla condiciona la definición. De acuerdo a los diferentes métodos de determinación térmica la humedad de un material comprende todas aquellas sustancias que se volatilizan por calentamiento y producen una pérdida de peso. Esta pérdida de peso se determina con una balanza y se interpreta como contenido de humedad. Además del agua, en este concepto de humedad se incluyen pérdidas de otras masas, como por ejemplo disolventes orgánicos volatilizables, alcoholes, grasas, aceites y componentes aromáticos.

10.1. Tipos de enlazamientos de la humedad.

Al determinar la humedad debe tenerse en cuenta que el agua puede estar combinada en los sólidos de diferentes maneras, que en orden creciente de la fuerza de enlace son:

Agua libre: es el agua que se ubica sobre la superficie de la sustancia muestra, posee las mismas propiedades del agua líquida y las moléculas de la sustancia absorbente solo se presentan como estructura de soporte.

Agua en poros grandes, cavidades o capilares de la sustancia muestra. Según, Mohsenin N.J. (17. Folleto de aplicaciones, Métodos para determinar el contenido de humedad, Analizador Halógeno de humedad METTLER TOLEDO, cap. I, II.) “es el agua retenida por mecanismos de absorción capilar. La absorción ocurre cuando los vacíos en la estructura celular son del tamaño del agua llevada en forma líquida, por fuerzas de tensión superficial”.

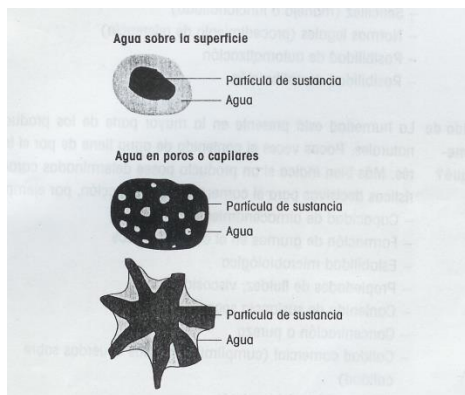
Agua adhesiva retenida sobre la superficie de macromoléculas polares: es el agua retenida por mecanismos de absorción molecular. La absorción molecular ocurre cuando las moléculas de agua se adhieren a puntos

específicos de la estructura molecular del material. Cuando las distancia entre las moléculas de agua y la pared celular se vuelven suficientemente pequeñas (del orden de 10^{-7} cm), la fuerza de atracción es tan suficientemente grande que lleva el agua dentro de la red micelar de la pared celular.

Las moléculas de agua a este nivel, interactúan con las moléculas del material. Las propiedades de una sustancia influyen en las propiedades de la otra.

Agua cristalina incluida en iones reticulares o coordinados a iones: es el agua que esta combinada químicamente con la sustancia absorbente, es parte de la sustancia y solo puede ser removida bajo condiciones rigurosas de secado.

Fig. 22 Tipos de agua enlazada



(17. Folleto de aplicaciones, Métodos para determinar el contenido de humedad, Analizador Halógeno de humedad METTLER TOLEDO, pág. 5)

10.2. ¿Para que se mide el contenido de humedad o agua?

La humedad esta presente en la mayor parte de los productos naturales, pocas veces el contenido de agua tiene de por si interés. Más bien indica si un producto posee determinadas características decisivas para el comercio y la producción, por ejemplo:

- Capacidad de almacenamiento
- Formación de grumos en el caso de polvos
- Estabilidad microbiológica
- Propiedades de fluidez, viscosidad
- Contenido de sustancia seca
- Concentración o pureza
- Calidad comercial (cumplimiento sobre los acuerdos de calidad)
- Valor nutritivo del producto
- Conformidad legal (legislación alimentaria)

El comercio y la industria se interesan por la proporción de materia seca de los artículos comerciales. El agua presente en el producto se incluye en la fijación del precio. Las disposiciones legales y las declaraciones sobre el producto definen la diferencia entre humedad natural y humedad añadida al producto.

Las determinaciones de humedad han de ser rápidas y seguras para, en caso necesario, intervenir al momento en el proceso productivo y evitar largas interrupciones de la producción.

De ahí que muchas industrias hagan hoy por hoy esta determinación en materias primas, productos intermedios y productos finales directamente dentro de la línea de producción, en el sentido cabal de la garantía de calidad.

10.3. Elección del método de medida apropiado:

La elección de un método de medida conveniente depende fundamentalmente de las magnitudes siguientes:

- Tipo de enlazamiento del agua
- Información deseada: contenido de agua o humedad
- Velocidad de medida

Cantidad de muestra

Propiedades físicas de la muestra (temperatura de descomposición)

Presupuesto, sencillez

Normas legales (procedimiento de referencia)

Posibilidad de automatización

Posibilidad de calibración

Teniendo en cuenta cada uno de estos argumentos será muy fiable escoger el método y poder aplicarlo de la mejor manera posible, para hacer de este el mas rápido y seguro respaldado en economía.

11. MÉTODOS PARA DETERMINAR EL CONTENIDO DE HUMEDAD

El contenido de humedad influye sobre las propiedades físicas de una sustancia, como peso, densidad, viscosidad, índice de refracción, conductividad eléctrica y otras muchas.

A lo largo del tiempo se han ido desarrollando diversos métodos para medir estas magnitudes físicas y para expresar el contenido de humedad.

Una clasificación lógica de los métodos de medida en técnicas o procedimientos es la siguiente:

Termogravimétricos

Químicos

Espectroscópicos

Otros

11.1. Procedimientos termogravimétricos:

Son métodos de desecación pesada donde las muestras se secan hasta obtener una constancia de masa. El cambio de masa se interpreta como humedad desprendida.

La desecación termina al alcanzar un estado de equilibrio, es decir, cuando la presión de vapor de la sustancia húmeda es igual a la presión de vapor del entorno. Cuando menor es presión del entorno, menor es la humedad residual remanente en la condición de equilibrio dentro de la sustancia. Disminuyendo la presión se puede reducir la presión de vapor ambiental y por tanto, las condiciones de la desecación.

En las determinaciones de humedad termogravimétricas reproducibles tiene gran importancia la temperatura y duración de la desecación. Ambos factores afectan al resultado de medida. La influencia de la presión y humedad

atmosféricas tiene una importancia secundaria, pero hay que tenerlas también en cuenta en análisis de alta precisión.

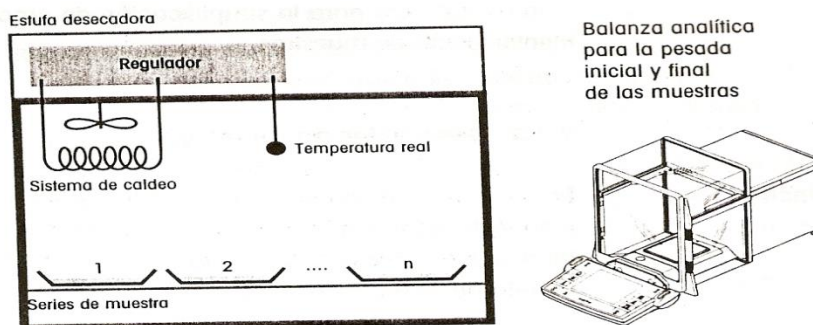
Los procedimientos termogravimétricos son los métodos clásicos. Por razones históricas forman parte a menudo de la legislación. Por ejemplo: código alimentario.

Los procedimientos termogravimétricos sirven prácticamente para todas las sustancias térmicas con un contenido de humedad $\geq 0,1 \%$.

Entre los procedimientos mas utilizados encontramos:

Estufa desecadora: se seca una muestra por medio de aire caliente. A fin de forzar las condiciones de la desecación, o para no alterar las sustancias térmicamente inestables, a menudo se hace bajo vacío. El contenido de humedad se determina mediante pesada por diferencia antes y después de la desecación.

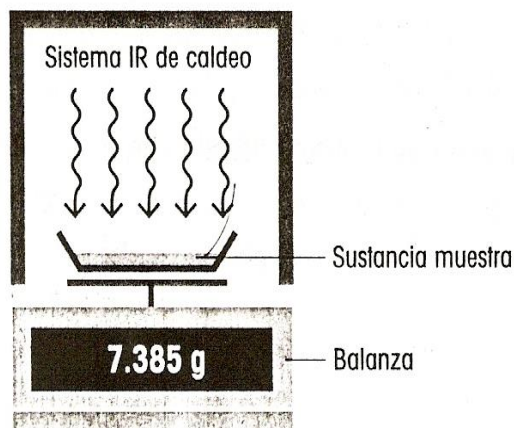
Fig. 23 Estufa desecadora



(17. Folleto de aplicaciones, Métodos para determinar el contenido de humedad, Analizador Halógeno de humedad METTLER TOLEDO, pág. 11)

11.1.1. Desecación por infrarrojo: en lugar de aire caliente circulante, en este método el material de la muestra se seca con radiación infrarroja directa, la cual es absorbida por la muestra. La energía absorbida produce el calentamiento deseado de la sustancia.

Fig. 24 Estufa de infrarrojo

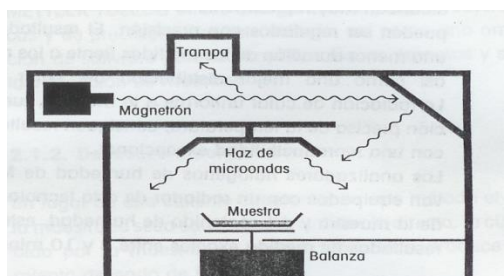


(17. Folleto de aplicaciones, Métodos para determinar el contenido de humedad, Analizador Halógeno de humedad METTLER TOLEDO, pág. 12.)

11.1.2. Deseccación por halógeno: este método es un perfeccionamiento de la desecación por infrarrojo. La tecnología del radiador se basa en el nuevo principio del radiador halógeno.

11.1.3. Deseccación por microondas: este procedimiento se basa en la absorción de radiación de microondas por las moléculas de agua de la muestra. Esta absorción genera calor y produce la evaporación de los componentes volátiles. También aquí la magnitud medida es la totalidad de componentes volátiles, que se determina por pesada antes y después de la desecación.

Fig. 25 Microondas



(17. Folleto de aplicaciones, Métodos para determinar el contenido de humedad, Analizador Halógeno de humedad METTLER TOLEDO, pág. 14)

11.1.4. Método del pentóxido de fósforo: dentro de un sistema cerrado hay, además de la sustancia muestra húmeda, pentóxido de fósforo, sustancia que absorbe agua. El vapor de agua desprendida por calentamiento de la muestra se enlaza químicamente rápida y totalmente. El aumento de peso del pentóxido de fósforo es la medida del contenido de la muestra. A veces también se mide la variación de la conductividad eléctrica del pentóxido de fósforo y se presenta como contenido de humedad.

Destilación: se mide la proporción de peso o de volumen separado térmicamente de una muestra. En el caso de muestras sólidas generalmente se añade antes de la destilación un disolvente orgánico insoluble en agua (tolueno, xileno...) que durante la destilación forma con el agua una fase de vapor azeotrópica con una temperatura menor a 100 °C. Una vez enfriados, se vuelven a separar ambos componentes líquidos y se determina la proporción de agua volumétricamente o por pesada, previa separación de la parte de disolvente en el embudo decantación.

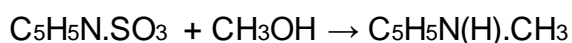
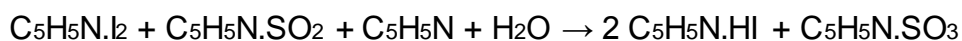
11.2. Procedimientos químicos:

Los procedimientos químicos se basan en los diferentes principios de química analítica donde las diferentes reacciones que se presentan pueden ser de oxidación o reducción.

Entre los más utilizados tenemos:

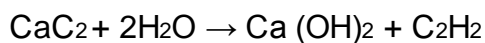
11.2.1. Valoraciones Karl Fischer:

El procedimiento de Karl Fischer se utiliza como método de referencia para muchas sustancias. Se trata de un procedimiento químico analítico basado en la oxidación del dióxido de azufre por medio de yodo en solución metanólica básica. El principio tiene lugar a la siguiente reacción química:



La valoración puede ser volumétrica o coulométrica. En el procedimiento volumétrico se añade una solución Karl Fischer con yodo hasta el primer indicio de yodo en exceso. La cantidad de yodo transformada se determina con una bureta a partir del volumen de solución de Karl Fischer yodada. En el procedimiento coulométrico el yodo que participa en la reacción se genera directamente en la célula volumétrica por oxidación electroquímica de yoduro, hasta que aparezca un vestigio de yodo no reaccionante. A partir de la cantidad de corriente necesaria se puede calcular por medio de la ley de Faraday la cantidad de yodo producida.

11.2.2. Procedimiento de carburo cálcico: este procedimiento mezcla cuidadosamente una muestra de la sustancia húmeda con carburo cálcico en exceso, lo que produce la reacción:



La cantidad de acetileno medida se determina midiendo su volumen o por el aumento en un recipiente cerrado.

11.3. Métodos espectroscópicos.

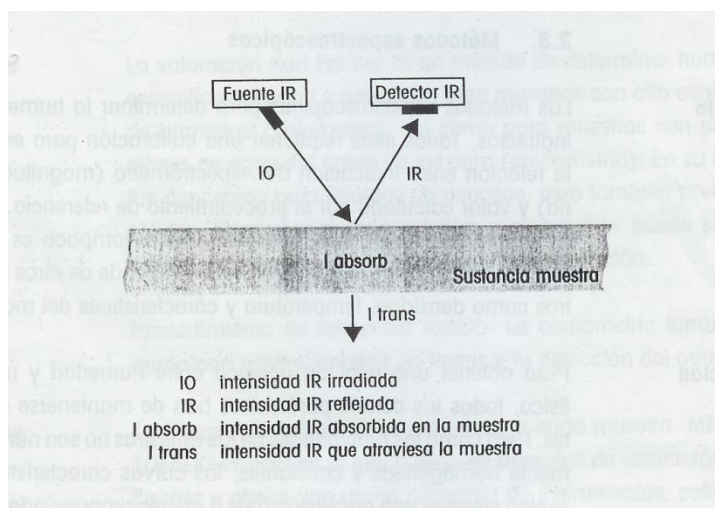
Estos tipos de métodos son indirectos. Todos ellos requieren una calibración para establecer la relación entre indicación del espectrómetro (magnitud primaria) y valor calculado por el procedimiento de referencia.

La magnitud medida con el espectrómetro tampoco es siempre función de la humedad, pues depende de otros parámetros como densidad, temperatura y características del material.

11.3.1. Espectroscopia infrarroja para la determinación de la humedad superficial: con este método se determina exclusivamente la humedad superficial. Se somete una muestra a la acción de la luz (radiación electromagnética). La intensidad del espectro reflejado proporciona la base

para calcular el contenido de humedad. La región del infrarrojo próximo (NIR) utilizado comprende dentro del espectro electromagnético, longitudes de onda de 800 nm a 2500 nm. En esta región el agua triatómica presenta dos bandas de absorción pronunciadas a las longitudes de onda de 1474 nm y 1940 nm (vibraciones armónicas y vibración de combinación). Cuando se irradia una muestra húmeda con luz de estas longitudes de onda, parte de la luz se absorbe, una segunda parte refleja difusamente y una tercera parte atraviesa la muestra (transmisión). Se mide la luz reflejada difusamente (espectro) que es proporcional (no lineal) a la concentración de agua sobre la superficie. Si las muestras son delgadas, a veces se aprovecha también el espectro de la transmisión.

Fig. 26 Espectroscopia infrarroja



(17. Folleto de aplicaciones, Métodos para determinar el contenido de humedad, Analizador Halógeno de humedad METTLER TOLEDO, pág. 18)

11.3.2. Espectroscopia de microondas para la determinación de humedad total: debido a que la constante dieléctrica del agua es extremadamente alta ($DK=81$), las microondas se absorben, reflejan y dispersan en las sustancias húmedas. De este hecho se derivan procedimientos de medida para la humedad que, adaptándolos al trabajo de medida, se pueden llevar a la práctica como procedimientos de transmisión, reflexión o resonancia.

En este procedimiento se introduce la muestra en una cavidad de resonancia que a través de las microondas se pone a “vibrar”. Las moléculas de agua polares introducidas absorben parte de la energía y alteran el campo del microondas. Se pueden medir tanto un desplazamiento de la frecuencia de resonancia, como una variación de la amplitud de la variación. Este desplazamiento guarda proporcionalidad no lineal con el contenido de agua de la sustancia, teniendo que ser conocidos la temperatura y el peso de la muestra con vistas a la compensación.

11.3.3. Espectroscopia de resonancia magnética nuclear (RMN): la RMN H+ determina el número de núcleos de hidrógeno contenidos en una sustancia. A partir de este número se deduce la cantidad de agua que hay dentro de la muestra. Para la determinación del contenido de humedad se utilizan dos modalidades.

En la primera se introduce la sustancia en un campo magnético alterno de alta frecuencia. La respuesta de resonancia de los núcleos de hidrógeno (espín de los electrones) es una medida del contenido de agua en la sustancia.

En la segunda modalidad se desvían los núcleos de hidrógeno (protones) por medio de un impulso magnético. El retroceso del espín de los protones induce una tensión en una bobina receptora. Por tratamiento matemático de la señal medida se obtiene un espectro NMR que da información sobre los átomos de hidrógeno presentes en la muestra. ¹⁷

12. PUNTOS FUERTES Y DÉBILES DE LOS MÉTODOS

12.1. Tabla 1

Puntos fuertes y débiles de los métodos		
Procedimiento	Puntos fuertes	Puntos débiles
Estufa desecadora	Procedimiento de referencia Se pueden determinar varias muestras al mismo tiempo Pesada posible de grandes cantidades de muestra	Duración típica de la determinación del orden de horas Posible descomposición de la muestra Sustancias que se evaporan con el agua Manipulación cara con posibilidades de error
Desecación por infrarrojo	Tiempo de medición típico 5...15 min Pesada posible de grandes cantidades de muestra Fácil manejo, sencillez del método Solución de muestras compacta	Posible descomposición de la muestra Sustancias que se evaporan con el agua
Desecación por halógeno	Rápida, tiempo de medición típico 2...10 min Pesada posible de grandes cantidades de muestra Fácil manejo, sencillez del método Aplicación versátil, solución problema compacta	Posible descomposición de la muestra Sustancias que se evaporan con el agua
Desecación por microondas	Rápida, tiempo de determinación típico 2...5 min Pesada posible de grandes cantidades de muestra	Posible descomposición de la muestra Problemático para sustancias con poca humedad Control de temperatura mediano
Destilación	Económico	A menudo hace falta disolvente (ecología) Exactitud del resultado mediana
Valoraciones Karl Fischer: coulométricas	Procedimiento de referencia preciso Apropiado para análisis de trazas, detección del agua	Adaptación de la técnica de trabajo a la muestra
volumétricas	Procedimiento de referencia preciso, detección del agua	Adaptación de la técnica de trabajo a la muestra
Procedimientos con carburo de Ca	Económico	Formación de sustancias explosivas Es necesario personal especializado
Espectroscopia infrarroja	Tiempo de medida mínimo, mediciones continuas También para análisis de multicomponentes (proteínas)	Necesaria una calibración específica de la sustancia Sólo para medir la humedad superficial Depende de la naturaleza del material Depende de la temperatura, granulación
Espectroscopia de microondas	Tiempo de medida mínimo Posibles las mediciones continuas	Necesaria una calibración específica de la sustancia Efectos perturbadores son la densidad aparente y la granulación
Espectroscopia NMR	Tiempo de medida corto Posible un análisis de multicomponentes Análisis estructural	Calibración necesaria Alto costo instrumental, personal especializado, caro Sólo se miden pequeñas cantidades de muestra También se incluyen átomos de hidrógeno ajenos a la humedad
Cromatografía de gases	Adecuada para análisis de multicomponentes	Necesita personal especializado, caro
Conductometría	Método rápido, uso móvil	Necesita calibración específica de la sustancia
Refractometría	Método rápido, bajo costo, móvil	Sólo apropiado para sustancias visibles
Densitometría	Método rápido, bajo costo, móvil	Sólo apropiado para sustancias visibles

(17. Folleto de aplicaciones, Métodos para determinar el contenido de humedad, Analizador Halógeno de humedad METTLER TOLEDO, pág.9)

13. CONCEPTOS DE MANEJO PARA LA BALANZA HALÓGENO HR73:

13.1. Historia:

Hacia 1950 se empezaron a necesitar lámparas muy pequeñas y potentes para las luces de los aviones a reacción, que pudieran encajar en los extremos pequeños y agudos del ala. Los investigadores de General Electric tuvieron una idea muy ingeniosa, rellenaron el bulbo con yodo, un elemento muy reactivo, en vez de rellenarlo con un gas inerte como en las bombillas normales. La presencia del yodo, permite que el filamento se repare automáticamente en las zonas en las que se va quedando más delgado. Esto hace que se puedan alcanzar temperaturas más elevadas y, por tanto, la luz emitida sea más blanca e intensa. A partir de aquí se fue desarrollando la gran variedad de lámparas halógenas que conocemos en la actualidad.

13.2. Como funcionan las lámparas de halógeno:

Las lámparas halógenas son lámparas incandescentes con filamento de wolframio que en su interior contienen una atmósfera gaseosa formada, además de por el gas noble, por un halógeno o un halogenuro metálico. La presencia del gas halógeno (representado por el símbolo X) permite que se establezca el equilibrio



Que al aumentar la temperatura se desplaza hacia la izquierda. En realidad, en el margen de temperaturas en que trabaja la bombilla, el equilibrio se encuentra desplazado hacia la izquierda a la temperatura del filamento y hacia la derecha a la temperatura del vidrio (en este caso cuarzo) de la ampolla.

Cuando parte del wolframio sublima y pasa a estado gaseoso, al entrar en contacto con las paredes "frías" de la bombilla se combina con el halógeno para formar el halogenuro correspondiente. Por otra parte, en las zonas del filamento donde haya sublimado más wolframio, el conductor disminuye de

grosor y por tanto aumenta la temperatura (la temperatura aumenta cuando aumenta la resistencia). En estas zonas de mayor temperatura, el equilibrio se desplaza hacia la izquierda depositándose el metal sobre el filamento y reparándolo.

El establecimiento de este ciclo regenerador requiere que la bombilla alcance una temperatura suficiente, mayor de lo habitual, que permita la formación del halogenuro gaseoso. Por ello se utiliza generalmente el cuarzo como material para la ampolla de la bombilla. Material que impone una serie de requerimientos especiales para este tipo de bombillas, por ejemplo, no se pueden tocar con los dedos. ¹⁸

13.3. ¿Para que sirve el analizador halógeno HR73 de humedad?

El analizador de halógeno HR73 sirve para determinar el contenido de humedad de prácticamente cualquier sustancia. El instrumento trabaja según el principio termogravimétrico. Al inicio de la medición el analizador de humedad determina el peso de la muestra, luego la muestra se calienta rápidamente con la unidad desecadora halógena integrada y la humedad se evapora. Durante la desecación el instrumento calcula continuamente el peso de la muestra y visualiza la pérdida de humedad. Una vez concluida la desecación se visualiza, como resultado final, el contenido de humedad o el de materia seca de la muestra.

La rapidez del calentamiento tiene importancia decisiva en la práctica. Para alcanzar la máxima potencia de calentamiento, la unidad desecadora halógena del instrumento necesita menos tiempo que el método convencional (estufa eléctrica o infrarrojo). Además, la unidad desecadora de halógeno permite alcanzar temperaturas altas que acortan adicionalmente la desecación, lo cual reduce los tiempos de respuesta para el control de la producción, y por tanto, aumenta la productividad.

Previamente se pueden elegir todos los parámetros de una medición (temperatura de desecación, tiempo de desecación), pero son demasiadas las posibilidades de operación, entre las que citaremos:

- La base de datos integrada para procedimientos de desecación memoriza los valores de ajuste para sus muestras.
- La curva de desecación se puede adoptar al tipo de muestra.
- Se puede elegir cualquier tipo de presentación para los resultados.
- Los ajustes y resultados de medida se pueden imprimir y memorizar.
- Los datos se conservan incluso si falla la corriente eléctrica, gracias al acumulador incorporado.

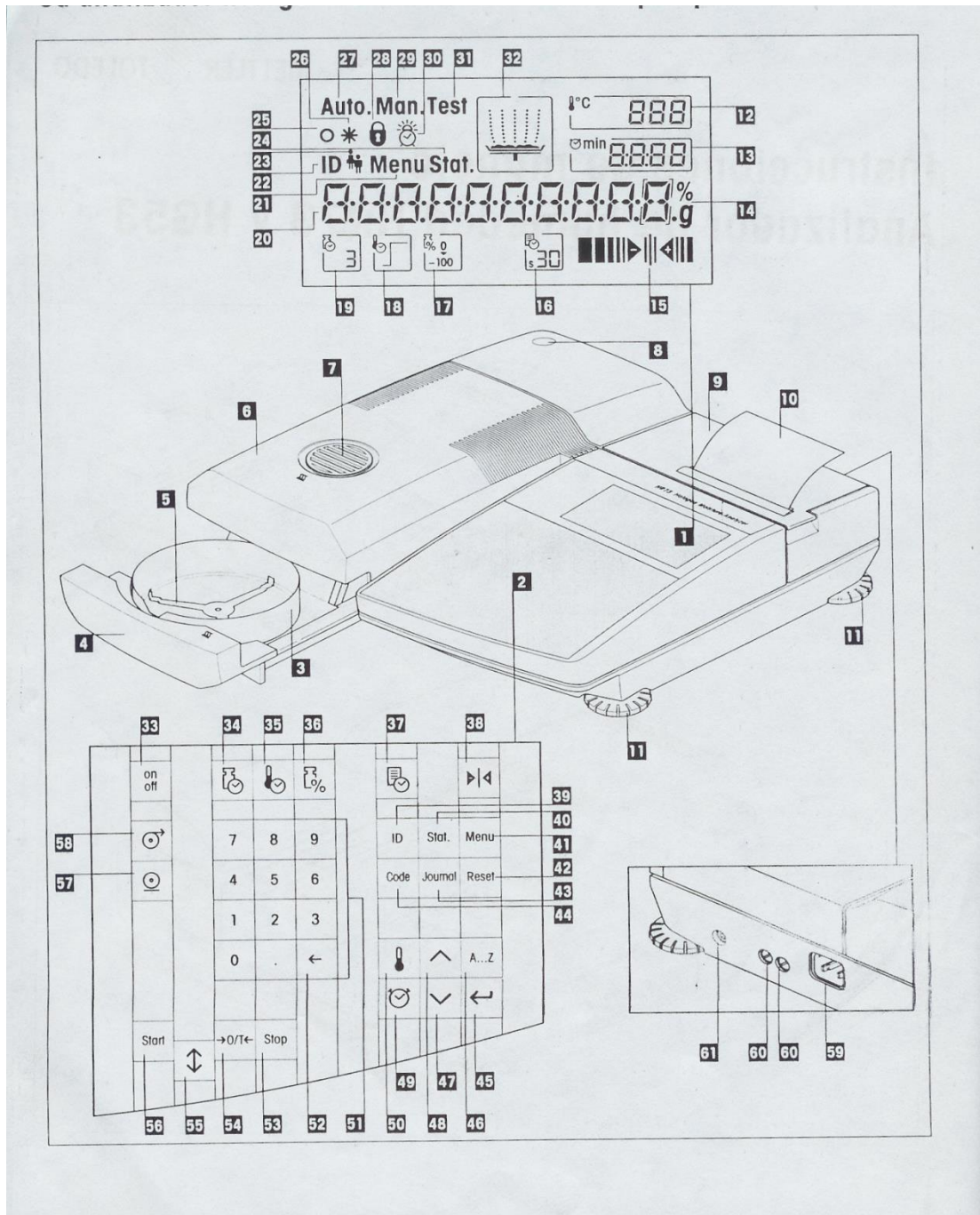
Junto a la plena manejabilidad sigue figurando en primer lugar la calidad de los resultados. La célula de pesada incorporada responde al alto nivel que ha convertido a METTLER TOLEDO en el líder mundial en el campo de las balanzas de precisión de alta resolución.

Una breve alusión a las normas, directivas y procedimientos para la garantía de calidad: el analizador de humedad esta conforme con las normas y directivas actuales. Admite los valores prefijados, técnicas de trabajo y protocolos que requieren todos los sistemas de control internacional, por ejemplo: GLP (Good Laboratory Practice), GMP (Good Manufacturing Practice) o ISO 9001. El instrumento cuenta con una declaración de conformidad CE y METTLER TOLEDO tiene concedido como fabricante el certificado según ISO 9001/EN 29001.

13.4. Elementos de indicación, mando y conexión

A continuación se adjuntan las diversas funciones que componen el analizador de halógeno, con sus respectivas funciones para su interpretación:

Fig. 27 Balanza y cuadro de funciones



Elementos de indicación, mando y conexión de su HR73

Nº	Designación	Info. v. Capít.	Nº	Designación	Info. v. Capít.
1	Indicador	todos	31	Símbolo para medición de ensayo	4.4
2	Teclado	todos	32	Indicador de estado ("User Guide")	2.6
3	Corta-aíres	2.3	33	Tecla «on/off» (activar y desactivar)	2.6
4	Módulo automático de la muestra	2.6	34	Tecla de función «Criterio de desconexión»	4.4
5	Soprote del portamuestras	2.3	35	Tecla de función «Programa de desecación»	4.2
6	Unidad desecadora	7.6	36	Tecla de función «Tipo de indicación»	4.5
7	Ventana de control	6.3	37	Tecla de función «Intervalo de impresión»	4.6
8	Control de nivelación (nivel)	2.3	38	Tecla «Peso teórico» (ayuda para dosificación)	4.7
9	Tapa de impresora	7.2	39	Tecla «ID» (elección de procedimiento)	5.2
10	Impresora incorporada (opción)	7.5	40	Tecla «Stat.» (estadística)	5.6
11	Pata regulable	2.3	41	Tecla «Menu»	6
12	Indicador de temperatura de desecación	4.3	42	Tecla «Reset» (reinicio)	6.1
13	Indicador de tiempo de desecación	4.4	43	Tecla «Journal» (diario)	5.5
14	Unidad de indicación (por ciento o gramos)	4.5	44	Tecla «Code» (comentario de informe)	4.9
15	Ayuda para dosificación	4.7	45	Tecla «Transmitir entrada»	todos
16	Indicador de función "Intervalo impresión"	4.6	46	Tecla «A...Z» (entrada alfanumérica)	4.9
17	Indicador de función "Tipo indicación"	4.5	47	Tecla «Disminuir»	2.5
18	Indicador de función "Programa desecación"	4.2	48	Tecla «Aumentar»	2.5
19	Indicador de función "Criterio desconexión"	4.4	49	Tecla «Tiempo de desecación»	4.4
20	Indicador de diálogo (valores medidos, diálogo de menú, entrada de texto, etc.)	todos	50	Tecla «Temperatura de desecación»	4.3
21	Símbolo de menú	6	51	Teclado numérico	4.1
22	Símbolo de procedimiento	5	52	Tecla «Borrar»	4.1
23	Símbolo para comentario de informe	4.9	53	Tecla «Stop» (fin de desecación)	4.8
24	Símbolo de estadística	5.6	54	Tecla «Tarar» (poner a cero)	2.6
25	Detector de estabilidad	8.3	55	Tecla «Sacar/meter módulo de la muestra»	2.6
26	Símbolo para resultado calculado	5.5	56	Tecla «Start» (inicio de la desecación)	2.6
27	Símbolo para modo operativo automático del módulo de la muestra	6.9	57	Tecla «Imprimir»	4.8
28	Símbolo para bloqueo de teclado (protección de regulación de parámetros)	6.11	58	Tecla «Avance de papel»	4.8
29	Símbolo para modo operativo manual del módulo de la muestra	6.9	59	Toma de conexión a la red	2.3
30	Símbolo para transmisor de señal acústica	6.10	60	Fusible de red	7.3
			61	Conexión de interface universal LocalCAN	9.2

(19. Instrucciones de manejo, Analizador de humedad HR73 y HG53, METTLER TOLEDO pág. 6,7.)

13.5. Elección del programa de desecación:

Bajo esta tecla de función se disponen de cuatro programas de desecación diferentes para una adaptación óptima de la curva de desecación a la muestra utilizada.

Cada que se pulsa la opción aparece el programa siguiente. Después del cuarto y el último vuelve a aparecer en el indicador el primero. Una vez se elige el programa deseado, el ajuste es activo, y no necesita confirmarlo o memorizarlo.

Entre los programas encontramos,

Desecación estándar: este programa de desecación sirve para la mayor parte de las muestras. La muestra se calienta a la temperatura teórica (ajustada) y se mantiene constante a ella.

Desecación rápida: este programa sirve para muestras que presentan un contenido de humedad entre 3 – 15 %. Después del comienzo se sobrepasa la temperatura elegida en un 40% durante un minuto a fin de compensar el frío de la evaporación y acelerar el proceso de la desecación.

Desecación moderada: este programa sirve para la desecación suave de sustancias con tendencia a formar película superficial. La temperatura sube continuamente y alcanza la temperatura de desecación elegida (temperatura final) solo al terminar el llamado periodo de rampa. La rampa o tiempo transcurrido entre el comienzo de la desecación y la llegada a la temperatura final, se puede seleccionar previamente.

Desecación escalonada: este programa sirve para sustancias formadas por varios componentes. La desecación es gradual, es decir la muestra se calienta previamente a una temperatura determinada (1 escalón) y se mantiene a esta temperatura durante un tiempo elegido (tiempo de permanencia). A continuación se regula la temperatura a un escalón próximo (2 escalones) y se vuelve a mantener durante cierto tiempo. Al final se

alcanza una temperatura de desecación preseleccionada (temperatura teórica) que se mantiene constante en este valor hasta el final de la desecación. Este programa también es utilizado para la determinación rápida de sustancias con alto contenido de humedad.

13.6. Ajuste de la temperatura de desecación:

Después de pulsar esta tecla se puede introducir la temperatura de desecación (temperatura teórica). El tipo de entrada depende del programa de desecación elegido. Con los programas de desecación estándar-rápida, basta con introducir la temperatura de desecación, con los programas de desecación moderada-escalonada, se piden entradas adicionales para definir la rampa o los escalones.

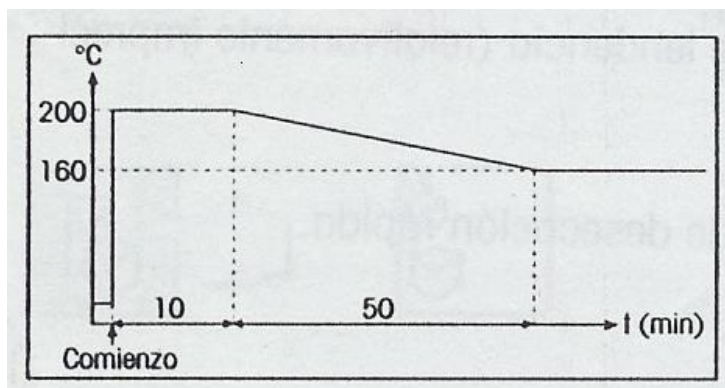
El intervalo permisible de entrada de temperatura es de 50 °C a 200 °C.

Limitación de la temperatura: para proteger el aparato contra el sobrecalentamiento, se han adoptado las siguientes medidas:

El analizador de humedad dispone de protección contra sobrecalentamiento.

A temperaturas de más de 160 °C se activa una limitación de tiempo. A mayor temperatura, menos tiempo necesita el aparato para empezar a bajar la temperatura (curva envolvente)

Fig. 28 Limitación de tiempo



(19. Instrucciones de manejo, Analizador de humedad HR73 y HG53, METTLER TOLEDO pág. 33)

13.7. Elección del criterio de desconexión:

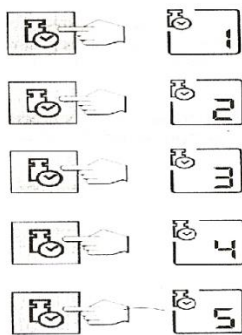
Esta función coloca a disposición diversos criterios de desconexión. Un criterio de desconexión define cuando el instrumento debe concluir la desecación. Ello evita tener que mirar el reloj o interrumpir manualmente la desecación.

Entre los criterios que maneja el analizador de halógeno HR73 se encuentran:

Pérdida de peso por unidad de tiempo (5 ajustes):

Este criterio de desconexión se basa en la pérdida de peso por unidad de tiempo. En cuanto la pérdida de peso media no alcanza un valor prefijado durante un tiempo dado, el instrumento considera terminada la desecación y cierra automáticamente el proceso de medida. Durante el proceso de desecación se puede leer en el indicador de tiempo cuanto dura el proceso de medida.

Se encuentran disponibles los 5 ajustes siguientes:



1. Este ajuste es para muestras de desecación muy rápida
2. Este ajuste es para muestras de desecación rápida
3. Este es el ajuste de fábrica, adecuado para la mayoría de las muestras.
4. Este ajuste es apropiado para muestras que se secan con rapidez intermedia.
5. Este ajuste es para muestras de desecación muy lenta (formación de película)

Criterio de desconexión libre:

Se basa en la pérdida de peso media por unidad de tiempo definido por el usuario.

Manual:

Con este criterio de desconexión, el proceso de medida se prolonga hasta que el usuario lo da por terminado con la tecla stop.

Desconexión controlada por tiempo:

Con este criterio de desconexión el proceso de medida se prolonga hasta que ha transcurrido el tiempo de desecación preseleccionado

13.8. Elección del tipo de indicación:

Esta función da prioridad para la elección del tipo preferido de indicación del resultado. Con ello se elige también que valores se imprimen en los resultados.

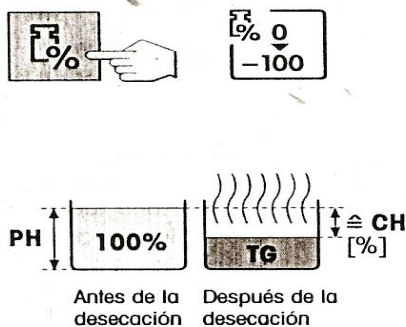
Hay disponibles los siguientes tipos de indicaciones.

Contenido de humedad:

Se visualiza (e imprime) el contenido de humedad de la muestra en porcentajes de peso en húmedo (=peso inicial=100%) este es el ajuste de fabrica. En la impresión de los resultados el contenido de humedad se designa con %CH.

CH (0....-100%) = peso en húmedo PH – peso en seco PC / peso en húmedo PH * 100%

Fig. 29



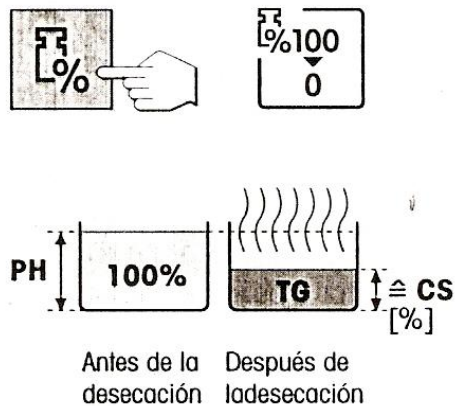
(19. Instrucciones de manejo, Analizador de humedad HR73 y HG53, METTLER TOLEDO pág. 37)

Contenido de materia seca:

Se visualiza (e imprime) el contenido de materia seca de la muestra en porcentajes de peso en húmedo (=peso inicial=100%). En la impresión de los resultados el contenido de materia seca se designa por %CS.

$CS (100 \dots 0\%) = \text{peso en seco } PC / \text{peso en húmedo } PH * 100\%$

Fig. 30



(19. Instrucciones de manejo, Analizador de humedad HR73 y HG53, METTLER TOLEDO pág. 37)

13.9. Fijación del intervalo de impresión:

Impresión en intervalos:

Estos 6 ajustes permiten imprimir los resultados intermedios a intervalos fijos preseleccionados. De este modo se puede hacer una idea del proceso de desecación tomando como base el informe impreso. Hay disponibles los intervalos de impresión siguientes:

Cada 5 segundos una impresión

Cada 10 segundos una impresión

Cada 30 segundos una impresión

Cada minuto una impresión

Cada 2 minutos una impresión

Cada 10 minutos una impresión. ¹⁹

13.10. Realización de la medición

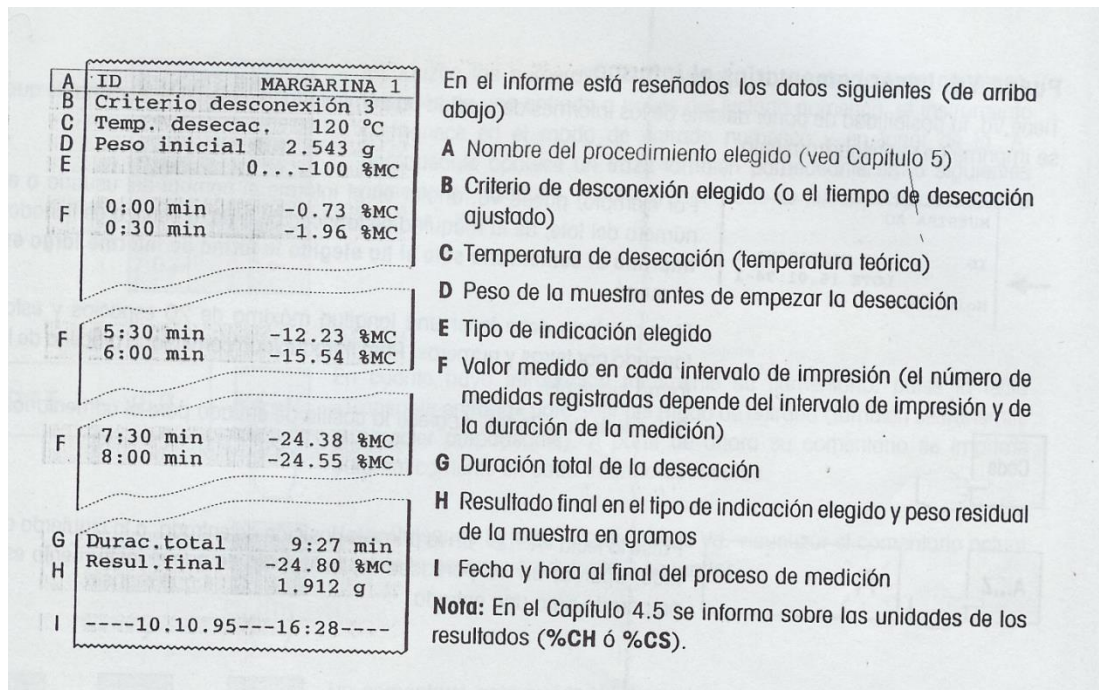
Fig. 31



(19. Instrucciones de manejo, Analizador de humedad HR73 y HG53, METTLER TOLEDO pág.44)

13.11. Detalles sobre el informe de medida

Fig. 32



(19. Instrucciones de manejo, Analizador de humedad HR73 y HG53, METTLER TOLEDO pág.45)

14. CALIBRACIÓN DE LA BALANZA HALÓGENO HR73

Para la calibración del analizador de halógeno la empresa de LEVAPAN cuenta en el laboratorio de metrología con su respectivo metrólogo, quien es la persona responsable encargada de cada una de las calibraciones periódicas que se realizan en los distintos equipos de medición.

Los analistas no pueden realizar alguna acción que tenga que ver con calibración o mantenimiento de los diferentes equipos de medición. (Ver anexo 2. Formato de calibración balanza halógeno HR73)

15. PATRONES SECUNDARIOS CERTIFICADOS

Uno de los principales inconvenientes para el desarrollo del proyecto, fue la de encontrar materiales que reúnan las características fisicoquímicas suficientes y que se puedan comparar con las materias primas a estandarizar y validar.

Con la literatura consultada, se procedió a adquirir dos compuestos químicos que poseen y reúnen algunas cualidades de las matrices a analizar.

15.1. Para el caso de la torta de soya se adquirió el patrón secundario certificado:

DISODIO TARTRATO DIHIDRATO

MARCA MERCK

LOTE 1 – 06664 0100

RANGO DE TEMPERATURA (A 150 °C: 15.61 -15.71 %)

FECHA DE VENCIMIENTO: ABRIL 30 DEL 2008

PESO NETO: 80g.

15.2. Para el caso de la sal refisal se adquirió el patrón secundario certificado:

CLORURO DE SODIO

MARCA MERCK

PUREZA: 99.95 +- 0.05 %

FECHA DE VENCIMIENTO: ABRIL 30 DEL 2010

PESO NETO: 80g.

En lo que respecta a la urea industrial, su compleja composición y la difícil tarea de encontrar una sustancia que se pueda comparar con esta, no fue posible la adquisición de un patrón certificado.

Hubiese podido utilizarse UREA ANALÍTICA, pero su presentación de un Kilogramo en envase, no la hace adecuada para este tipo de ensayos.

Se verificará solamente con la comparación por el método de referencia.

Cabe resaltar que la función principal de estos dos patrones en la validación de estas metodologías para la obtención de humedad es:

Obtener buenos resultados de repetibilidad en su composición de humedad, con los valores suministrados por sus datos fisicoquímicos.

Verificar el buen funcionamiento y la buena calibración que presenta el equipo "BALANZA HALÓGENA HR73".

Por presentar semejanzas, en los distintos rangos de humedad, adquirir los parámetros fundamentales para obtener el peso y el tiempo, en cada una de las matrices a analizar.

Tener en el proceso de estandarización y validación, como mínimo dos patrones certificados que cumplan los distintos criterios de aceptación.

Fig. 33 Disodio tartrato dihidrato y Cloruro de sodio



(Ver anexo 3. Certificados de calidad de los patrones secundarios)

16. ELECCIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS PARA EL PROCESO DE ESTANDARIZACIÓN Y VALIDACIÓN.

Por que torta de soya, urea industrial y sal refisal?

Para la estandarización y validación de la metodología propuesta, se trabajará con materias primas como torta de soya, urea industrial y sal refisal por las siguientes características:

La torta de soya se encuentra en el mayor rango de humedad de las especificaciones correspondientes de la planta de LEVAPAN que corresponde a 0 – 13%, la urea industrial se ubica en el rango medio con un valor de 0 – 6 % y la sal refisal esta en el rango inferior de 0 – 0,5%. Estos son los rangos promedio de humedad del resto de materias primas polvos y granulares que la planta adquiere para la fabricación de sus productos, que al ser estandarizados y validados servirán de gran utilidad en la armonización completa que a futuro se den al resto de materiales en la balanza halógeno HR73.

Además la torta de soya y urea industrial, son materiales de gran consumo en la planta de LEVAPAN y que a menudo son liberados por emergencia (utilizados sin su respectivo análisis fisicoquímico), esto debido a que el tiempo para la determinación de humedad en el método de referencia gasta un tiempo aproximado de 16 horas, tiempo que no es apto para materiales de gran utilización y tan dispendiosos.

16.1. Origen y características de las materias primas a analizar:

16.1.1. Torta de soya:

La soya se originó en Asia hace aproximadamente 5,000 años y ha jugado desde entonces un papel crucial en la alimentación de los pueblos orientales como el Chino y el Japonés.

Su cultivo empezó a adquirir relevancia mundial en el decenio de 1950, cuando se verificó un aumento de la demanda de aceites vegetales. Pasó a ocupar un lugar destacado en el proceso de producción agrícola de los países meridionales de Sudamérica, debido a la estabilidad del comercio internacional y a la posibilidad de ofertar el producto a los países consumidores cuando Estados Unidos se encuentra en el periodo de cultivo previo a la recolección, momento en el que la cotización del producto es alta.

El nombre botánico de la soya es *Glycine Max*, y es un cultivo anual cuya planta alcanza generalmente una altura de 80 cm. La semilla de soya se produce en vainas de 4 a 6 cm. de longitud, y cada vaina contiene de 2 a 3 granos de soya. La soya se desarrolla óptimamente en regiones cálidas y tropicales. La soya se adapta a una gran variedad de latitudes que van desde 0 a 38 grados, y los mayores rendimientos en la cosecha se obtienen a menos de 1000 metros de altura. La semilla varía en forma desde esférica hasta ligeramente ovalada, y entre los colores más comunes se encuentran el amarillo, negro y varias tonalidades de café.

La soya es considerada en la agricultura del mundo moderno como uno de los cultivos más rentables, debido a la importancia estratégica que tiene para los esquemas tecnológicos de producción de alimentos concentrados para la alimentación de aves y cerdos, dado su alto contenido proteico (alrededor de 40%). Además posee en el grano hasta 20% de aceite de excelente calidad para el consumo humano. Es también el único cultivo en la agricultura totalmente mecanizado que ofrece una alternativa viable para una producción racional y sostenida en el tiempo, basada en la rotación de cultivos, garantizando al productor un alto nivel de rentabilidad y la conservación y mejoramiento de un recurso natural renovable como lo es el suelo.

La planta es muy sensible a la luz, y la radiación solar controla la transformación del período vegetativo al de la floración y también afecta la

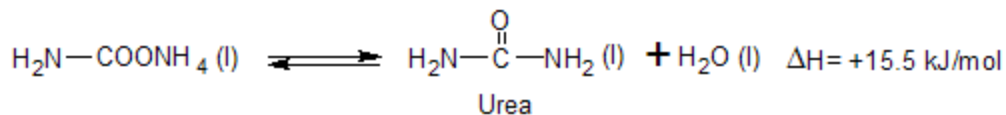
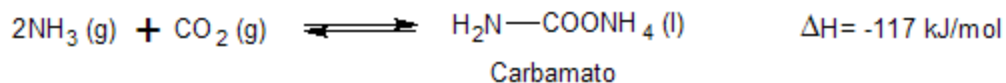
velocidad de crecimiento durante la etapa de maduración. La soya se puede cosechar en diferentes ciclos agrícolas y puede formar parte de la rotación de cultivos, ya que promueve la fijación de nitrógeno a través del desarrollo de nódulos que fertilizan la tierra. La planta se cosecha aproximadamente 120 días después de la siembra

La soya es una leguminosa anual, rica en proteína y aceite, producto del que constituye la principal fuente a escala mundial. Ocupa una superficie de cultivo de alrededor de 63 millones de hectáreas, que producen cerca de 137 millones de toneladas. ²⁰

16.1.2. Urea industrial:

La síntesis de urea a nivel industrial se realiza a partir de amoníaco (NH_3) líquido y anhídrido carbónico (CO_2) gaseoso. La reacción se verifica en dos pasos. En el primer paso, los reactivos mencionados forman un producto intermedio llamado carbamato de amonio y, en la segunda etapa, el carbamato se deshidrata para formar urea.

Surge un problema dado que las velocidades de las reacciones son diferentes. La primera etapa es mucho más rápida que la segunda, con lo cual el carbamato intermedio se acumula. Además, la primera reacción no se verifica por completo, por lo que también quedan amoníaco y dióxido libres. En adición a esto, debe mencionarse que el carbamato es un producto altamente corrosivo, por lo cual lo que se hace es degradar la parte de carbamato no convertida a urea en sus reactivos de origen, y luego volver a formarlo.



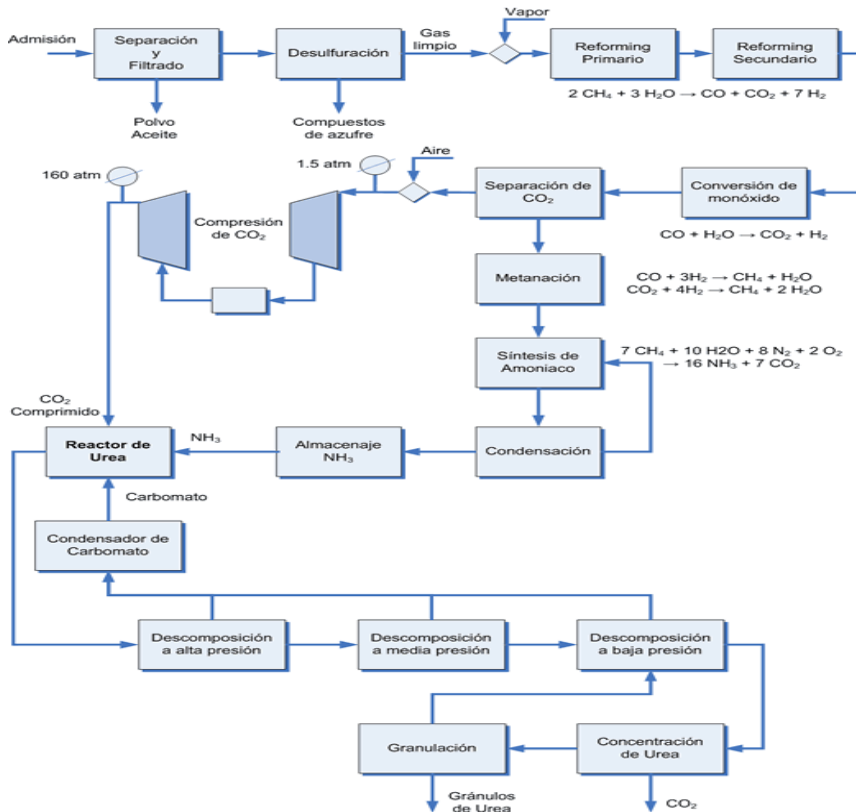
(20. Istmo Centroamericano: Fomento y Modernización del Sector Agro exportador; de la Comisión Económica para América Latina y El Caribe – CEPAL LC/MEX/L.429. 12 de mayo de 2000.)

Vemos que la primera reacción es exotérmica, y la segunda es endotérmica. Un problema del proceso es que en el segundo paso de la reacción, se forma un producto llamado biuret, que resulta de la unión de dos moléculas de urea con pérdida de una molécula de amoníaco. Este producto es indeseable por ser un tóxico. Por esta razón es necesaria su eliminación.

Según lo expuesto, el proceso completo de producción de la urea puede separarse en las siguientes etapas.

1. Obtención de CO₂
2. Obtención de amoníaco
3. Formación de carbamato
4. Degradación del carbamato y reciclado.
5. Síntesis de urea
6. Deshidratación, concentración y granulación

Fig. 34. Diagrama del proceso completo de producción de la urea



(21. Egan, H., Kirk, R., & Sawyer, R. "Análisis Químico de Alimentos de Pearson", 4ta edición, Compañía Editorial Continental, S.A. de C.V. México, 1991, p. 13-17.)

16.1.3. Sal refisal:

Cloruro de Sodio o sal común es el compuesto químico NaCl. Esto ocurre naturalmente en muchas partes del mundo cuando el mineral mezclado se evapora en lagos salinos. El agua de mar contiene un promedio de 2.6% de NaCl (por peso) o 26 millones de toneladas métricas en un kilómetro cúbico. Un suministro impresionante. Depósitos de sal bajo tierra se encuentran en depósitos sedimentarios y domales.

La forma de los cristales de cloruro de sodio es cúbica. En la tabla de la sal cuando se la puede ver con un vidrio magnificador, se puede observar que consiste de cubos pequeños pegados apretadamente.

El cristal de sal también es usualmente usado como un ejemplo de una estructura cristalina. Los diferentes tipos de sal tienen sus diferentes usos, como en la comida. Varía de color desde incolora, en estado puro, a blanca, gris o con tonos café, típico color de la roca de sal (el halite).

Químicamente, la sal es 60.663% cloruro elemental (Cl) y 39.337% sodio (Na). El peso atómico del cloruro elemental es 35.4527 y del sodio es 22.989768.

El cloruro de sodio es vendido en diferentes tamaños y formas de partículas, dependiendo de la intención de uso. Los cristales discretos pueden encontrarse en roca de sal y se los usa para descongelar. Los gránulos finos son típicos de una tabla de sal y más delgada que la sal del canguil. La sal kosher, la sal de encurtir y la sal para el helado son ligeramente gruesas. Pequeñas píldoras comprimidas son usadas en suavizantes de agua y bloques grandes de sal son usados como absorbentes de sal para stock para largo tiempo.

Cuando se lo ve con un lente de aumento, todo el cloruro de sodio es cristalino. Muchos cristales cúbicos enormes de dos, tres o más pulgadas de tamaño, pueden encontrarse en algunas minas de sal. Son transparentes y se parten en cubos perfectos cuando se las presiona con un objeto duro.²²

17. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO DE REFERENCIA PARA DETERMINAR HUMEDAD

17.1. Equipo Estufa eléctrica:

En el laboratorio de control de calidad de LEVAPAN, el proceso para la determinación del porcentaje de humedad se realiza con la utilización de una estufa eléctrica de aire circundante con referencia:

PRECISION SCIENTIFIC CO, MADE IN USA

SERIAL 601-536

RANGO 38-180 °C

VOLTAGE 230, WATTS 1400

Fig. 35. Estufa eléctrica de aire circundante



La estufa cuenta además en su parte superior, con un reloj digital que marca la temperatura constantemente y por ende sus altibajos. Esta temperatura se encuentra corregida por un termómetro de mercurio que se encuentra sujeto en esta parte y controla la temperatura del interior, estableciendo así cualquier anomalía correspondiente que debe ser verificada periódicamente por los analistas del laboratorio.

Todas las muestras que son sometidas en esta estufa y que al cabo de las 16 horas han completado su proceso de secado, son llevadas al desecador para equilibrar su temperatura y poder ser así pesadas.

Fig. 36 Desecador de muestras



Procedimiento para el porcentaje de humedad.

Método de referencia para materias primas, polvos y granulares:

Pese en un recipiente previamente tarado, 2 +/- 0.5 g de materias primas (povos granulares secos).

Introduzca en la estufa eléctrica, previamente encendida a 102 +/- 2 °C, durante 16 horas +/- 15 minutos, al cabo de ese tiempo retire de la estufa, dejar enfriar en un desecador por 10 +/- 5 minutos.

Retire del desecador, pese en la balanza analítica y anote el dato.

CÁLCULOS: $100 - ((A-B)/ C * 100) =$

Donde:

A = peso en gramos del recipiente mas la muestra.

B = peso en gramos del recipiente vacio.

C = peso de la muestra.

El anterior procedimiento con el cual el laboratorio de fisicoquímicos de la compañía de LEVAPAN, realiza la inspección para encontrar el porcentaje de humedad en muestras de polvos y granulares es un método Normalizado, y que se encuentra en AOAC. (23. AOAC. Official Methods of Analysis. Vol II. Feefteen edition. 1990.)

17.2. Comparación con el método de referencia:

Debido a la complejidad, de cada una de las matrices TORTA DE SOYA, UREA INDUSTRIAL Y SAL REFISAL, la estandarización y validación de los procedimientos para la obtención de humedad, se verificará con los patrones certificados adquiridos y además se realizará la comparación directa de los resultados que se obtengan por LA BALANZA HALÓGENO HR73 (MÉTODO PROPUESTO), con los de la estufa a 100 °C durante 16 horas (MÉTODO DE REFERENCIA).

18. SECCIÓN EXPERIMENTAL

18.1. Procedimiento plan de muestreo de materias primas, polvos y granulares:

El muestreo de cada una de las materias primas (UREA INDUSTRIAL, TORTA DE SOYA Y SAL REFISAL), se llevo a cabo en periodos determinados.

Los lotes a inspeccionar para el montaje de las metodologías, se muestrearon a medida que existe la necesidad de uso productivo en la empresa.

Para el caso de los materiales polvos secos y granulares, el procedimiento de muestreo interno se lleva a cabo por ficha de la NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 46, que posee características en cuanto a número en conformidad del lote y de ahí el equivalente en sacos o bultos para el posterior muestreo.

El procedimiento se lleva a cabo por el Analista de control de calidad encargado de materias primas, que debe determinar las unidades (n) según las tablas 2 y 3.

18.2. TABLA 2. Plan de muestreo.

<i>Numero de sacos</i>	<i>Sacos a ser muestreados</i>
Hasta 10	Todos los sacos o bultos
Hasta 100	10 sacos o bultos tomados al azar
Mayores que 100	La raíz cuadrada aproximada del numero total

18.3. TABLA 3

Esquema de muestreo para más de 100 sacos o bultos

<i>Numero de sacos por lote</i>	<i>Numero de sacos a muestrear</i>
N	N
101 – 121	11
122 – 144	12
145 – 169	13
170 – 196	14
197 – 225	15
226 – 256	16
257 – 289	17
290 – 324	18
325 – 361	19
362 – 400	20
401 – 441	21
442 – 484	22
485 – 529	23
530 – 576	24

En caso de llegar más de un lote por materia prima se hará el mismo procedimiento.

Abrir por una esquina del lado de la costura

Introducir el saca muestras diagonalmente de manera que haga el recorrido lo mas largo posible (la extracción de cada uno de los materiales polvos secos y granulares se realiza con un elemento cilíndrico puntiagudo de acero inoxidable cuyas medidas son:

Largo: 48 cm

Diámetro externo: 28 mm

Se debe verificar que el elemento de acero no se encuentre mojado o sucio, pues esto perjudica notablemente el análisis.

Fig. 37 Toma muestras



Retirar la toma muestra con la porción de la muestra.

La muestra debe ser reunida en una bolsa plástica de polietileno y agitarla para una sola muestra homogénea.

Sellar el sitio del saco perforado con cinta (esto evita que se derrame el material seco y que compuestos de tipo higroscópicos adquieran humedad del medio ambiente).

Identificar la bolsa con el nombre del producto, fecha de muestreo y número consecutivo de la solicitud de análisis.

Llevar la muestra al laboratorio de Control de Calidad, realizar los análisis estipulados con los métodos referenciados para dicha muestra con las especificaciones de producto correspondiente.

El remanente de la muestra debe ser guardado como testigo en el sitio para tal efecto en el laboratorio de Control de Calidad. ²⁴

Numero de lotes a verificar:

Para cada materia prima o matriz (torta de soya, urea industrial y sal refisal) se determinó que el muestreo se llevaría a cabo a cuatro lotes diferentes en distintos tiempos de producción.

Una vez se obtuvo completamente la matriz, de cada uno de los componentes a analizar, se almacenaron en bolsas de polietileno plásticas, en un lugar limpio y seco, protegido de la humedad, calor y contaminación, que me puedan debilitar el componente como tal.

19. PROTOCOLO DE ESTANDARIZACIÓN Y VALIDACIÓN, PARA LA IMPLEMENTACIÓN DEL MÉTODO PROPUESTO (BALANZA HALÓGENO) EN LA DETERMINACIÓN DEL % HUMEDAD PARA LAS MATERIAS PRIMAS: TORTA DE SOYA, UREA INDUSTRIAL Y SAL REFISAL.

En el criterio de la estandarización y validación, se tendrá en cuenta parámetros fundamentales como:

- Criterio de Chauvenet,
- Comparación de dos medias,
- La prueba F para la comparación de desviaciones estándar,
- Exactitud,
- Análisis de varianza ANOVA SIMPLE,
- Precisión (repetibilidad y precisión intermedia),
- Límites de confianza del método.

Los resultados obtenidos por balanza halógeno se comparan directamente con los resultados obtenidos por el método de referencia (Método Normalizado).

Los análisis se realizarán por sextuplicado a cuatro lotes independientes, que serán muestreados en distintas fechas de producción acorde a la necesidad de utilización de los mismos.

La balanza de halógeno será calibrada correspondientemente antes de la estandarización y validación de las diferentes metodologías propuestas para las materias primas.

Se verificara el buen funcionamiento de la balanza halógeno con el patrón secundario Disodio Tartrato Dihidrato de Potasio.

Una vez muestreados los diferentes lotes de materiales a analizar se guardaran en un lugar fresco y seco, libre de humedad, para evitar así cualquier falso resultado.

20. PLANTEAMIENTO DE CADA UNA DE LAS METODOLOGÍAS, PARA LAS MATERIAS PRIMAS: UREA INDUSTRIAL, TORTA DE SOYA Y SAL REFISAL.

Para la recolección de cada uno de los materiales polvos secos y granulares, se contara con los parámetros establecidos y/o adoptados por la compañía nacional de levaduras “LEVAPAN”. NTC 46.

ESTANDARIZACIÓN DE LAS METODOLOGÍAS:

Montaje de los métodos propuestos: para cada uno de los ensayos, se abreviará la desviación estándar con la sigla STD y el % desviación estándar relativa con % RSD ó % coeficiente de variación con %CV.

20.1. PARA TORTA DE SOYA:

Para los distintos análisis hechos a esta materia prima, se procedió a verificar en primera instancia, la buena funcionalidad del equipo balanza halógeno HR73, con el patrón certificado:

DISODIO TARTRATO DIHIDRATO

MARCA MERCK

LOTE 1 – 06664 0100

RANGO DE TEMPERATURA (A 150 °C: 15.61 -15.71 %)

FECHA DE VENCIMIENTO: ABRIL 30 DEL 2008

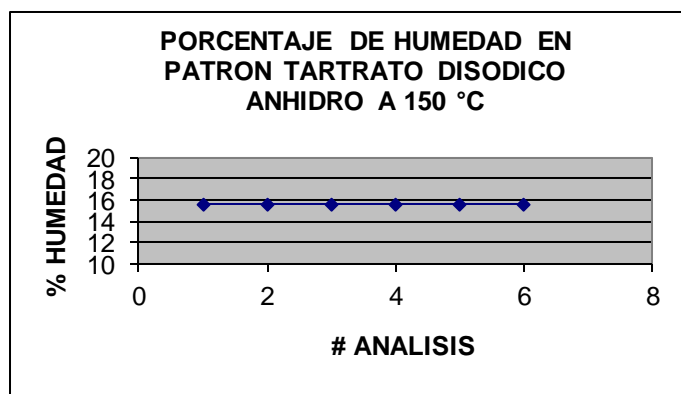
PESO NETO: 80g.

Obteniendo así un criterio de aceptación en cuanto a función mecánica, peso de matriz y tiempo de desecación.

Se tomó la muestra del patrón, se realizó el ensayo en el halógeno por sextuplicado con cuatro gramos iniciales de muestra y se dejó en el programa de desecación estándar con el criterio de desconexión 3 (parada automática, cuando existe homogeneidad de pérdida en el peso de la muestra).

20.1.1. Tabla 4. DISODIO TARTRATO DIHIDRATO. LOTE PATRÓN
1.06664.0100. BALANZA HALÓGENO HR73 A 150 °C.

Análisis	Tiempo	peso inicial	% humedad	peso final
1	5,10	4,019	15,63	3,391
2	5,50	4,073	15,66	3,435
3	5,40	4,056	15,66	3,421
4	6,26	4,003	15,71	3,374
5	4,25	3,965	15,61	3,346
6	4,11	4,154	15,65	3,504
PROMEDIO		4,0450	15,6533	3,4118
STD		0,0658	0,0339	0,0553
% RSD (CV)		1,626	0,216	1,622
Dato mayor			15,66	
Dato menor			15,63	
Rango			0,03	



Como se puede observar, cada uno de los ensayos se ubica dentro del rango que establece el patrón de humedad (15,61 – 15,71 a 150 °C), con un valor

promedio en % humedad de 15,6533, con una desviación estándar de 0,0339 y un coeficiente de variación de 0,216.

Existe buena linealidad entre los resultados, lo que nos indica la buena especificidad del equipo y la calibración correspondiente que posee, para los diferentes ensayos a realizar, con la matriz torta de soya.

Ahora se llevará el mismo tipo de análisis, pero a las condiciones de la torta de soya que involucra un cambio en la temperatura de 150 °C a 100 °C, para observar el comportamiento del patrón y si sus resultados son aceptables (promedio, desviación estándar, coeficiente de variación, rango).

20.1.2. Tabla 5. DISODIO TARTRATO DIHIDRATO. LOTE PATRÓN 1.06664.0100. BALANZA HALÓGENO HR73 A 100 °C.

Análisis	Tiempo	peso inicial	% humedad	peso final
1	17,2	4,018	15,48	3,396
2	14,4	4,027	15,52	3,402
3	15,3	4,031	15,46	3,408
4	13,5	4,011	15,58	3,386
5	15,4	4,046	15,57	3,416
6	17,3	4,025	15,48	3,402
PROMEDIO		4,0263	15,5150	3,4017
STD		0,0120	0,0505	0,0102
% RSD (CV)		0,297	0,325	0,301
Dato mayor			15,58	
Dato menor			15,46	
Rango			0,12	

El promedio observado en % de humedad a 100 °C, es de 15,5150, con una desviación estándar de 0,0505 y un coeficiente de variación de 0,325.

Aunque los datos difieren significativamente entre el patrón a estas temperaturas, siendo obviamente los mejores resultados a 150 °C, el hecho se debe a que en 100 °C, la temperatura no es óptima para su desecación completa, tan solo se quería observar su comportamiento para empezar con los ensayos preliminares de desecación en la matriz torta de soya.

Una vez se obtuvo la confiabilidad suficiente sobre el equipo balanza halógeno HR73, se procedió a realizar los primeros ensayos de desecación.

Pero como el patrón estándar Disodio tartrato dihidrato no cuenta verdaderamente con las características de la torta de soya, los resultados que se obtuvieran por el método propuesto (balanza halógeno HR73) se compararan además con los del método de referencia (estufa a 100 °C durante 16 horas), comenzando así los primeros ensayos a cuatro lotes distintos que se muestrearon en tiempos diferentes, correspondientes a los consecutivos: 6210, 6476, 6519 y 6621.

Los primeros resultados que se mostrarán a continuación corresponden a cada uno de los lotes de torta de soya, analizados por el método de referencia (estufa a 100 °C durante 16 horas), para obtener los parámetros fundamentales en cuanto a % de humedad estándar, teniendo así un rango apropiado, para detener nuestra desecación en el halógeno en cada una de las matrices.

Los análisis se realizaron por sextuplicado, con el más cuidado posible, ya que implicaran los promedios suficientes de humedad para estandarizar el método en la balanza de halógeno HR73.

20.1.3. Tabla 6.Torta de soya. Resultados por estufa de 100 ° C a 16 horas.
Método de referencia. LOTE 6210.

Utilizando 2 g mas o menos 0.2 g				
Análisis	Wi (vaso vacio)	W muestra	%humedad	Wf (vaso + muestra)
1	4,5360	2,0813	10,0802	6,4075
2	4,6048	2,0463	9,9546	6,4474
3	4,6835	2,0148	9,9811	6,4972
4	4,6234	2,0306	10,1497	6,4479
5	4,6183	2,0024	10,0929	6,4186
6	4,5125	2,0156	9,9573	6,3274
PROMEDIO		2,0318	10,0360	6,4243
STD		0,0286	0,0824	0,0568
% RSD(CV)		1,4055	0,8211	0,8835
Dato mayor			10,1497	
Dato menor			9,9546	
Rango			0,1952	

20.1.4. Tabla 7. Torta de soya. Resultados por estufa de 100 ° C a 16 horas.
Método de referencia. LOTE 6476.

Utilizando 2 g mas o menos 0.2 g				
Análisis	W i(vaso vacio)	W muestra	%humedad	Wf (vaso+ muestra)
1	4,5845	2,0540	11,1246	6,4100
2	4,6805	2,0112	11,1575	6,4673
3	4,4953	2,0247	11,2165	6,2929
4	4,2748	2,0365	11,0042	6,0872
5	4,6240	2,0253	11,2329	6,4218
6	4,5232	2,0070	11,2506	6,3044
PROMEDIO		2,0265	11,1644	6,3306
STD		0,0172	0,0918	0,1376
% RSD(CV)		0,8476	0,8223	2,1735
Dato mayor			11,2506	
Dato menor			11,0042	
Rango			0,2464	

20.1.5. Tabla 8. Torta de soya. Resultados por estufa de 100 ° C a 16 horas.
Método de referencia. LOTE 6519.

Utilizando 2 g mas o menos 0.2 g				
Análisis	Wi (vaso vacio)	W muestra	% humedad	Wf (vaso+ muestra)
1	4,6541	2,0262	10,9466	6,4585
2	4,6156	2,0154	10,9209	6,4109
3	4,7166	2,0553	10,2175	6,5619
4	4,7587	2,0089	10,9065	6,5485
5	4,6093	2,0151	11,0516	6,4017
6	4,4988	2,0101	11,0194	6,2874
PROMEDIO		2,0218	10,8437	6,4448
STD		0,0175	0,3120	0,1024
% RSD(CV)		0,8654	2,8772	1,5890
Dato mayor			11,0516	
Dato menor			10,2175	
Rango			0,8341	

20.1.6. Tabla 9. Torta de soya. Resultados por estufa de 100 ° C a 16 horas.
Método de referencia. LOTE 6621.

Utilizando 2 g mas o menos 0.2 g				
Análisis	Wi (vaso vacio)	W muestra	%humedad	Wf(vaso+ muestra)
1	4,6175	2,0476	9,4306	6,4720
2	4,4953	2,0541	9,4153	6,3560
3	4,6051	2,0108	9,3943	6,4270
4	4,6129	2,0410	9,4512	6,4610
5	4,5314	2,0187	9,4417	6,3595
6	4,5080	2,0605	9,4152	6,3745
PROMEDIO		2,0388	9,4247	6,4083
STD		0,0199	0,0207	0,0519
% RSD(CV)		0,9749	0,2192	0,8092
Dato mayor			9,4512	
Dato menor			9,3943	
Rango			0,0570	

20.1.7. TABLA 10. SIMPLIFICACIÓN DE LOS RESULTADOS DE CADA UNO DE LOS LOTES DE TORTA DE SOYA, ANALIZADOS POR EL MÉTODO DE REFERENCIA A 100 °C.

PARÁMETROS	LOTE 6210	LOTE 6476	LOTE 6519	LOTE 6621
% HUMEDAD	10,0360	11,1644	10,8437	9,4247
STD	0,0824	0,0918	0,3120	0,0207
% RSD(CV)	0,8211	0,8223	2,8772	0,2192
DATO MAYOR	10,1497	11,2506	11,0516	9,4512
DATO MENOR	9,9546	11,0042	10,2175	9,3943
RANGO	0,1952	0,2464	0,8341	0,0570

Como se tuvo buenos resultados con el patrón Disodio tartrato dihidrato, utilizando 4 gramos de matriz inicialmente en el programa de desecación estándar, criterio de desconexión 3 (parada automática, cuando existe homogeneidad de pérdida en el peso de la muestra), se optó por comenzar con los mismos alineamientos, a una temperatura de 100 °C, para observar así la pérdida de peso que tiene la soya respecto al tiempo.

Los ensayos se realizaron por sextuplicado a cuatro lotes determinados con las condiciones anteriormente mencionadas.

20.1.8. Tabla 11. Torta de soya. Balanza halógeno HR73 a 100 °C.

Método propuesto. LOTE 6210

Análisis	tiempo	peso inicial	% humedad	peso final
1	15,19	4,025	8,84	3,669
2	16,19	4,157	8,73	3,794
3	15,57	4,123	8,85	3,758
4	16,20	3,954	8,83	3,605
5	15,26	3,936	8,46	3,603
6	14,25	3,949	8,41	3,617
PROMEDIO		4,0240	8,6867	3,6743
STD		0,0957	0,2003	0,0831
% RSD (CV)		2,3770	2,3050	2,2620
Dato mayor			8,85	
Dato menor			8,41	
Rango			0,44	

20.1.9. Tabla 12. Torta de soya. Balanza halógeno HR73 a 100 °C.

Método propuesto. LOTE 6476

Análisis	tiempo	peso inicial	% humedad	peso final
1	14,45	4,057	9,81	3,695
2	15,59	4,041	9,65	3,651
3	15,32	4,085	9,60	3,693
4	14,14	4,084	9,55	3,694
5	14,44	4,029	9,58	3,643
6	15,11	4,008	9,56	3,625
PROMEDIO		4,0507	9,6250	3,6668
STD		0,0307	0,0973	0,0309
% RSD (CV)		0,7581	1,0112	0,8442
Dato mayor			9,81	
Dato menor			9,55	
Rango			0,26	

20.1.10. Tabla 13. Torta de soya. Balanza halógeno HR73 a 100 °C.
Método propuesto. LOTE 6519

Análisis	tiempo	peso inicial	% humedad	peso final
1	18,50	3,948	9,60	3,569
2	16,50	3,942	9,28	3,576
3	18,27	4,092	9,31	3,711
4	16,46	4,175	9,39	3,783
5	15,17	4,144	9,03	3,770
6	16,21	4,012	9,35	3,637
PROMEDIO		4,0522	9,3267	3,6743
STD		0,0997	0,1842	0,0943
% RSD (CV)		2,4610	1,9754	2,5663
Dato mayor			9,60	
Dato menor			9,03	
Rango			0,57	

20.1.11. Tabla 14. Torta de soya. Balanza halógeno HR73 a 100 °C.

Método propuesto. LOTE 6621

Análisis	tiempo	peso inicial	% humedad	peso final
1	15,19	4,012	8,89	3,669
2	16,03	4,002	8,73	3,794
3	15,57	3,986	8,85	3,758
4	16,20	3,937	8,83	3,605
5	15,26	4,005	8,46	3,603
6	14,25	3,961	8,41	3,617
PROMEDIO		4,0240	8,6867	3,6743
STD		0,0957	0,2003	0,0831
% RSD (CV)		2,3772	2,3050	2,2621
Dato mayor			8,85	
Dato menor			8,41	
Rango			0,44	

20.1.12. TABLA 15. SIMPLIFICACIÓN DE LOS RESULTADOS DE CADA UNO DE LOS LOTES DE TORTA DE SOYA, ANALIZADOS POR EL MÉTODO PROPUESTO A 100 °C.

PARÁMETROS	LOTE 6210	LOTE 6476	LOTE 6519	LOTE 6621
% HUMEDAD	8,6867	9,6250	9,3267	8,6867
STD	0,2003	0,0973	0,1842	0,2003
% RSD(CV)	2,3050	1,0112	1,9754	2,3050
DATO MAYOR	8,85	9,81	9,60	8,85
DATO MENOR	8,41	9,55	9,03	8,41
RANGO	0,44	0,26	0,57	0,44

20.1.13. TABLA 16 COMPARACIÓN DE RESULTADOS POR CADA UNO DE LOS MÉTODOS, PARA LOS DISTINTOS LOTES DE TORTA DE SOYA.

Lotes	MUESTRA 1-LOTE 6210		MUESTRA 2-LOTE 6476		MUESTRA 3-LOTE 6519		MUESTRA 4-LOTE 6621	
Parámetros	MET REF	MET `PROP	MET REF	MET `PROP	MET REF	MET `PROP	MET REF	MET `PROP
PROMEDIO	10,0360	8,6867	11,1644	9,6250	10,8437	9,3267	9,4247	8,6867
STD	0,0824	0,2003	0,0918	0,0973	0,3120	0,1842	0,0207	0,2003
RSD (CV)	0,8211	2,3050	0,8223	1,0112	2,8772	1,9754	0,2192	2,3050
DATO MAYOR	10,1497	8,85	11,2506	9,81	11,0516	9,60	9,4512	8,85
DATO MENOR	9,9546	8,41	11,0042	9,55	10,2175	9,03	9,3943	8,41
RANGO	0,1952	0,44	0,2464	0,26	0,8341	0,57	0,0569	0,44

Como se puede apreciar, los promedios de las humedades en cada uno de los lotes difieren significativamente, las desviaciones estándar (STD) y las desviaciones estándar relativa (CV) son menores en el método de referencia que en el método propuesto, lo que indica que los diferentes parámetros fisicoquímicos en el procedimiento del método propuesto deben mejorarse y por ende se seguirá corrigiendo cada una de las variables peso y tiempo, para obtener mejores resultados.

Ahora someteremos cada uno de los lotes a una mejora en el proceso de desecación en la balanza de tipo halógeno, aumentaremos la temperatura a 105 °C y fijaremos un tiempo de 25 minutos en el proceso termo gravimétrico, ya que la torta de soya es un compuesto no homogéneo y su composición presenta gran diferencia en partícula.

20.1.14. Tabla 17. Torta de soya. Balanza halógeno HR73 a 105 °C.
Método propuesto. LOTE 6210

Análisis	tiempo	peso inicial	% humedad	peso final
1	25	3,936	9,93	3,545
2	25	3,933	10,07	3,537
3	25	3,921	10,10	3,525
4	25	4,022	10,02	3,619
5	25	3,976	10,04	3,577
6	25	4,103	9,99	3,704
PROMEDIO		3,9818	10,0250	3,5845
STD		0,0700	0,0602	0,0677
% RSD (CV)		1,7585	0,6010	1,8873
Dato mayor			10,10	
Dato menor			9,93	
Rango			0,17	

20.1.15. TABLA 18. Torta de soya. Balanza halógeno HR73 a 105 °C.

Método propuesto. LOTE 6476

Análisis	tiempo	peso inicial	% humedad	peso final
1	25	4,019	11,20	3,569
2	25	4,161	11,13	3,698
3	25	4,022	11,19	3,572
4	25	3,961	11,01	3,525
5	25	4,001	11,12	3,556
6	25	4,251	11,01	3,783
PROMEDIO		4,0692	11,1100	3,6172
STD		0,1119	0,0837	0,1006
% RSD (CV)		2,7494	0,7531	2,7820
Dato mayor			11,20	
Dato menor			11,01	
Rango			0,19	

20.1.16. TABLA 19. Torta de soya. Balanza halógeno HR73 a 105 °C.
 Método propuesto. LOTE 6519

Análisis	tiempo	peso inicial	% humedad	peso final
1	25	3,932	10,76	3,509
2	25	3,933	10,73	3,511
3	25	4,136	10,81	3,689
4	25	4,056	10,82	3,617
5	25	4,099	10,86	3,654
6	25	4,191	10,88	3,735
PROMEDIO		4,0578	10,8100	3,6192
STD		0,1067	0,0573	0,0931
% RSD (CV)		2,6303	0,5298	2,5727
Dato mayor			10,88	
Dato menor			10,73	
Rango			0,15	

20.1.17. TABLA 20. Torta de soya. Balanza halógeno HR73 a 105 °C.

Método propuesto. LOTE 6621

Análisis	tiempo	peso inicial	% humedad	peso final
1	25	3,944	9,36	3,575
2	25	4,126	9,33	3,745
3	25	3,905	9,40	3,534
4	25	4,073	9,31	3,706
5	25	3,940	9,42	3,561
6	25	4,161	9,44	3,768
PROMEDIO		4,0248	9,3767	3,6482
STD		0,1088	0,0516	0,1030
% RSD (CV)		2,7032	0,5507	2,8239
Dato mayor			9,44	
Dato menor			9,31	
Rango			0,13	

20.1.18. TABLA 21. SIMPLIFICACIÓN DE LOS RESULTADOS DE CADA UNO DE LOS LOTES DE TORTA DE SOYA, ANALIZADOS POR EL MÉTODO PROPUESTO. MEJORA EN LA TEMPERATURA (105 °C) Y EN EL TIEMPO (25 minutos).

PARÁMETROS	LOTE 6210	LOTE 6476	LOTE 6519	LOTE 6621
% HUMEDAD	10,0250	11,1100	10,8100	9,3767
STD	0,0602	0,0837	0,0573	0,0516
% RSD(CV)	0,6010	0,7531	0,5298	0,5507
DATO MAYOR	10,10	11,20	10,88	9,44
DATO MENOR	9,93	11,01	10,73	9,31
RANGO	0,17	0,19	0,15	0,13

20.1.19. TABLA 22. COMPARACIÓN DE RESULTADOS POR CADA UNO DE LOS MÉTODOS, PARA LOS DISTINTOS LOTES DE TORTA DE SOYA.

Lotes	MUESTRA 1-LOTE 6210		MUESTRA 2-LOTE 6476		MUESTRA 3-LOTE 6519		MUESTRA 4-LOTE 6621	
Parámetros	MET REF	MET PROP	MET REF	MET PROP	MET REF	MET PROP	MET REF	MET PROP
PROMEDIO	10,0360	10,0250	11,1644	11,1100	10,8437	10,8100	9,4247	9,3767
STD	0,0824	0,0602	0,0918	0,0837	0,3120	0,0573	0,0207	0,0516
RSD (CV)	0,8211	0,6010	0,8223	0,7531	2,8772	0,5298	0,2192	0,5507
DATO MAYOR	10,1497	10,10	11,2506	11,20	11,0516	10,88	9,4512	9,44
DATO MENOR	9,9546	9,93	11,0042	11,01	10,2175	10,73	9,3943	9,31
RANGO	0,1952	0,17	0,2464	0,19	0,8341	0,15	0,0569	0,13

Observando cada uno de los resultados de los lotes de torta de soya, por comparación con los resultados del método de referencia, se puede apreciar la gran mejora en cada uno de los promedios en porcentaje de humedad, desviación estándar (STD) y % coeficiente de variación (CV), que presento con los ajustes de los alineamientos fisicoquímicos peso y tiempo.

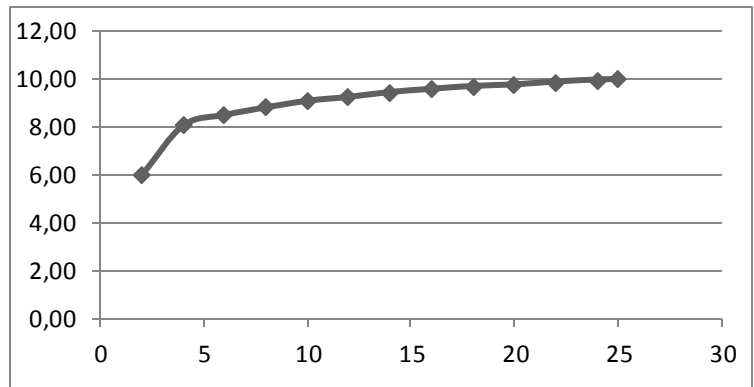
Verificaremos la completa desecación al tiempo establecido de 25 minutos, realizando unas asíntotas, por cada lote de torta soya en el método propuesto. Para ello programaremos la balanza de halógeno HR73 que imprima cada 2 minutos la pérdida de agua, hasta observar un alineamiento aceptable.

TORTA DE SOYA

Lote 6210.

TIEMPO MINUTOS	AGUA DESPRENDIDA(%)
2	6,00
4	8,03
6	8,46
8	8,77
10	9,04
12	9,20
14	9,40
16	9,53
18	9,65
20	9,71
22	9,83
24	9,91
25	9,93

TIEMPO VS AGUA DESPRENDIDA.

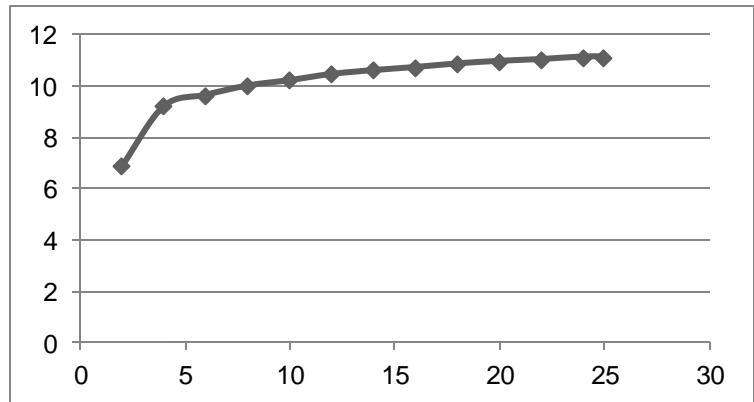


TORTA DE SOYA

Lote 6476

TIEMPO MINUTOS	AGUA DESPRENDIDA(%)
2	6,87
4	9,20
6	9,64
8	10,00
10	10,21
12	10,45
14	10,60
16	10,72
18	10,86
20	10,96
22	11,03
24	11,13
25	11,13

TIEMPO VS AGUA DESPRENDIDA.

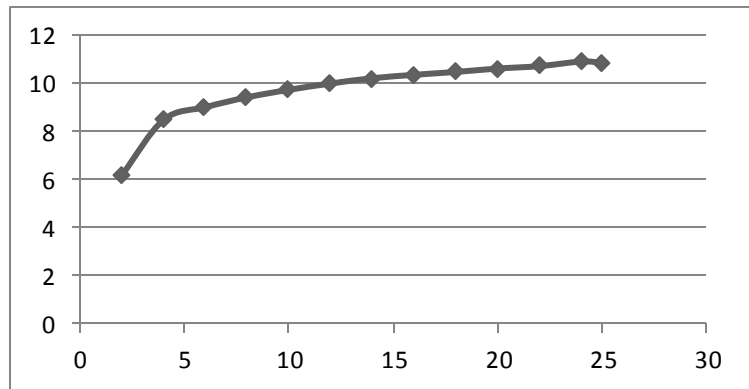


TORTA DE SOYA

Lote 6519

TIEMPO MINUTOS	AGUA DESPRENDIDA(%)
2	6,23
4	8,52
6	9,04
8	9,45
10	9,76
12	10,02
14	10,24
16	10,38
18	10,50
20	10,64
22	10,74
24	10,93
25	10,95

TIEMPO VS AGUA DESPRENDIDA.

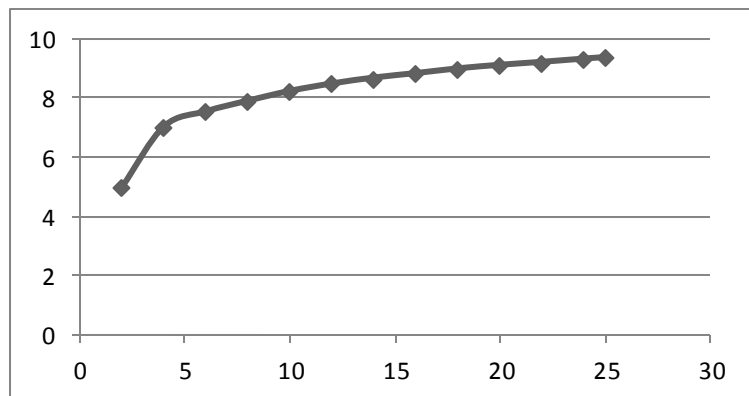


TORTA DE SOYA

Lote 6621

TIEMPO MINUTOS	AGUA DESPRENDIDA(%)
2	4,97
4	7,02
6	7,53
8	7,89
10	8,22
12	8,47
14	8,67
16	8,82
18	8,98
20	9,10
22	9,20
24	9,31
25	9,36

TIEMPO VS AGUA DESPRENDIDA.



Observando cada una de las graficas de asintota, para los distintos lotes de la torta de soya, podemos afirmar que la desecación comienza su linealidad a partir de los 18 minutos aproximadamente, esto teniendo en cuenta que aunque sus rangos varían dependiendo del grado de matriz (no muy

homogénea) se comienza a establecer el rango apropiado que nos fue suministrado por las repeticiones con el método de referencia.

No se sugiere aumentar más la temperatura ni mucho menos el tiempo de desecación, ya que la torta de soya presenta además de agua en su composición, compuestos volátiles como grasas y aceites, que nos pueden dar falsos criterios de humedad, al evaporarse también. Además ensayos repetitivos que se realizaron a 30 minutos con la misma temperatura, mostraron una matriz algo quemada o tostada que en apariencia no deja muy buenos comentarios, por sus elementos de composición.

Fig. 38 Torta de soya después del secado en el halógeno



20.2. *Materia prima*, UREA INDUSTRIAL

Para la urea industrial, el montaje comenzó una vez se obtuvo los cuatro lotes distintos a analizar, realizando los ensayos con el método de referencia (estufa de 100 °C a 16 horas).

20.2.1. Tabla 23. Urea industrial. Resultados por estufa de 100 °C a 16 horas. Método de referencia. LOTE 6404

Utilizando 2 g mas o menos 0.2 g				
Análisis	Wi (vaso vacio)	W muestra	% humedad	Wf (vaso + muestra)
1	4,7113	2,0200	1,4208	6,7026
2	4,4601	2,0921	0,8986	6,5334
3	4,5992	2,0204	0,9008	6,6014
4	4,5765	2,0149	1,1713	6,5678
5	4,7525	2,0544	0,9881	6,7866
6	4,5630	2,0503	1,3998	6,5846
PROMEDIO		2,0420	1,1299	6,6294
STD		0,0297	0,2389	0,0958
% RSD(CV)		1,4556	21,1390	1,4448
Dato mayor			1,4208	
Dato menor			0,8986	
Rango			0,5222	

20.2.2. Tabla 24. Urea industrial. Resultados por estufa de 100 °C a 16 horas. Método de referencia. LOTE 6596

Análisis	Wi(vaso vacio)	W muestra	%humedad	Wf (vaso + muestra)
1	4,5624	2,0710	1,2941	6,6066
2	4,4611	2,0353	1,0711	6,4746
3	4,5763	2,0632	1,2359	6,6140
4	4,7515	2,0038	1,2327	6,7306
5	4,5996	2,0799	1,2645	6,6532
6	4,7108	2,0197	0,7823	6,7147
PROMEDIO		2,0455	1,1468	6,6323
STD		0,0305	0,1947	0,0925
% RSD(CV)		1,4918	16,9742	1,3943
Dato mayor			1,2941	
Dato menor			0,7823	
Rango			0,5118	

20.2.3. Tabla 25. Urea industrial. Resultados por estufa de 100 °C a 16 horas. Método de referencia. LOTE 6610

Utilizando 2 g mas o menos 0.2 g				
Análisis	Wi(vaso vacio)	W muestra	% humedad	Wf(vaso + muestra)
1	4,4205	2,0653	1,0652	6,4638
2	4,7553	2,0288	0,8872	6,7661
3	4,6057	2,0355	1,1152	6,6185
4	4,6498	2,0669	1,0596	6,6948
5	4,4626	2,0157	1,1559	6,4550
6	4,5659	2,0260	0,9625	6,5724
PROMEDIO		2,0397	1,0409	6,5951
STD		0,0214	0,0995	0,1242
% RSD(CV)		1,0504	9,5544	1,8830
Dato mayor			1,1559	
Dato menor			0,8872	
Rango			0,2687	

20.2.4. Tabla 26. Urea industrial. Resultados por estufa de 100 °C a 16 horas. Método de referencia. LOTE 6642

Utilizando 2 g mas o menos 0.2 g				
Análisis	Wi(vaso vacio)	W muestra	%humedad	Wf(vaso + muestra)
1	4,5981	2,0431	0,8468	6,6239
2	4,6769	2,0163	1,0316	6,6724
3	4,6476	2,0639	1,3712	6,6832
4	4,4110	2,0903	1,3491	6,4731
5	4,5897	2,0669	0,8467	6,6391
6	4,5755	2,0209	1,1084	6,5740
PROMEDIO		2,0502	1,0923	6,6110
STD		0,0287	0,2316	0,0779
% RSD(CV)		1,4023	21,2070	1,1780
Dato mayor			1,3712	
Dato menor			0,8467	
Rango			0,5245	

20.2.5. TABLA 27. SIMPLIFICACIÓN DE LOS RESULTADOS DE CADA UNO DE LOS LOTES DE UREA INDUSTRIAL, ANALIZADOS POR EL MÉTODO DE REFERENCIA A 100 °C.

PARÁMETROS	LOTE 6404	LOTE 6596	LOTE 6610	LOTE 6642
% HUMEDAD	1,1299	1,1468	1,0409	1,0923
STD	0,2389	0,1947	0,0995	0,2316
% RSD(CV)	21,1390	16,9742	9,5544	21,2070
DATO MAYOR	1,4208	1,2941	1,1559	1,3712
DATO MENOR	0,8986	0,7823	0,8872	0,8467
RANGO	0,5222	0,5118	0,2687	0,5245

Teniendo los distintos alineamientos fisicoquímicos, respecto al promedio en porcentaje de humedad de cada uno de los lotes de urea industrial con el método de referencia, se verificará ahora estos resultados en la balanza halógeno HR73, para adoptar así el procedimiento en este equipo y tener la suficiente confiabilidad.

Los ensayos se realizaran a cada uno de los lotes, en el método estándar del halógeno, con una temperatura inicial de 105 °C, peso inicial de 5 g y temporizador de 30 minutos.

Tan solo se hará un ensayo de repetibilidad por lote, para observar solamente el comportamiento de los distintos parámetros fisicoquímicos (temperatura, peso y tiempo) y fijar así posteriormente la repetibilidad por sextuplicado con los parámetros ya mejorados.

Se imprimirá los resultados cada dos minutos, de agua desprendida en la matriz urea industrial, para verificar así, el comportamiento en contra del tiempo.

UREA INDUSTRIAL

LOTE 6404

Wi: 4.958

TIEMPO MINUTOS	AGUA DESPRENDIDA(%)
2	0,16
4	0,24
6	0,30
8	0,34
10	0,42
12	0,46
14	0,54
16	0,61
18	0,63
20	0,71
22	0,73
24	0,79
26	0,85
28	0,87
30	0,93

Wf: 4.912
OBSERVACIÓN:
MUESTRA NO
FUNDIDA

LOTE 6596

Wi: 4.909

TIEMPO MINUTOS	AGUA DESPRENDIDA(%)
2	0,14
4	0,22
6	0,33
8	0,39
10	0,45
12	0,51
14	0,57
16	0,61
18	0,67
20	0,71
22	0,75
24	0,79
26	0,84
28	0,9
30	0,92

Wf: 4.862
OBSERVACIÓN: MUESTRA NO
FUNDIDA

LOTE 6610

Wi: 5.148

TIEMPO MINUTOS	AGUA DESPRENDIDA(%)
2	0,12
4	0,17
6	0,29
8	0,35
10	0,41
12	0,49
14	0,54
16	0,58
18	0,62
20	0,68
22	0,72
24	0,76
26	0,82
28	0,84
30	0,87

Wf: 5.103
OBSERVACIÓN:
MUESTRA NO FUNDIDA

LOTE 6642

Wi: 4.934

TIEMPO MINUTOS	AGUA DESPRENDIDA(%)
2	0,14
4	0,22
6	0,3
8	0,36
10	0,45
12	0,47
14	0,53
16	0,57
18	0,63
20	0,69
22	0,69
24	0,75
26	0,77
28	0,79
30	0,87

Wf: 4.887
OBSERVACIÓN:
MUESTRA NO FUNDIDA

Observando los resultados a 30 minutos, podemos concluir que el tiempo no es suficiente en la cantidad de matriz urea industrial, utilizada para iniciar este proceso de desecación, tenemos que acondicionar prolongando el tiempo o mejorando al aumentar la temperatura.

Optaremos por prolongar el tiempo de 30 a 35 minutos, con el mismo programa de desecación estándar y con 5 g iniciales de matriz.

Ensayos realizados con el aumento de la temperatura (110 °C) mostraron algunas partículas fundidas sobre el plato de la balanza halógeno HR73.

Los ensayos se realizaron por sextuplicado a cada lote de urea.

20.2.6. Tabla 28. Urea industrial. Balanza halógeno HR73 a 105 °C.

Método propuesto. LOTE 6404

Análisis	tiempo	peso inicial	%humedad	peso final
1	35	5,008	1,12	4,952
2	35	4,945	0,99	4,896
3	35	4,934	1,16	4,877
4	35	5,122	1,02	5,070
5	35	5,157	1,07	5,102
6	35	4,958	1,07	4,905
PROMEDIO		5,0207	1,0717	4,9670
STD		0,0961	0,0624	0,0960
% RSD (CV)		1,9142	5,8249	1,9320
Dato mayor			1,1600	
Dato menor			0,9900	
Rango			0,1700	

20.2.7. Tabla 29. Urea industrial. Balanza halógeno HR73 a 105 °C.
Método propuesto. LOTE 6596

Análisis	tiempo	peso inicial	%humedad	peso final
1	35	4,909	1,00	4,860
2	35	5,165	1,08	5,109
3	35	5,137	1,05	5,083
4	35	4,967	1,13	4,911
5	35	5,135	1,13	5,077
6	35	4,927	1,16	4,870
PROMEDIO		5,0400	1,0917	4,9850
STD		0,1177	0,0598	0,1164
% RSD (CV)		2,3362	5,4783	2,3354
Dato mayor			1,1600	
Dato menor			1,0000	
Rango			0,1600	

20.2.8. Tabla 30. Urea industrial. Balanza halógeno HR73 a 105 °C.

Método propuesto. LOTE 6610

Análisis	tiempo	peso inicial	%humedad	peso final
1	35	4,964	1,13	4,908
2	35	5,220	1,07	5,164
3	35	4,927	1,00	4,879
4	35	4,970	1,11	4,915
5	35	5,022	1,06	4,969
6	35	4,921	1,10	4,867
PROMEDIO		5,0040	1,0783	4,9503
STD		0,1119	0,0462	0,1105
% RSD (CV)		2,2352	4,2866	2,2326
Dato mayor			1,1300	
Dato menor			1,0000	
Rango			0,1300	

20.2.9. Tabla 31. Urea industrial. Balanza halógeno HR73 a 105 °C.

Método propuesto. LOTE 6642

Análisis	tiempo	peso inicial	%humedad	peso final
1	35	4,934	0,96	4,887
2	35	5,106	1,04	5,053
3	35	5,109	1,08	5,054
4	35	5,214	1,05	5,159
5	35	4,959	1,05	4,907
6	35	5,246	1,12	5,187
PROMEDIO		5,0947	1,0500	5,0412
STD		0,1278	0,0529	0,1243
% RSD (CV)		2,5090	5,0395	2,4653
Dato mayor			1,1200	
Dato menor			0,9600	
Rango			0,1600	

20.2.10. TABLA 32. SIMPLIFICACIÓN DE LOS RESULTADOS DE CADA UNO DE LOS LOTES DE UREA INDUSTRIAL, ANALIZADOS POR EL MÉTODO PROPUESTO A 105 °C.

PARÁMETROS	LOTE 6404	LOTE6596	LOTE6610	LOTE6642
% HUMEDAD	1,0717	1,0917	1,0783	1,0500
STD	0,0624	0,0598	0,0462	0,0529
% RSD(CV)	5,8249	5,4783	4,2866	5,0395
DATO MAYOR	1,1600	1,1600	1,1300	1,1200
DATO MENOR	0,9900	1,0000	1,0000	0,9600
RANGO	0,1700	0,1600	0,1300	0,1600

20.2.11. TABLA 33. COMPARACIÓN DE RESULTADOS POR CADA UNO DE LOS MÉTODOS, PARA LOS DISTINTOS LOTES DE UREA INDUSTRIAL.

Lotes	MUESTRA 1-LOTE 6404		MUESTRA 2-LOTE 6596		MUESTRA 3-LOTE 6610		MUESTRA 4-LOTE 6642	
Parametros	MET REF	MET`PROP	MET REF	MET`PROP	MET REF	MET`PROP	MET REF	MET`PROP
PROMEDIO	1,1299	1,0717	1,1468	1,0917	1,0409	1,0783	1,0923	1,0500
STD	0,2389	0,0624	0,1947	0,0598	0,0995	0,0462	0,2316	0,0529
RSD (CV)	21,139	5,8249	16,9742	5,4783	9,5544	4,2866	21,207	5,0395
DATO MAYOR	1,4208	1,16	1,2941	1,16	1,1559	1,13	1,3712	1,12
DATO MENOR	0,8986	0,99	0,7823	1,00	0,8872	1,00	0,8467	0,96
RANGO	0,5222	0,17	0,5118	0,16	0,2687	0,13	0,5245	0,16

Comparando los resultados entre los distintos métodos de desecación, podemos observar que los valores obtenidos con el método propuesto, se acercan a los del método de referencia, siendo así los parámetros de peso, tiempo y temperatura (5 g, 35 minutos, 105 °C) los mejores en cuanto al funcionamiento de la balanza halógeno.

Como se mencionó anteriormente no se aumentará la temperatura por fusión de micro partículas de urea y tampoco se disminuirá la matriz por la no homogeneidad del producto.

Fig. 39 Urea después del secado en el halógeno



20.3. *Materia prima*, SAL REFISAL

Para llevar a cabo los distintos ensayos de repetibilidad a esta materia prima, se procedió en primera instancia a verificar el funcionamiento de la balanza halógeno a rangos inferiores de humedad, para ello se contó con el patrón secundario certificado:

COLORURO DE SODIO L-1.02406

MARCA MERCK

PESO: 80 g

PUREZA: 99,91 + - 0,05 %

FECHA DE VENCIMIENTO: ABRIL 30 DEL 2010.

HUMEDAD A 100 °C: 0,10 +- 0,03%

20.3.1. Tabla 34. CLORURO DE SODIO, LOTE PATRÓN 1.02406
BALANZA HALÓGENO HR73 A 100 °C.

Análisis	Tiempo	peso inicial	%humedad	peso final
1	01:20	2,963	0,07	2,961
2	01:20	2,976	0,07	2,974
3	01:20	3,040	0,06	3,039
4	01:22	3,089	0,10	3,086
5	01:20	2,905	0,08	2,904
6	01:20	2,999	0,09	2,998
PROMEDIO		2,9953	0,0783	2,9937
STD		0,0638	0,0147	0,0634
% RSD(CV)		2,130	18,791	2,118
Dato mayor			0,10	
Dato menor			0,06	
Rango			0,04	

El porcentaje de humedad promedio es de 0,0783, la desviación estándar (STD) 0,014 y la desviación estándar relativa (CV) 18,791.

Teniendo en cuenta que la pureza del cloruro de sodio es de 99,21%, este porcentaje de humedad es aceptable considerando que el porcentaje de humedad a 100 °C es de 0,10 +- 0,03.

Verificando el buen funcionamiento que tuvo la balanza halógeno HR73, a rangos inferiores de humedad con el patrón, se procederá a realizar los ensayos repetitivos con la matriz sal refisal y comenzar así a estandarizar el método.

Como se realizó para el caso de la torta de soya y la urea industrial, también tendremos en cuenta para la sal refisal, la comparación de los resultados con el método propuesto, para ello se tendrán en cuenta los análisis a cuatro lotes diferentes que se muestrearon en intervalos de tiempo distintos.

20.3.2. Tabla 35. Sal refisal. Resultados por estufa de 100 °C a 16 horas.
Método de referencia. LOTE 6577

Utilizando 2 g mas o menos 0.2 g				
Análisis	Wi (vaso vacio)	W muestra	%humedad	Wf(vaso + muestra)
1	4,5317	2,0489	0,0244	6,5811
2	4,5765	2,0683	0,0242	6,6453
3	4,7104	2,0119	0,0348	6,7230
4	4,2696	2,0853	0,0432	6,3558
5	4,4111	2,1574	0,0093	6,5687
6	4,5615	2,0289	0,0246	6,5899
PROMEDIO		2,0668	0,0267	6,5773
STD		0,0516	0,0115	0,1226
% RSD(CV)		2,4977	42,8366	1,8641
Dato mayor			0,0432	
Dato menor			0,0093	
Rango			0,0339	

20.3.3. Tabla 36. Sal refisal. Resultados por estufa de 100 °C a 16 horas.
Método de referencia. LOTE 6647

Utilizando 2 g mas o menos 0.2 g				
Análisis	Wi(vaso vacio)	W muestra	%humedad	Wf (vaso + muestra)
1	4,6780	2,0244	0,0198	6,7028
2	4,5085	2,0976	0,0238	6,6056
3	4,6079	2,0461	0,0293	6,6534
4	4,6137	2,0459	0,0489	6,6586
5	4,6115	2,0694	0,0000	6,6809
6	4,6760	2,0461	0,0049	6,7220
PROMEDIO		2,0549	0,0211	6,6706
STD		0,0253	0,0176	0,0411
% RSD(CV)		1,2310	83,5661	0,6163
Dato mayor			0,0489	
Dato menor			0,0000	
Rango			0,0489	

20.3.4. Tabla 37. Sal refisal. Resultados por estufa de 100 °C a 16 horas.
Método de referencia. LOTE 6696

Utilizando 2 g mas o menos 0.2 g				
Análisis	Wi (vaso vacio)	W muestra	% humedad	Wf (vaso + muestra)
1	4,5190	2,0429	0,0147	6,5616
2	4,4929	2,0382	0,0343	6,5304
3	4,5806	2,0770	0,0241	6,6571
4	4,6219	2,0557	0,0000	6,6776
5	4,4953	2,0134	0,0298	6,5081
6	4,6186	2,0116	0,0149	6,6299
PROMEDIO		2,0398	0,0196	6,5941
STD		0,0251	0,0124	0,0703
% RSD(CV)		1,2287	63,2689	1,0666
Dato mayor			0,0343	
Dato menor			0,0000	
Rango			0,0343	

20.3.5. Tabla 38. Sal refisal. Resultados por estufa de 100 °C a 16 horas. Método de referencia. LOTE 6707

Utilizando 2 g mas o menos 0.2 g				
Análisis	Wi (vaso vacio)	W muestra	%humedad	Wf (vaso + muestra)
1	4,6220	2,0010	0,0100	6,6228
2	4,2706	2,3029	0,0174	6,5731
3	4,5764	2,0804	0,0048	6,6569
4	4,7519	2,0088	0,0398	6,7599
5	4,4598	2,0695	0,0048	6,5292
6	4,4183	2,2975	0,0080	6,7159
PROMEDIO		2,1267	0,0141	6,6430
STD		0,1381	0,0134	0,0865
% RSD (CV)		6,4929	94,8308	1,3022
Dato mayor			0,0398	
Dato menor			0,0048	
Rango			0,0350	

20.3.6. TABLA 39. SIMPLIFICACIÓN DE LOS RESULTADOS DE CADA UNO DE LOS LOTES DE SAL REFISAL, ANALIZADOS POR EL MÉTODO DE REFERENCIA.

PARÁMETROS	LOTE 6577	LOTE 6647	LOTE 6696	LOTE 6707
% HUMEDAD	0,0267	0,0211	0,0196	0,0141
STD	0,0115	0,0176	0,0124	0,0134
% RSD(CV)	42,8366	83,5661	63,2689	94,8308
DATO MAYOR	0,0432	0,0489	0,0343	0,0398
DATO MENOR	0,0093	0,0000	0,0000	0,0048
RANGO	0,0339	0,0489	0,0343	0,0350

Teniendo los resultados de los promedios de humedad por cada lote de sal refisal por el método de referencia, procederemos a realizar los ensayos por balanza de halógeno, para comenzar a estandarizar la metodología con esta materia prima.

Los ensayos se realizaron por sextuplicado, en el programa estándar con criterio de desconexión 3 (parada automática hasta homogenización en la desecación) a una temperatura de 105 °C y con una matriz de 3 g del patrón inicialmente.

20.3.7. Tabla 40. Sal refisal. Balanza halógeno HR73 a 105 °C.

Método propuesto. LOTE 6577

Análisis	tiempo	peso inicial	%humedad	peso final
1	01:23	2,952	0,07	2,950
2	01:20	3,254	0,06	3,252
3	01:20	3,010	0,07	3,008
4	01:20	2,904	0,03	2,903
5	01:20	3,038	0,10	3,035
6	01:20	3,151	0,03	3,150
PROMEDIO		3,0515	0,0600	3,0497
STD		0,1300	0,0268	0,1299
% RSD (CV)		4,2594	44,7214	4,2603
Dato mayor			0,1000	
Dato menor			0,0300	
Rango			0,0700	

20.3.8. Tabla 41. Sal refisal. Balanza halógeno HR73 a 105 °C.
Método propuesto. LOTE 6647

Análisis	Tiempo	peso inicial	%humedad	peso final
1	01:20	3,023	0,03	3,022
2	01:20	2,953	0,10	2,950
3	01:20	3,172	0,06	3,170
4	01:20	3,146	0,06	3,144
5	01:20	3,172	0,06	3,170
6	01:20	3,056	0,07	3,054
PROMEDIO		3,0870	0,0633	3,0850
STD		0,0905	0,0225	0,0906
% RSD (CV)		2,9314	35,5409	2,9384
Dato mayor			0,1000	
Dato menor			0,0300	
Rango			0,0700	

20.3.9. Tabla 42. Sal refisal. Balanza halógeno HR73 a 105 °C.
 Método propuesto. LOTE 6696

Análisis	tiempo	peso inicial	% humedad	peso final
1	01:20	3,260	0,03	3,259
2	01:20	3,101	0,10	3,098
3	01:20	2,942	0,03	2,941
4	01:20	3,040	0,03	3,039
5	01:20	3,320	0,03	3,319
6	01:20	3,118	0,06	3,116
PROMEDIO		3,1302	0,0467	3,1287
STD		0,1396	0,0288	0,1397
% RSD (CV)		4,4596	61,6110	4,4650
Dato mayor			0,1000	
Dato menor			0,0300	
Rango			0,0700	

20.3.10. Tabla 43. Sal refisal. Balanza halógeno HR73 a 105 °C.

Método propuesto. LOTE 6707

Análisis	tiempo	peso inicial	%humedad	peso final
1	01:20	3,172	0,03	3,171
2	01:20	2,979	0,03	2,978
3	01:20	3,112	0,03	3,111
4	01:20	3,120	0,06	3,118
5	01:20	2,965	0,07	2,963
6	01:20	2,933	0,07	2,931
PROMEDIO		3,0468	0,0483	3,0453
STD		0,0995	0,0204	0,0998
% RSD (CV)		3,2664	42,2326	3,2761
Dato mayor			0,0700	
Dato menor			0,0300	
Rango			0,0400	

20.3.11. TABLA 44. SIMPLIFICACIÓN DE LOS RESULTADOS DE CADA UNO DE LOS LOTES DE SAL REFISAL, ANALIZADOS POR EL MÉTODO PROPUESTO A 105 °C.

PARÁMETROS	LOTE 6577	LOTE 6647	LOTE 6696	LOTE 6707
% HUMEDAD	0,0600	0,0633	0,0467	0,0483
STD	0,0268	0,0225	0,0288	0,0204
% RSD(CV)	44,7214	35,5409	61,6110	42,2326
DATO MAYOR	0,1000	0,1000	0,1000	0,0700
DATO MENOR	0,0300	0,0300	0,0300	0,0300
RANGO	0,0700	0,0700	0,0700	0,0400

20.3.12. Tabla 45. COMPARACIÓN DE RESULTADOS POR CADA UNO DE LOS MÉTODOS, PARA LOS DISTINTOS LOTES DE SAL REFISAL.

Lotes	MUESTRA 1-LOTE 6677		MUESTRA 2-LOTE 6647		MUESTRA 3-LOTE 6696		MUESTRA 4-LOTE 6707	
	MET REF	MET PROP	MET REF	MET PROP	MET REF	MET PROP	MET REF	MET PROP
PROMEDIO	0,0267	0,0600	0,0211	0,0633	0,0196	0,0467	0,0141	0,0483
STD	0,0115	0,0268	0,0176	0,0225	0,0124	0,0288	0,0134	0,0204
RSD (CV)	42,8366	44,7214	83,5661	35,5409	63,2689	61,611	94,8308	42,2326
DATO MAYOR	0,0432	0,10	0,0489	0,10	0,0343	0,10	0,0398	0,07
DATO MENOR	0,0093	0,03	0,0000	0,03	0,0000	0,03	0,0048	0,03
RANGO	0,0339	0,07	0,0489	0,07	0,0343	0,07	0,035	0,04

Observando los resultados entre los dos métodos, se nota que la diferencia en porcentajes de humedad y desviación estándar relativa (STD) es mínima, pero en el coeficiente de variación se notan discrepancias muy notorias, para los casos de las muestras lotes 2, 3,4 se refleja que para el método propuesto los coeficiente de variación son menores que los del método de referencia, pero para el caso de la muestra lote 1 es inverso.

Claro esta que estos ensayos en el halógeno son iniciales para establecer parámetros como temperatura, peso y tiempo.

Ahora realizaremos mejora de los ensayos tomando como parámetro fijo de mejora el tiempo, adoptando en el halógeno un temporizador a 2 minutos para los 3 gramos iniciales de muestra a la temperatura de 105 °C.

20.3.13. Tabla 46. Sal refisal. Balanza halógeno HR73 a 105 °C a 2 minutos.

Método propuesto. LOTE 6577

Análisis	tiempo	peso inicial	% humedad	peso final
1	02:00	3,027	0,10	3,024
2	02:00	3,136	0,10	3,133
3	02:00	3,222	0,12	3,218
4	02:00	3,070	0,07	3,068
5	02:00	3,035	0,13	3,031
6	02:00	3,082	0,10	3,079
PROMEDIO		3,0953	0,1033	3,0922
STD		0,0732	0,0207	0,0730
% RSD (CV)		2,3664	19,9896	2,3609
Dato mayor			0,1300	
Dato menor			0,0700	
Rango			0,0600	

20.3.14. Tabla 47. Sal refisal. Balanza halógeno HR73 a 105 °C a 2 minutos.

Método propuesto. LOTE 6647

Análisis	tiempo	peso inicial	% humedad	peso final
1	02:00	3,088	0,10	3,085
2	02:00	3,247	0,09	3,244
3	02:00	3,085	0,12	3,080
4	02:00	3,105	0,08	3,103
5	02:00	3,265	0,10	3,261
6	02:00	3,007	0,07	3,005
PROMEDIO		3,1328	0,0933	3,1297
STD		0,1014	0,0175	0,1010
% RSD (CV)		3,2367	18,7628	3,2281
Dato mayor			0,1200	
Dato menor			0,0700	
Rango			0,0500	

20.3.15. Tabla 48. Sal refisal. Balanza halógeno HR73 a 105 °C a 2 minutos.

Método propuesto. LOTE 6696

Análisis	tiempo	peso inicial	%humedad	peso final
1	02:00	3,105	0,13	3,101
2	02:00	3,004	0,07	3,002
3	02:00	3,056	0,10	3,053
4	02:00	3,132	0,10	3,129
5	02:00	3,158	0,06	3,156
6	02:00	3,111	0,10	3,108
PROMEDIO		3,0943	0,0933	3,0915
STD		0,0557	0,0250	0,0555
% RSD (CV)		1,7990	26,8214	1,7964
Dato mayor			0,1300	
Dato menor			0,0600	
Rango			0,0700	

20.3.16. Tabla 49. Sal refisal. Balanza halógeno HR73 a 105 °C a 2 minutos.

Método propuesto. LOTE 6707

Análisis	tiempo	peso inicial	% humedad	peso final
1	02:00	3,050	0,10	3,047
2	02:00	3,142	0,06	3,140
3	02:00	3,060	0,13	3,056
4	02:00	3,032	0,10	3,029
5	02:00	3,308	0,09	3,305
6	02:00	3,072	0,10	3,069
PROMEDIO		3,1107	0,0967	3,1077
STD		0,1038	0,0225	0,1039
% RSD (CV)		3,3363	23,2854	3,3447
Dato mayor			0,1300	
Dato menor			0,0600	
Rango			0,0700	

20.3.17. TABLA 50. SIMPLIFICACIÓN DE LOS RESULTADOS DE CADA UNO DE LOS LOTES DE SAL REFISAL, ANALIZADOS POR EL MÉTODO PROPUESTO.

PARÁMETROS	LOTE 6577	LOTE 6647	LOTE 6696	LOTE 6707
% HUMEDAD	0,1033	0,0933	0,0933	0,0967
STD	0,0207	0,0175	0,0250	0,0225
% RSD(CV)	19,9896	18,7628	26,8214	23,2854
DATO MAYOR	0,1300	0,1200	0,1300	0,1300
DATO MENOR	0,0700	0,0700	0,0600	0,0600
RANGO	0,0600	0,0500	0,0700	0,0700

20.3.18. Tabla 51. COMPARACIÓN DE RESULTADOS POR CADA UNO DE LOS MÉTODOS, PARA LOS DISTINTOS LOTES DE SAL REFISAL.

Lotes	MUESTRA 1-LOTE 6577		MUESTRA 2-LOTE 6647		MUESTRA 3-LOTE 6696		MUESTRA 4-LOTE 6707	
	MET REF	MET PROP	MET REF	MET PROP	MET REF	MET PROP	MET REF	MET PROP
PROMEDIO	0,0267	0,1033	0,0211	0,0933	0,0196	0,0933	0,0141	0,0967
STD	0,0115	0,0207	0,0176	0,0175	0,0124	0,0250	0,0134	0,0225
RSD (CV)	42,8366	19,9896	83,5661	18,7628	63,2689	26,8214	94,8308	23,2854
DATO MAYOR	0,0432	0,13	0,0489	0,12	0,0343	0,13	0,0398	0,13
DATO MENOR	0,0093	0,07	0,0000	0,07	0,0000	0,06	0,0048	0,06
RANGO	0,0339	0,06	0,0489	0,05	0,0343	0,07	0,035	0,07

Observando los resultados podemos apreciar que las diferencias en porcentaje de humedad y la desviación estándar STD son mínimas, la diferencia significativa es no apreciable si tenemos en cuenta que el coeficiente de variación mejoro notoriamente para el método propuesto, haciéndose mas preciso en el rango de sus datos.

Los parámetros de 105 °C, 3 g de matriz y 2 minutos (temperatura, peso y tiempo), que se adoptaron para mejorar el proceso termo gravimétrico de secado en el halógeno dieron buenos resultados.

Fig. 40. Sal refisal después del secado en halógeno



21. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE CADA UNA DE LAS METODOLOGÍAS PROPUESTAS

Pruebas de significación:

A continuación realizaremos las diferentes pruebas estadísticas que hacen parte del proceso de validación, aplicaremos cada uno de los conceptos a los resultados de los lotes analizados, de cada una de las materias primas: Torta de soya, urea industrial y sal refisal.

21.1. CRITERIO DE CHAUVENET:

Es muy frecuente que las personas que realizan experimentos se enfrenten a la situación en que uno (o posiblemente más) de los resultados obtenidos de una serie de medidas difiera del resto de manera inexplicable. Estas medidas se denominan resultados anómalos. Por ende en la realización de cualquier ensayo de estandarización y validación es importante tener en cuenta estos ya que pueden incidir directamente en el resultado.

Esto supone que una vez calculada la media (\bar{X}) y la desviación típica (s) de una serie de medidas, han de rechazarse aquellas cuya desviación a la media sea mayor que " $Kc \cdot s$ ", quiere decir que se rechazan aquellas medidas que se alejan de la media una cantidad dada por la constante de Chauvenet (Kc).

Aplicamos $\alpha = 1/2 \cdot n$; Criterio de Chauvenet.

Donde: $n = 6$ y $\alpha =$ desviación típica.

$$\alpha = 1/2 \cdot 6 = 0,0833$$

$$\alpha / 2 = 0,0416$$

Con $\alpha / 2 = 0,0416$, reemplazamos en la expresión:

$$1-(\alpha / 2) * 100= 95,83 \text{ y } (\alpha / 2)*100 = 4,16$$

entonces el intervalo de confianza será:

$$Z(\alpha / 2) * 100 \text{ y } Z_{1 - (\alpha / 2)} * 100$$

donde Z = varianza normal típica

$$1-(\alpha / 2) * 100= 95,83 \text{ y } (\alpha / 2)*100 = 4,16$$

entonces será:

Z95,83 y Z4,16 quedando definido el intervalo entre Z95,83 = +1,73 y

Z4,16 = - 1,73 para n = 6 (repeticiones), según la tabla para constantes

de Chauvenet:

Intervalo de Valores admitidos:

n	Constante de Chauvenet (Kc)
2	1,15
3	1,38
4	1,54
5	1,65
6	1,73
7	1,80
8	1,86
9	1,92
10	1,96
15	2,13
20	2,24
25	2,33
30	2,40
40	2,48
50	2,57
100	2,81
300	3,14
500	3,29
1000	3,48

Para aplicar el teorema de Chauvenet, debemos calcular la varianza normal típica en cada uno de los lotes, que esta dada por:

$$Z = \frac{X_i - X}{s}$$

Donde:

Z = varianza normal típica

X_i = dato mayor y/o menor

X = promedio de humedad

s ó STD = desviación estándar. ²⁵

21.1.1. Tabla 52. Torta de soya. Criterio de Chauvenet.

Ensayos	LOTE 6210	LOTE 6476	LOTE 6519	LOTE 6621	promedio
1	9,93	11,20	10,76	9,36	
2	10,07	11,13	10,73	9,33	
3	10,10	11,19	10,81	9,40	
4	10,02	11,01	10,82	9,31	
5	10,04	11,12	10,86	9,42	
6	9,99	11,01	10,88	9,44	
% humedad	10,02	11,11	10,81	9,38	
STD	0,0602	0,0837	0,0573	0,0516	
Z mayor	1,3289	1,0753	1,2216	1,2267	1,2131
Z menor	-1,4950	-1,1947	-1,3962	-1,2926	-1,3446

21.1.2. Tabla 53. Urea industrial. Criterio de Chauvenet.

Ensayos	LOTE 6404	LOTE 6596	LOTE 6610	LOTE 6642	promedio
1	1,12	1,00	1,13	0,96	
2	0,99	1,08	1,07	1,04	
3	1,16	1,05	1,00	1,08	
4	1,02	1,13	1,11	1,05	
5	1,07	1,13	1,06	1,05	
6	1,07	1,16	1,10	1,12	
% humedad	1,0717	1,0917	1,0783	1,0500	
STD	0,0624	0,0598	0,0462	0,0529	
Z mayor	1,4151	1,1421	1,1177	1,3229	
Z menor	-1,3093	-1,5334	-1,6946	-1,7008	-1,5596

21.1.3. Tabla 54. Sal refisal. Criterio de Chauvenet.

Ensayos	LOTE 6577	LOTE 6647	LOTE 6696	LOTE 6707	Promedio
1	0,10	0,10	0,13	0,10	
2	0,10	0,09	0,07	0,06	
3	0,12	0,12	0,10	0,13	
4	0,07	0,08	0,10	0,10	
5	0,13	0,10	0,06	0,09	
6	0,10	0,07	0,10	0,10	
% humedad	0,1033	0,0933	0,0933	0,0967	
STD	0,0207	0,0175	0,025	0,0225	
Z mayor	1,2899	1,5228	1,4680	1,4800	
Z menor	-1,6087	-1,3324	-1,3320	-1,6311	-1,4761

21.2. COMPARACIÓN DE LAS MEDIAS DE DOS MUESTRAS:

Los análisis se realizaron por el método a validar en comparación con el método de referencia, cada uno de los ensayos se hicieron por sextuplicado.

Para el desarrollo de la comparación de las medias de dos muestras, se plantea la hipótesis nula *“estos dos métodos no dan resultados cuyas medidas difieren significativamente”*, que aplicará a cada una de las materias primas.

Calculamos las desviaciones estándar (s ó STD), de cada uno de los ensayos realizados tanto por el método de referencia como por el método propuesto.

$$s^2 = ((n_1 - 1) * s_1^2 + (n_2 - 1) * s_2^2) / (n_1 + n_2 - 2) \text{ donde:}$$

s_1 : STD método de referencia

s_2 : STD método propuesto

n_1 y $n_2 = 6$ (número de replicas)

encontramos el valor de t experimentalmente:

$$t = (X_1 - X_2) / s (1/n_1 - 1/n_2)^{1/2}$$

X_1 = promedio humedad método de referencia

X_2 = promedio humedad método propuesto

s^2 = STD de cada uno de los ensayos, realizados por ambos métodos.

Y procedemos a compararlo con el valor de t crítico de la tabla A1 (ver anexo 4) con una probabilidad $P = 0,05$ (95%) y 10 grados de libertad.

21.2.1. Tabla 55. Torta de soya. Comparación de las medias de dos muestras.

TABLA DE RESULTADOS (pruebas de significación), EN CADA UNO DE LOS LOTES DE TORTA DE SOYA								
Lotes	MUESTRA 1-LOTE 6476		MUESTRA 2-LOTE 6519		MUESTRA 3-LOTE 6210		MUESTRA 4-LOTE 6621	
	MET REF	MET PROP	MET REF	MET PROP	MET REF	MET PROP	MET PROP	MET REF
PROMEDIO	11,1644	11,1100	10,8437	10,8100	10,0360	10,0250	9,4247	9,3767
STD	0,0918	0,0837	0,3120	0,0573	0,0818	0,0602	0,0207	0,0516
s ²	0,0077		0,0503		0,0062		0,0015	
s	0,0878		0,2243		0,0718		0,0393	
t experimental	0,3575		0,0867		0,0884		0,7049	
t crítico	2,2300							
t exp promedio	0,3094							

21.2.2. Tabla 56. Urea industrial. Comparación de las medias de dos muestras.

TABLA DE RESULTADOS (pruebas de significación), EN CADA UNO DE LOS LOTES DE UREA INDUSTRIAL								
Lotes	MUESTRA 1-LOTE 6404		MUESTRA 2-LOTE 6596		MUESTRA 3-LOTE 6610		MUESTRA 4-LOTE 6642	
	MET REF	MET PROP	MET REF	MET PROP	MET REF	MET PROP	MET REF	MET PROP
PROMEDIO	1,1299	1,0717	1,1468	1,0917	1,0409	1,0783	1,0923	1,0500
STD	0,2389	0,0624	0,1947	0,0598	0,0995	0,0462	0,2316	0,0529
s ²	0,0305		0,0207		0,0060		0,0282	
s	0,1746		0,1440		0,0776		0,1680	
t experimental	0,1925		0,2209		-0,2784		0,1454	
t crítico	2,2300							
t exp promedio	0,0701							

21.2.3. Tabla 57. Sal refisal. Comparación de las medias de dos muestras.

TABLA DE RESULTADOS (pruebas de significación), EN CADA UNO DE LOS LOTES DE SAL REFISAL								
Lotes	MUESTRA 1-LOTE 6577		MUESTRA 2-LOTE 6647		MUESTRA 3-LOTE 6696		MUESTRA 4-LOTE 6707	
	MET REF	MET PROP	MET REF	MET PROP	MET REF	MET PROP	MET REF	MET PROP
PROMEDIO	0,0267	0,1033	0,0211	0,0933	0,0196	0,0933	0,0141	0,0967
STD	0,0115	0,0207	0,0176	0,0175	0,0124	0,0250	0,0134	0,0225
s ²	0,0003		0,0003		0,0004		0,0003	
s	0,0167		0,0176		0,0197		0,0185	
t experimental	-2,6412		-2,3752		-2,1564		-2,5753	
t crítico	2,2300							
t exp promedio	-2,4370							

21.3. LA PRUEBA F PARA LA COMPARACIÓN DE DESVIACIONES ESTÁNDAR:

Para el desarrollo de la prueba F, se plantea como hipótesis nula “es la precisión del método experimental ó propuesto significativamente más grande, que la del método de referencia”, que aplica a todas las materias primas.

Aplicamos:

$F = s_1^2 / s_2^2$; donde: F (razón de los cuadrados de las desviaciones estándar) siempre debe ser ≥ 1 y s_1 y s_2 corresponden a las desviaciones estándar de cada una de las metodologías planteadas. (s_1 = STD método de referencia y s_2 = STD método propuesto o experimental).

Como se hicieron 6 repeticiones en cada una de las metodologías, tenemos en cuenta los grados de libertad (n-1) para encontrar el valor crítico de F con una probabilidad $P=0,05$ (95%). Como se pretende verificar si el método propuesto es más preciso que el método de referencia, utilizamos la tabla A.2 (ver anexo 5), Prueba de una Cola, para encontrar el valor crítico de F. ²⁶

21.3.1. Tabla 58. Torta de soya. Prueba F para la comparación de desviaciones estándar.

LOTES SOYA	s_1 (Met Ref)	s_2 (Met Exp)	F experimental
6476	0,0918	0,0837	1,20
6519	0,3120	0,0573	29,65
6210	0,0824	0,0602	1,87
6621	0,0207	0,0516	0,16
F exp promedio			8,22
F observado			5,05

Prueba de una Cola

21.3.2. Tabla 59. Urea industrial. Prueba F para la comparación de desviaciones estándar.

LOTES UREA	s_2 (Met Prop)	s_1 (Met Ref)	F experimental
6404	0,2389	0,0624	14,66
6596	0,1947	0,0598	10,60
6610	0,0995	0,0462	4,64
6642	0,2316	0,0529	19,17
F exp promedio			12,27
F observado			5,05

Prueba de una Cola

21.3.3. Tabla 60. Sal refisal. Prueba F para la comparación de desviaciones estándar.

LOTES SAL REFISAL	s ₂ (Met Prop)	s ₁ (Met Ref)	F experimental
6577	0,0207	0,0115	3,24
6647	0,0175	0,0176	0,99
6696	0,0250	0,0124	4,06
6707	0,0225	0,0134	2,82
		F exp promedio	2,78
		F observado	5,05
		F observado	7,146

(ver anexo 6)

21.4. EXACTITUD:

La exactitud la verificaremos por medio de la comparación de los resultados del método propuesto con un método normalizado (método de referencia, estufa de desecación a 100 °C durante 16 horas), con la aplicación de los conceptos estadísticos del “Protocolo de validación de un método de análisis habitual respecto al método de referencia OV”.

El análisis estadístico para la exactitud se realizará, en cada lote por duplicado, para las diferentes matrices a analizar: torta de soya, urea industrial y sal refisal.

Nota: para los cálculos de exactitud, el segundo ensayo de cada una de las matrices, se realizó de manera independiente y tan solo se colocaron estos resultados en este procedimiento.

Aplicamos :

$$Sd = \{ \sum (d_i - Md)^2 / (n-1) \}^{1/2}$$

$$| Zscore | = | Md / Sd |$$

Donde:

Diferencia de medias: d_i

Media de los resultados del método de referencia: Mr

Media de los resultados del método de propuesto: Mp

Media de las diferencias: Md

Desviación estándar de las diferencias: Sd

Numero de repeticiones en cada lote: n

Si Zscore es inferior o igual a 2, se puede concluir que la exactitud de un método respecto al otro es satisfactoria en el nivel de gama considerado para un intervalo de confianza del 95% (P= 0.05).²⁷

21.4.1. Tabla 61. Torta de soya. Exactitud.

torta de soya lote 6210	Metodo de referencia		Metodo propuesto		media met ref	media met prop	diferencia medias
	ensayo 1	ensayo 2	ensayo 1	ensayo 2			
1	10,0802	10,1215	9,93	9,91	10,1009	9,9200	0,1809
2	9,9546	9,9210	10,07	10,10	9,9378	10,0850	-0,1472
3	9,9811	9,9319	10,10	10,00	9,9565	10,0500	-0,0935
4	10,1497	10,0014	10,02	9,98	10,0756	10,0000	0,0755
5	10,0929	9,9832	10,04	10,03	10,0381	10,0350	0,0031
6	9,9573	9,9678	9,99	9,95	9,9626	9,9700	-0,0074
X	10,0360	9,9878	10,03	10,00			

Mr	10,0119
Mp	10,0100
Md	0,0019
Sd	0,1173
I Zscore I	0,0161

torta de soya lote 6476	Metodo de referencia		Metodo propuesto		media met ref	media met prop	diferencia medias
	ensayo 1	ensayo 2	ensayo 1	ensayo 2			
1	11,1246	11,1840	11,20	11,24	11,1543	11,2200	-0,0657
2	11,1575	11,2132	11,13	11,18	11,1854	11,1550	0,0303
3	11,2165	11,0023	11,19	11,15	11,1094	11,1700	-0,0606
4	11,0042	11,1279	11,01	11,04	11,0661	11,0250	0,0411
5	11,2329	11,2054	11,12	11,23	11,2192	11,1750	0,0441
6	11,2506	11,1521	11,01	11,00	11,2014	11,0050	0,1964
X	11,1644	11,1475	11,11	11,14			

Mr	11,1559
Mp	11,1250
Md	0,0309
Sd	0,0954
I Zscore I	0,3238

torta de soya lote 6519	Metodo de referencia		Metodo propuesto		media met ref	media met prop	diferencia medias
	ensayo 1	ensayo 2	ensayo 1	ensayo 2			
1	10,9466	10,8212	10,76	10,79	10,8839	10,7750	0,1089
2	10,9209	10,9109	10,73	10,65	10,9159	10,6900	0,2259
3	10,2175	10,1289	10,81	10,67	10,1732	10,7400	-0,5668
4	10,9065	11,0467	10,82	10,87	10,9766	10,8450	0,1316
5	11,0516	10,9845	10,86	10,91	11,0181	10,8850	0,1331
6	11,0194	11,0230	10,88	10,96	11,0212	10,9200	0,1012
X	10,8438	10,8192	10,81	10,81			

Mr	10,8315
Mp	10,8092
Md	0,0223
Sd	0,2921
I Zscore I	0,0763

torta de soya lote 6621	Metodo de referencia		Metodo propuesto		media met ref	media met prop	diferencia medias
	ensayo 1	ensayo 2	ensayo 1	ensayo 2			
1	9,4306	9,3867	9,36	9,30	9,4087	9,3300	0,0786
2	9,4153	9,4632	9,33	9,38	9,4393	9,3550	0,0843
3	9,3943	9,4234	9,40	9,41	9,4089	9,4050	0,0038
4	9,4512	9,5093	9,31	9,28	9,4803	9,2950	0,1853
5	9,4417	9,4591	9,42	9,31	9,4504	9,3650	0,0854
6	9,5152	9,5216	9,44	9,42	9,5184	9,4300	0,0884
X	9,4414	9,4606	9,38	9,35			

Mr	9,4510
Mp	9,3633
Md	0,0876
Sd	0,0574
Zscore	1,5261

21.4.1. 1Tabla 62. TORTA DE SOYA .TABLA ABREVIADA DE RESULTADOS. Exactitud	
LOTES	Zscore encontrados
6210	0,0161
6476	0,3238
6519	0,0763
6621	1,5261
PROMEDIO	0,4855

21.4.2. Tabla 63. Urea industrial. Exactitud.

urea industrial lote 6404	Metodo de referencia		Metodo propuesto		media met ref	media met prop	diferencia medias
	ensayo 1	ensayo 2	ensayo 1	ensayo 2			
1	1,4208	1,3423	1,12	1,15	1,3816	1,1350	0,2466
2	0,8986	0,9256	0,99	1,08	0,9121	1,0350	-0,1229
3	0,9008	0,9804	1,16	1,20	0,9406	1,1800	-0,2394
4	1,1713	1,1245	1,02	1,07	1,1479	1,0450	0,1029
5	0,9881	0,9898	1,07	1,10	0,9890	1,0850	-0,0961
6	1,3998	1,4043	1,07	1,11	1,4021	1,0900	0,3121
X	1,1299	1,1278	1,07	1,12			

Mr	1,1289
Mp	1,0950
Md	0,0339
Sd	0,2206
 Zscore 	0,1534

urea industrial lote 6596	Metodo de referencia		Metodo propuesto		media met ref	media met prop	diferencia medias
	ensayo 1	ensayo 2	ensayo 1	ensayo 2			
1	1,2941	1,2478	1,00	1,23	1,2710	1,1150	0,1560
2	1,0711	1,3576	1,08	1,12	1,2144	1,1000	0,1144
3	1,2359	1,4498	1,05	0,99	1,3429	1,0200	0,3229
4	1,2327	1,0096	1,13	1,15	1,1212	1,1400	-0,0188
5	1,2645	0,9912	1,13	1,43	1,1279	1,2800	-0,1522
6	0,7823	1,2187	1,16	1,32	1,0005	1,2400	-0,2395
X	1,1468	1,2125	1,09	1,21			

Mr	1,1796
Mp	1,1492
Md	0,0304
Sd	0,2083
 Zscore 	0,1459

urea industrial lote 6610	Metodo de referencia		Metodo propuesto		media met ref	media met prop	diferencia medias
	ensayo 1	ensayo 2	ensayo 1	ensayo 2			
1	1,0652	1,1002	1,13	1,10	1,0827	1,1150	-0,0323
2	0,8872	0,9943	1,07	1,00	0,9408	1,0350	-0,0943
3	1,1152	1,2354	1,00	1,08	1,1753	1,0400	0,1353
4	1,0596	1,0978	1,11	1,09	1,0787	1,1000	-0,0213
5	1,1559	0,8976	1,06	1,05	1,0268	1,0550	-0,0283
6	0,9625	1,0432	1,10	1,11	1,0029	1,1050	-0,1022
X	1,0409	1,0614	1,08	1,07			

Mr	1,0512
Mp	1,0750
Md	-0,0238
Sd	0,0854
 Zscore 	0,2786

urea industrial lote 6642	Metodo de referencia		Metodo propuesto		media met ref	media met prop	diferencia medias
	ensayo 1	ensayo 2	ensayo 1	ensayo 2			
1	0,8468	0,9934	0,96	0,99	0,9201	0,9750	-0,0549
2	1,0316	0,9846	1,04	1,00	1,0081	1,0200	-0,0119
3	1,3712	1,2354	1,08	1,11	1,3033	1,0950	0,2083
4	1,3491	1,2321	1,05	1,21	1,2906	1,1300	0,1606
5	0,8467	0,8845	1,05	1,09	0,8656	1,0700	-0,2044
6	1,1084	1,1100	1,12	1,07	1,1092	1,0950	0,0142
X	1,0923	1,0733	1,05	1,08			

Mr	1,0828
Mp	1,0642
Md	0,0186
Sd	0,1497
 Zscore 	0,1242

21.4.2.1 Tabla 64. UREA INDUSTRIAL.
TABLA ABREVIADA DE
RESULTADOS. Exactitud.

LOTES	Zscore encontrados
6404	0,1534
6596	0,1459
6610	0,2786
6642	0,1242
PROMEDIO	0,1755

21.4.3. Tabla 65 Sal refisal. Exactitud.

sal refisal lote 6577	Metodo de referencia		Metodo propuesto		media met ref	media met prop	diferencia medias
	ensayo 1	ensayo 2	ensayo 1	ensayo 2			
1	0,0244	0,0342	0,10	0,11	0,0293	0,1050	-0,0757
2	0,0242	0,0256	0,10	0,12	0,0249	0,1100	-0,0851
3	0,0348	0,0099	0,12	0,10	0,0224	0,1100	-0,0877
4	0,0432	0,0921	0,07	0,08	0,0677	0,0750	-0,0074
5	0,0093	0,0212	0,13	0,12	0,0153	0,1250	-0,1098
6	0,0246	0,0454	0,10	0,10	0,0350	0,1000	-0,0650
X	0,0268	0,0381	0,10	0,11			

Mr	0,0324
Mp	0,1042
Md	-0,0718
Sd	0,0346
Zscore	2,0714

sal refisal lote 6647	Metodo de referencia		Metodo propuesto		media met ref	media met prop	diferencia medias
	ensayo 1	ensayo 2	ensayo 1	ensayo 2			
1	0,0198	0,0034	0,10	0,11	0,0116	0,1050	-0,0934
2	0,0238	0,0245	0,09	0,08	0,0242	0,0850	-0,0609
3	0,0293	0,0265	0,12	0,10	0,0279	0,1100	-0,0821
4	0,0489	0,0321	0,08	0,09	0,0405	0,0850	-0,0445
5	0,0000	0,0243	0,10	0,09	0,0122	0,0950	-0,0829
6	0,0049	0,0143	0,07	0,08	0,0096	0,0750	-0,0654
X	0,0211	0,0209	0,09	0,09			

Mr	0,0210
Mp	0,0925
Md	-0,0715
Sd	0,0173
Zscore	4,1290

sal refisal lote 6696	Metodo de referencia		Metodo propuesto		media met ref	media met prop	diferencia medias
	ensayo 1	ensayo 2	ensayo 1	ensayo 2			
1	0,0147	0,0176	0,13	0,12	0,0162	0,1250	-0,1089
2	0,0343	0,0234	0,07	0,08	0,0289	0,0750	-0,0462
3	0,0241	0,0199	0,10	0,10	0,0220	0,1000	-0,0780
4	0,0000	0,0045	0,10	0,11	0,0023	0,1050	-0,1028
5	0,0298	0,0367	0,06	0,05	0,0333	0,0550	-0,0218
6	0,0149	0,0192	0,10	0,09	0,0171	0,0950	-0,0780
X	0,0196	0,0202	0,09	0,09			

Mr	0,0199
Mp	0,0925
Md	-0,0726
Sd	0,0332
Zscore	2,1882

sal refisal lote 6707	Metodo de referencia		Metodo propuesto		media met ref	media met prop	diferencia medias
	ensayo 1	ensayo 2	ensayo 1	ensayo 2			
1	0,0100	0,0110	0,10	0,12	0,0105	0,1100	-0,0995
2	0,0174	0,0200	0,06	0,05	0,0187	0,0550	-0,0363
3	0,0048	0,0132	0,13	0,09	0,0090	0,1100	-0,1010
4	0,0398	0,0298	0,10	0,08	0,0348	0,0900	-0,0552
5	0,0048	0,0087	0,09	0,09	0,0068	0,0900	-0,0833
6	0,0080	0,0056	0,10	0,12	0,0068	0,1100	-0,1032
X	0,0141	0,0147	0,10	0,09			

Mr	0,0144
Mp	0,0942
Md	-0,0797
Sd	0,0283
Zscore	2,8192

21.4.3.1 Tabla 66. SAL REFISAL .TABLA ABREVIADA DE RESULTADOS.
Exactitud.

TABLA ABREVIADA DE RESULTADOS	
SAL REFISAL	Zscore encontrados
6577	2,0714
6647	4,1290
6696	2,1882
6707	2,8192
PROMEDIO	2,8019

21.5. ANÁLISIS DE VARIANZA (ANOVA):

En este trabajo donde la no homogeneidad de las muestras y la aplicación de diferentes metodologías son variables que notablemente pueden influir en los resultados finales para tratar de estandarizar y validar cada una de las metodologías de las matrices de estudio (torta de soya, urea industrial y sal refisal), se hace necesario la aplicación de herramientas estadísticas muy poderosas que me permitan detectar estas dos fuentes de variación. La primera, que siempre esta presente se debe al error aleatorio en la medida, que provocan diferentes resultados, aunque estas se repitan en las mismas condiciones.

La segunda fuente de variación se debe a lo que se conoce como factor controlado o de efecto fijo, donde para nuestro caso, se involucra las diferentes metodologías empleadas (método de referencia y método propuesto).

El laboratorio de investigación y desarrollo de la compañía "LEVAPAN", presta servicios en desarrollo y mejoras de productos, además cuenta con

una base de datos que le permite al laboratorio fisicoquímico de control de calidad, dar resultados de análisis organolépticos sensoriales, que le facilitan la aprobación y mejora de los mismos. Entre estos la utilización del test de ANOVA, que permite fijar la variabilidad entre panelistas y diferentes tipos de muestras, para comprobar detalladamente la interacción panelista-muestra en los distintos análisis sensoriales.

A continuación colocaremos en prueba el test de ANOVA a cada lote de matriz a analizar, para verificar así la interacción muestreo - metodología, fijando si la diferencia existe en esta relación variable.²⁷

Para calcular el F crítico respecto al muestreo y metodología, utilizaremos el anexo 7 (Valor del F crítico).

Aplicando:

$$C = \frac{\sum \text{SUM TOTAL}^2}{n \text{ TOTAL}} = \text{Factor de corrección.}$$

$$\text{SQMu} = \frac{\sum \text{CUAD SUM TOTAL}}{n\text{REP}} - C = \text{Variación de vida del muestreo.}$$

$$\text{SQMe} = \frac{\sum (\text{SUM CUADRADOS})^2}{n\text{ENSAY}} - C = \text{Variación de vida de metodología.}$$

$$\text{SQ TOTAL} = \sum \text{SUM CUADRADOS} - C = \text{Variación total.}$$

$$\text{SQ ERROR} = \text{SQ TOTAL} - \text{SQM} - \text{SQR} = \text{Variación de vida al error residual.}$$

$$\text{SQM} = \text{SQ} / \text{GL}$$

$$F_{\text{Mu}} = \text{SQ REPET} / \text{SQ ERROR} = F \text{ encontrado respecto al muestreo.}$$

$$F_{\text{Me}} = \text{SQ METOD} / \text{SQ ERROR} = F \text{ encontrado respecto a la metodología.}$$

21.5.1. Tabla 67. Torta de soya. Análisis de varianza (ANOVA).

TORTA DE SOYA LOTE 6210	n	METODO DE REFERENCIA				METODO PROPUESTO				SUM REP.	SUM REP CUAD.
	REPET	Ensayo 1	CUAD.	Ensayo 2	CUAD.	Ensayo 1	CUAD	Ensayo 2	CUAD		
	1	10,0802	101,6104	10,1215	102,4448	9,93	98,60	9,91	98,21	40,0417	1603,3377
	2	9,9546	99,0941	9,9210	98,4262	10,07	101,40	10,10	102,01	40,0456	1603,6501
	3	9,9811	99,6224	9,9319	98,6426	10,10	102,01	10,00	100,00	40,013	1601,0402
	4	10,1497	103,0164	10,0014	100,0280	10,02	100,40	9,98	99,60	40,1511	1612,1108
	5	10,0929	101,8666	9,9832	99,6643	10,04	100,80	10,03	100,60	40,1461	1611,7093
	6	9,9573	99,1478	9,9678	99,3570	9,99	99,80	9,95	99,00	39,8651	1589,2262
SUM.TOTAL		60,2158		59,9268		60,1500		59,9700		240,2626	
CUAD.SUM TOTAL		3625,94257		3591,2214		3618,0225		3596,4009		14431,5873	
SUM CUADRADOS			604,3577		598,5630		603,0219		599,42	2405,3645	9621,0744
PROMEDIO		10,0360		9,9878		10,0250		9,9950			

C	2405,2549
SQMu	0,0097
SQ Me	0,0137
SQ.TOTAL	0,1096
SQ.ERROR	0,0862

FV	GL	SQ	SQM	F experimental
MUESTREO	5	0,0097	0,0019	0,1123
MÉTODOS	1	0,0137	0,0137	0,7956
ERROR	5	0,0862	0,0172	
TOTAL	11	0,1096		
F Me (critico)				4,54
F Mu (critico)				3,29

	n	METODO DE REFERENCIA				METODO PROPUESTO				SUM REP.	SUM REP CUAD.
		REPET	Ensayo 1	CUAD.	Ensayo 2	CUAD.	Ensayo 1	CUAD	Ensayo 2		
TORTA DE SOYA											
LOTE 6476	1	11,1246	123,7567	11,1840	125,0819	11,20	125,44	11,24	126,34	44,7486	2002,4372
	2	11,1575	124,4898	11,2132	125,7359	11,13	123,88	11,18	124,99	44,6807	1996,3650
	3	11,2165	125,8099	11,0023	121,0506	11,19	125,22	11,15	124,32	44,5588	1985,4867
	4	11,0042	121,0924	11,1279	123,8302	11,01	121,22	11,04	121,88	44,1821	1952,0580
	5	11,2329	126,1780	11,2054	125,5610	11,12	123,65	11,23	126,11	44,7883	2005,9918
	6	11,2506	126,5760	11,1521	124,3693	11,01	121,22	11,00	121,00	44,4127	1972,4879
										267,3712	
SUM.TOTAL		66,9863		66,8849		66,6600		66,8400		267,3712	
CUAD.SUM TOTAL		4487,164388		4473,5898		4443,5556		4467,5856		17871,8954	
SUM CUADRADOS			747,9029		745,6288		740,6276		744,65	2978,8063	11914,8265
PROMEDIO		11,1644		11,14748333		11,1100		11,1400			

C	2978,6399
SQM_u	0,0093
SQM_e	0,0667
SQ.TOTAL	0,1663
SQ.ERROR	0,0903

FV	GL	SQ	SQM	F experimental
MUESTREO	5	0,0093	0,0019	0,1029
METODOS	1	0,0667	0,0667	3,6910
ERROR	5	0,0903	0,0181	
TOTAL	11	0,1663		
F Me (critico)				4,54
F Mu (critico)				3,29

	n	METODO DE REFERENCIA				METODO PROPUESTO				SUM REP.	SUM REP CUAD.
		REPET	Ensayo 1	CUAD.	Ensayo 2	CUAD.	Ensayo 1	CUAD	Ensayo 2		
TORTA DE SOYA LOTE 6519	1	10,9466	119,8281	10,8212	117,0984	10,76	115,78	10,79	116,42	43,3178	1876,4318
	2	10,9209	119,2661	10,9109	119,0477	10,73	115,13	10,65	113,42	43,2118	1867,2597
	3	10,2175	104,3973	10,1289	102,5946	10,81	116,86	10,67	113,85	41,8264	1749,4477
	4	10,9065	118,9517	11,0467	122,0296	10,82	117,07	10,87	118,16	43,6432	1904,7289
	5	11,0516	122,1379	10,9845	120,6592	10,86	117,94	10,91	119,03	43,8061	1918,9744
	6	11,0194	121,4272	11,0230	121,5065	10,88	118,37	10,96	120,12	43,8824	1925,6650
										259,6877	
SUM.TOTAL		65,0625		64,9152		64,8600		64,8500		259,6877	
CUAD.SUM TOTAL		4233,128906		4213,9832		4206,8196		4205,5225		16859,4542	
SUM CUADRADOS			706,0082		702,9361		701,153		701,00	2811,0969	11242,5075
PROMEDIO		10,8438		10,8192		10,8100		10,8083			

C	2809,9042
SQM _u	0,0048
SQM _e	0,7227
SQ.TOTAL	1,1926
SQ.ERROR	0,4652

FV	GL	SQ	SQM	F experimental
MUESTREO	5	0,0048	0,0010	0,0103
MÉTODOS	1	0,7227	0,7227	7,7673
ERROR	5	0,4652	0,0930	
TOTAL	11	1,1926		
F Me (critico)				4,54
F Mu (critico)				3,29

TORTA DE SOYA LOTE 6621	n	METODO DE REFERENCIA				METODO PROPUESTO				SUM REP.	SUM REP CUAD.
	REPET	Ensayo 1	CUAD.	Ensayo 2	CUAD.	Ensayo 1	CUAD	Ensayo 2	CUAD		
	1	9,4306	88,9362	9,3867	88,1101	9,36	87,61	9,30	86,49	37,4773	1404,5480
	2	9,4153	88,6479	9,4632	89,5522	9,33	87,05	9,38	87,98	37,5885	1412,8953
	3	9,3943	88,2529	9,4234	88,8005	9,40	88,36	9,41	88,55	37,6277	1415,8438
	4	9,4512	89,3252	9,5093	90,4268	9,31	86,68	9,28	86,12	37,5505	1410,0401
	5	9,4417	89,1457	9,4591	89,4746	9,42	88,74	9,31	86,68	37,6308	1416,0771
	6	9,5152	90,5390	9,5216	90,6609	9,44	89,11	9,42	88,74	37,8968	1436,1675
										225,7716	
SUM.TOTAL		56,6483		56,7633		56,2600		56,1000		225,7716	
CUAD.SUM TOTAL		3209,029893		3222,0722		3165,1876		3147,21		12743,4997	
SUM CUADRADOS			534,8469		537,0250		527,5446		524,55	2123,9699	8495,5718
PROMEDIO		9,4414		9,46055		9,3767		9,3500			

C	2123,8673
SQM _u	0,0493
SQM _e	0,0256
SQ.TOTAL	0,1026
SQ.ERROR	0,0276

FV	GL	SQ	SQM	F experimental
MUESTREO	5	0,0493	0,0099	1,7864
MÉTODOS	1	0,0256	0,0256	4,6430
ERROR	5	0,0276	0,0055	
TOTAL	11	0,1026		
F Me (critico)				4,54
F Mu (critico)				3,29

21.5.1.1 TABLA 68. RESULTADOS FINALES EN CADA UNO DE LOS LOTES DE TORTA DE SOYA. ANÁLISIS DE VARIANZA (ANOVA).

	LOTE 6210	LOTE 6476	LOTE 6519	LOTE 6621	F	
VARIABLES	F EXP	F EXP	F EXP	F EXP	F EXP PROM	F CRITICO
MUESTREO	0,1123	0,1029	0,0103	1,7864	0,5030	3,29
MÉTODOS	0,7956	3,691	7,7673	4,6430	4,2242	4,54

21.5.2. Tabla 69. Urea industrial. Análisis de varianza (ANOVA).

UREA INDUSTRIAL LOTE 6404	n	METODO DE REFERENCIA				METODO PROPUESTO				SUM REP.	SUM REP CUAD.
		REPET	Ensayo 1	CUAD.	Ensayo 2	CUAD.	Ensayo 1	CUAD	Ensayo 2		
	1	1,4208	2,0187	1,3423	1,8018	1,12	1,25	1,15	1,32	5,0331	25,3321
	2	0,8986	0,8075	0,9256	0,8567	0,99	0,98	1,08	1,17	3,8942	15,1648
	3	0,9008	0,8114	0,9804	0,9612	1,16	1,35	1,20	1,44	4,2412	17,9878
	4	1,1713	1,3719	1,1245	1,2645	1,02	1,04	1,07	1,14	4,3858	19,2352
	5	0,9881	0,9763	0,9898	0,9797	1,07	1,14	1,10	1,21	4,1479	17,2051
	6	1,3998	1,9594	1,4043	1,9721	1,07	1,14	1,11	1,23	4,9841	24,8413
										26,6863	
SUM.TOTAL		6,7794		6,7669		6,4300		6,7100		26,6863	
CUAD.SUM TOTAL		45,96026436		45,7909		41,3449		45,0241		178,1202	
SUM CUADRADOS			7,9453		7,8360		6,9103		7,52	30,2075	119,7662
PROMEDIO		1,1299		1,127816667		1,0717		1,1183			

C	29,6733
SQMu	0,0134
SQMe	0,2683
SQ.TOTAL	0,5342
SQ.ERROR	0,2525

FV	GL	SQ	SQM	F experimental
MUESTREO	5	0,0134	0,0027	0,0532
MÉTODOS	1	0,2683	0,2683	5,3128
ERROR	5	0,2525	0,0505	
TOTAL	11	0,5342		
F Me (critico)				4,54
F Mu (critico)				3,29

UREA INDUSTRIAL	n	METODO DE REFERENCIA				METODO PROPUESTO				SUM REP.	SUM REP CUAD.
		REPET	Ensayo 1	CUAD.	Ensayo 2	CUAD.	Ensayo 1	CUAD	Ensayo 2		
LOTE 6596	1	1,2941	1,6747	1,2478	1,5570	1,00	1,00	1,23	1,51	4,7719	22,7710
	2	1,0711	1,1473	1,3576	1,8431	1,08	1,17	1,12	1,25	4,6287	21,4249
	3	1,2359	1,5274	1,4498	2,1019	1,05	1,10	0,99	0,98	4,7257	22,3322
	4	1,2327	1,5195	1,0096	1,0193	1,13	1,28	1,15	1,32	4,5223	20,4512
	5	1,2645	1,5990	0,9912	0,9825	1,13	1,28	1,43	2,04	4,8157	23,1910
	6	0,7823	0,6120	1,2187	1,4852	1,16	1,35	1,32	1,74	4,481	20,0794
										27,9453	
SUM.TOTAL		6,8806		7,2747		6,5500		7,2400		27,9453	
CUAD.SUM TOTAL		47,34265636		52,9213		42,9025		52,4176		195,5840	
SUM CUADRADOS			8,0799		8,9890		7,1683		8,86	33,0944	130,2497
PROMEDIO		1,1468		1,21245		1,0917		1,2067			

C	32,5392
SQMu	0,0582
SQMe	0,0233
SQ.TOTAL	0,5552
SQ.ERROR	0,4738

FV	GL	SQ	SQM	F experimental
MUESTREO	5	0,0582	0,0116	0,1228
MÉTODOS	1	0,0233	0,0233	0,2454
ERROR	5	0,4738	0,0948	
TOTAL	11	0,5552		
F Me (critico)				4,54
F Mu (critico)				3,29

UREA INDUSTRIAL LOTE 6610	n	METODO DE REFERENCIA				METODO PROPUESTO				SUM REP.	SUM REP CUAD.
	REPET	Ensayo 1	CUAD.	Ensayo 2	CUAD.	Ensayo 1	CUAD	Ensayo 2	CUAD		
	1	1,0652	1,1347	1,2478	1,5570	1,13	1,28	1,23	1,51	4,673	21,8369
	2	0,8872	0,7871	1,3576	1,8431	1,07	1,14	1,12	1,25	4,4348	19,6675
	3	1,1152	1,2437	1,4498	2,1019	1,00	1,00	0,99	0,98	4,555	20,7480
	4	1,0596	1,1228	1,0096	1,0193	1,11	1,23	1,15	1,32	4,3292	18,7420
	5	1,1559	1,3361	0,9912	0,9825	1,06	1,12	1,43	2,04	4,6371	21,5027
	6	0,9625	0,9264	1,2187	1,4852	1,10	1,21	1,32	1,74	4,6012	21,1710
										27,2303	
SUM.TOTAL		6,2456		7,2747		6,4700		7,2400		27,2303	
CUAD.SUM TOTAL		39,00751936		52,9213		41,8609		52,4176		186,2073	
SUM CUADRADOS			6,5507		8,9890		6,9875		8,86	31,3844	123,6681
PROMEDIO		1,0409		1,21245		1,0783		1,2067			

C	30,8954
SQMu	0,1392
SQMe	0,0216
SQ.TOTAL	0,4890
SQ.ERROR	0,3282

FV	GL	SQ	SQM	F experimental
MUESTREO	5	0,1392	0,0278	0,4240
MÉTODOS	1	0,0216	0,0216	0,3297
ERROR	5	0,3282	0,0656	
TOTAL	11	0,4890		
F Me (critico)				4,54
F Mu (critico)				3,29

UREA INDUSTRIAL LOTE 6642	n	METODO DE REFERENCIA				METODO PROPUESTO				SUM REP.	SUM REP CUAD.
	REPET	Ensayo 1	CUAD.	Ensayo 2	CUAD.	Ensayo 1	CUAD.	Ensayo 2	CUAD.		
	1	0,8468	0,7171	0,9934	0,9868	0,96	0,92	0,99	0,98	3,7902	14,3656
	2	1,0316	1,0642	0,9846	0,9694	1,04	1,08	1,00	1,00	4,0562	16,4528
	3	1,3712	1,8802	1,2354	1,5262	1,08	1,17	1,11	1,23	4,7966	23,0074
	4	1,3491	1,8201	1,2321	1,5181	1,05	1,10	1,21	1,46	4,8412	23,4372
	5	0,8467	0,7169	0,8845	0,7823	1,05	1,10	1,09	1,19	3,8712	14,9862
	6	1,1084	1,2286	1,1100	1,2321	1,12	1,25	1,07	1,14	4,4084	19,4340
										25,7638	
SUM.TOTAL		6,5538		6,44		6,3000		6,4700		25,7638	
CUAD.SUM TOTAL		42,95229444		41,4736		39,69		41,8609		165,9768	
SUM CUADRADOS			7,4270		7,0150		6,629		7,01	28,0803	111,6831
PROMEDIO		1,0923		1,073333333		1,0500		1,0783			

C	27,6572
SQMu	0,0056
SQMe	0,2636
SQ.TOTAL	0,4231
SQ.ERROR	0,1539

FV	GL	SQ	SQM	F experimental
MUESTREO	5	0,0056	0,0011	0,0362
MÉTODOS	1	0,2636	0,2636	8,5614
ERROR	5	0,1539	0,0308	
TOTAL	11	0,4231		
F Me (critico)				4,54
F Mu (critico)				3,29

21.5.2.1 TABLA 70. RESULTADOS FINALES EN CADA UNO DE LOS LOTES DE UREA INDUSTRIAL. ANÁLISIS DE VARIANZA (ANOVA).

	LOTE 6404	LOTE 6596	LOTE 6610	LOTE 6642	F	
VARIABLES	F EXP	F EXP	F EXP	F EXP	F EXP PROM	F CRITICO
MUESTREO	0,0532	0,1228	0,424	0,0362	0,1591	3,29
MÉTODOS	5,3128	0,2454	0,3297	8,5614	3,6123	4,54

21.5.3. Tabla 71. Sal refisal. Análisis de varianza (ANOVA).

SAL REFISAL LOTE 6577	n	METODO DE REFERENCIA				METODO PROPUESTO				SUM REP.	SUM REP CUAD.
		REPET	Ensayo 1	CUAD.	Ensayo 2	CUAD.	Ensayo 1	CUAD	Ensayo 2		
	1	0,0244	0,0006	0,0342	0,0012	0,10	0,01	0,11	0,01	0,2686	0,0721
	2	0,0242	0,0006	0,0256	0,0007	0,10	0,01	0,12	0,01	0,2698	0,0728
	3	0,0348	0,0012	0,0099	0,0001	0,12	0,01	0,10	0,01	0,2647	0,0701
	4	0,0432	0,0019	0,0921	0,0085	0,07	0,00	0,08	0,01	0,2853	0,0814
	5	0,0093	0,0001	0,0212	0,0004	0,13	0,02	0,12	0,01	0,2805	0,0787
	6	0,0246	0,0006	0,0454	0,0021	0,10	0,01	0,10	0,01	0,2700	0,0729
										1,6389	
SUM.TOTAL		0,1605		0,2284		0,6200		0,6300		1,6389	
CUAD.SUM TOTAL		0,0258		0,0522		0,3844		0,3969		0,8592	
SUM CUADRADOS			0,0049		0,0129		0,0662		0,07	0,1514	0,4480
PROMEDIO		0,0268		0,0381		0,1033		0,1050			

C	0,1119
SQMu	0,0313
SQMe	0,0001
SQ.TOTAL	0,0394
SQ.ERROR	0,0081

FV	GL	SQ	SQM	F experimental
MUESTREO	5	0,0313	0,0063	3,8710
MÉTODOS	1	0,0001	0,0001	0,0487
ERROR	5	0,0081	0,0016	
TOTAL	11	0,0394		
F Me (critico)				4,54
F Mu (critico)				3,29

SAL REFISAL LOTE 6647	n	METODO DE REFERENCIA				METODO PROPUESTO				SUM REP.	SUM REP CUAD.
	REPET	Ensayo 1	CUAD.	Ensayo 2	CUAD.	Ensayo 1	CUAD	Ensayo 2	CUAD		
	1	0,0198	0,0004	0,0034	0,0000	0,10	0,01	0,11	0,01	0,2332	0,0544
	2	0,0238	0,0006	0,0245	0,0006	0,09	0,01	0,08	0,01	0,2183	0,0477
	3	0,0293	0,0009	0,0265	0,0007	0,12	0,01	0,10	0,01	0,2758	0,0761
	4	0,0489	0,0024	0,0321	0,0010	0,08	0,01	0,09	0,01	0,2510	0,0630
	5	0,0000	0,0000	0,0243	0,0006	0,10	0,01	0,09	0,01	0,2143	0,0459
	6	0,0049	0,0000	0,0143	0,0002	0,07	0,00	0,08	0,01	0,1692	0,0286
										1,3618	
SUM.TOTAL		0,1267		0,1251		0,5600		0,5500		1,3618	
CUAD.SUM TOTAL		0,0161		0,0157		0,3136		0,3025		0,6478	
SUM CUADRADOS			0,0042		0,0031		0,0538		0,05	0,1123	0,3157
PROMEDIO		0,0211		0,0209		0,0933		0,0917			

C	0,0773
SQMu	0,0307
SQMe	0,0016
SQ.TOTAL	0,0350
SQ.ERROR	0,0027

FV	GL	SQ	SQM	F experimental
MUESTREO	5	0,0307	0,0061	11,5354
MÉTODOS	1	0,0016	0,0016	3,0879
ERROR	5	0,0027	0,0005	
TOTAL	11	0,0350		
F Me (critico)				4,54
F Mu (critico)				3,29

SAL REFISAL LOTE 6696	n	METODO DE REFERENCIA				METODO PROPUESTO				SUM REP.	SUM REP CUAD.
	REPET	Ensayo 1	CUAD.	Ensayo 2	CUAD.	Ensayo 1	CUAD	Ensayo 2	CUAD		
	1	0,0147	0,0002	0,0176	0,0003	0,13	0,02	0,12	0,01	0,2823	0,0797
	2	0,0343	0,0012	0,0234	0,0005	0,07	0,00	0,08	0,01	0,2077	0,0431
	3	0,0241	0,0006	0,0199	0,0004	0,10	0,01	0,10	0,01	0,244	0,0595
	4	0,0000	0,0000	0,0045	0,0000	0,10	0,01	0,11	0,01	0,2145	0,0460
	5	0,0298	0,0009	0,0367	0,0013	0,06	0,00	0,05	0,00	0,1765	0,0312
	6	0,0149	0,0002	0,0192	0,0004	0,10	0,01	0,09	0,01	0,2241	0,0502
										1,3491	
SUM.TOTAL		0,1178		0,1213		0,5600		0,5500		1,3491	
CUAD.SUM TOTAL		0,0139		0,0147		0,3136		0,3025		0,6447	
SUM CUADRADOS			0,0031		0,0030		0,0554		0,05	0,1150	0,3098
PROMEDIO		0,0196		0,0202		0,0933		0,0917			

C	0,0758
SQM _u	0,0316
SQM _e	0,0016
SQ.TOTAL	0,0391
SQ.ERROR	0,0059

FV	GL	SQ	SQM	F experimental
MUESTREO	5	0,0316	0,0063	5,3377
MÉTODOS	1	0,0016	0,0016	1,3522
ERROR	5	0,0059	0,0012	
TOTAL	11	0,0391		
F Me (critico)				4,54
F Mu (critico)				3,29

SAL REFISAL LOTE 6707	n	METODO DE REFERENCIA				METODO PROPUESTO				SUM REP.	SUM REP CUAD.
		REPET	Ensayo 1	CUAD.	Ensayo 2	CUAD.	Ensayo 1	CUAD	Ensayo 2		
1	0,0100	0,0001	0,0110	0,0001	0,10	0,01	0,12	0,01	0,2410	0,0581	
2	0,0174	0,0003	0,0200	0,0004	0,06	0,00	0,05	0,00	0,1474	0,0217	
3	0,0048	0,0000	0,0132	0,0002	0,13	0,02	0,09	0,01	0,2380	0,0566	
4	0,0398	0,0016	0,0298	0,0009	0,10	0,01	0,08	0,01	0,2496	0,0623	
5	0,0048	0,0000	0,0087	0,0001	0,09	0,01	0,09	0,01	0,1935	0,0374	
6	0,0080	0,0001	0,0056	0,0000	0,10	0,01	0,12	0,01	0,2336	0,0546	
									1,3031		
SUM.TOTAL		0,0848		0,0883		0,5800		0,5500	1,3031		
CUAD.SUM TOTAL		0,0072		0,0078		0,3364		0,3025	0,6539		
SUM CUADRADOS			0,0021		0,0017		0,0586		0,05	0,1163	0,2908
PROMEDIO		0,0141		0,0147		0,0967		0,0917			

C	0,0708
SQM _u	0,0382
SQM _e	0,0019
SQ.TOTAL	0,0455
SQ.ERROR	0,0054

FV	GL	SQ	SQM	F experimental
MUESTREO	5	0,0382	0,0076	7,1215
MÉTODOS	1	0,0019	0,0019	1,8050
ERROR	5	0,0054	0,0011	
TOTAL	11	0,0455		
F Me (critico)				4,54
F Mu (critico)				3,29

TABLA 72. RESULTADOS FINALES EN CADA UNO DE LOS LOTES DE SAL REFISAL. ANÁLISIS						
DE VARIANZA	LOTE 6577	LOTE 6647	LOTE 6696	LOTE 6707	F	
VARIABLES	F EXP	F EXP	F EXP	F EXP	F EXP PROM	F CRÍTICO
MUESTREO	3.8710	11,5354	5,3377	7,1215	6,9664	3,29
MÉTODOS	0,0487	3,0879	1,3522	1,805	1,5735	4,54

21.6. PRECISIÓN:

La precisión de las distintas muestras de materia prima: torta de soya, urea industrial y sal refisal, se evaluó por medio de la repetibilidad y precisión intermedia.

La reproducibilidad no se pudo llevar a cabo, ya que es demasiado limitado tener en cuenta los estudios interlaboratoriales para la estandarización y validación de las distintas metodologías.

21.6.1. Repetibilidad:

Cada uno de los resultados por lote fue realizado por sextuplicado y corresponden a ensayos realizados el mismo día, muestra, equipo y analista (Charles Martínez).

21.6.1.1. Tabla 73. Torta de Soya. Precisión. Repetibilidad.

LOTE	6476	6519	6210	6621
% HUMEDAD	11,1100	10,8100	10,0250	9,3767
STD	0,0837	0,0573	0,0602	0,0516
%CV	0,7531	0,5298	0,6010	0,5507
CRITERIO DE ACEPTACIÓN %CV	≤ 10%			

21.6.1.2. Tabla 74. Urea Industrial. Precisión. Repetibilidad.

LOTE	6404	6596	6610	6642
% HUMEDAD	1,0717	1,0917	1,0783	1,0500
STD	0,0624	0,0598	0,0462	0,0529
%CV	5,8249	5,4783	4,2866	5,0395
CRITERIO DE ACEPTACIÓN %CV	≤ 10%			

21.6.1.3. Tabla 75. Sal Refisal. Precisión. Repetibilidad.

LOTE	6577	6647	6696	6707
% HUMEDAD	0,1033	0,0933	0,0933	0,0967
STD	0,0207	0,0175	0,0250	0,0225
%CV	19,9896	18,7628	26,8214	23,2854
CRITERIO DE ACEPTACIÓN %CV	≤ 10%			

Como se puede apreciar en los resultados para los diferentes lotes de sal refisal, el %CV encontrado no se encuentra dentro del criterio de aceptación $\leq 10\%$ ²⁸. Pero si tenemos en cuenta que $CV = s / X * 100$ y que la desviación estándar (s) mide la dispersión de los resultados frente a la media, estos valores iban a denotarse por un alto valor, puesto que la misma (s) se encuentra de un orden de 10^{-2} . Además si se comparan con los %CV del método de referencia la mejora se refleja enormemente ya que estos valores superan el 40%. Una manera de demostrar que estos valores tan pequeños correspondientes a desviación estándar (s) y media (X) se reflejan tan elevadamente, es codificando los mismos. A cada uno de los resultados por cada lote analizado le sumaremos un valor específico de diez (10) de manera que el cambio en el resultado sea el mismo sin alterar la dispersión de la variabilidad respecto a la media.

21.6.1.4. Tabla 76. Sal Refisal Codificada. Precisión. Repetibilidad.

LOTE	6577	6647	6696	6707
% HUMEDAD	10,1033	10,0933	10,0933	10,0967
STD	0,0207	0,0175	0,0250	0,0225
%CV	0,2044	0,1735	0,2480	0,2229
CRITERIO DE ACEPTACIÓN %CV	≤ 10%			

Como se puede observar los porcentaje de coeficiente de variación (%CV), ya no poseen valores elevados, demostrando así que los valores iniciales de media y desviación estándar tan pequeños eran los que producían ese tipo de resultados.

21.6.2. Precisión intermedia:

Para determinar la precisión intermedia se realizan los ensayos a la misma muestra (por matriz a analizar), sometida al mismo procedimiento, instrumento (Balanza Halógeno HR73), instalación y con diferente analista. Los ensayos se hicieron por sextuplicado y se tomo aleatoriamente un lote de cada matriz.

21.6.2.1. Tabla 77. Torta de Soya. LOTE 6476. Precisión intermedia. Analista I, Fabio Sánchez.

Análisis	Tiempo ‘	peso inicial	%humedad	peso final
1	25	4,0110	11,17	3,5670
2	25	4,0010	10,95	3,5630
3	25	4,0060	11,08	3,5620
4	25	4,0090	11,27	3,5570
5	25	4,0090	11,12	3,5630
6	25	4,0070	11,16	3,5600
PROMEDIO		4,0072	11,1250	3,5620
STD		0,0035	0,1067	0,0033
% CV		0,0870	0,9593	0,0940
Dato mayor			11,2700	
Dato menor			10,9500	
Rango			0,3200	

21.6.2.2. Tabla 78. Torta de Soya. LOTE 6476. Precisión intermedia. Analista II, Mauricio Delatorre.

Análisis	tiempo ´	peso inicial	%humedad	peso final
1	25	4,0890	10,99	3,6440
2	25	4,0090	11,05	3,5740
3	25	4,1490	10,98	3,6970
4	25	4,0440	11,05	3,5970
5	25	4,0500	11,10	3,6100
6	25	4,0850	11,06	3,6330
PROMEDIO		4,0710	11,0383	3,6258
STD		0,0482	0,0454	0,0429
%CV		1,1841	0,4108	1,1840
Dato mayor			11,1000	
Dato menor			10,9800	
Rango			0,1200	

21.6.2.3. Tabla 79. Torta de Soya. LOTE 6476. Precisión intermedia Analista III, Alfonso Mejía.

Análisis	tiempo ‘	peso inicial	%humedad	peso final
1	25	4,0020	11,04	3,5690
2	25	4,0110	11,19	3,5620
3	25	4,0130	11,17	3,5630
4	25	4,0130	11,18	3,5630
5	25	4,0050	11,15	3,5510
6	25	4,0030	11,22	3,5540
PROMEDIO		4,0078	11,1583	3,5603
STD		0,0051	0,0624	0,0066
%CV		0,1267	0,5594	0,1860
Dato mayor			11,2200	
Dato menor			11,0400	
Rango			0,1800	

21.6.2.4 TABLA 80 SIMPLIFICADA DE RESULTADOS			
lote 6476	analista I	analista II	analista III
PROMEDIO	11,1250	11,0383	11,1583
STD	0,1067	0,0454	0,0624
% CV	0,9593	0,4108	0,5594

21.6.2.5. Tabla 81. Urea industrial. LOTE 6610. Precisión intermedia. Analista I, Fabio Sánchez.

Análisis	tiempo ‘	peso inicial	%humedad	peso final
1	35	5,0160	1,02	4,9650
2	35	5,0340	1,07	4,9800
3	35	5,0780	1,12	5,0210
4	35	5,0530	1,17	4,9940
5	35	5,0840	1,12	5,0270
6	35	5,0300	1,05	4,9770
PROMEDIO		5,0492	1,0917	4,9940
STD		0,0274	0,0549	0,0251
%CV		0,5429	5,0312	0,5021
Dato mayor			1,1700	
Dato menor			1,0200	
Rango			0,1500	

21.6.2.6. Tabla 82. Urea industrial. LOTE 6610. Precisión intermedia. Analista II, Mauricio Delatorre.

Análisis	tiempo ´	peso inicial	%humedad	peso final
1	35	5,0800	0,94	5,0320
2	35	5,0230	0,92	4,9770
3	35	5,1060	0,92	5,0590
4	35	5,0170	0,92	4,9710
5	35	5,1520	0,89	5,1060
6	35	5,0910	0,81	5,0500
PROMEDIO		5,0782	0,9000	5,0325
STD		0,0513	0,0469	0,0515
%CV		1,0110	5,2116	1,0238
Dato mayor			0,9400	
Dato menor			0,8100	
Rango			0,1300	

21.6.2.7. Tabla 83. Urea industrial. LOTE 6610. Precisión intermedia. Analista III, Alfonso Mejía.

Análisis	tiempo ‘	peso inicial	%humedad	peso final
1	35	5,0040	1,10	4,9490
2	35	5,0080	1,20	4,9480
3	35	5,0030	1,04	4,9510
4	35	5,0110	1,10	4,9560
5	35	5,0050	1,12	4,9490
6	35	5,0030	1,08	4,9490
PROMEDIO		5,0057	1,1067	4,9503
STD		0,0032	0,0532	0,0029
%CV		0,0640	4,8042	0,0595
Dato mayor			1,2000	
Dato menor			1,0400	
Rango			0,1600	

21.6.2.8 TABLA 84 SIMPLIFICADA DE RESULTADOS. Precisión intermedia. LOTE 6610			
	analista I	analista II	analista III
PROMEDIO	1,0917	0,9000	1,1067
STD	0,0549	0,0469	0,0532
%CV	5,0312	5,2116	4,8042

21.6.2.9. Tabla 85. Sal refisal. LOTE 6707.Precision intermedia. Analista I, Fabio Sánchez.

Análisis	Tiempo ‘	peso inicial	%humedad	peso final
1	02:00	3,0330	0,11	3,0321
2	02:00	3,0085	0,08	3,0076
3	02:00	3,1249	0,09	3,1240
4	02:00	3,1176	0,10	3,1167
5	02:00	3,0105	0,12	3,0098
6	02:00	3,0768	0,07	3,0759
PROMEDIO		3,0619	0,0950	3,0610
STD		0,0522	0,0187	0,0522
%CV		1,7047	19,6929	1,7039
Dato mayor			0,1200	
Dato menor			0,0700	
Rango			0,0500	

21.6.2.10. Tabla 86. Sal refisal. Precisión intermedia. LOTE 6707. Analista II, Mauricio Delatorre.

Análisis	Tiempo '	peso inicial	%humedad	peso final
1	02:00	3,0000	0,12	2,9978
2	02:00	3,0363	0,09	3,0354
3	02:00	3,1552	0,10	3,1542
4	02:00	3,1094	0,07	3,1087
5	02:00	3,1387	0,11	3,1376
6	02:00	3,0876	0,07	3,0869
PROMEDIO		3,0879	0,0933	3,0868
STD		0,0599	0,0207	0,0603
%CV		1,9410	22,1313	1,9527
Dato mayor			0,1200	
Dato menor			0,0700	
Rango			0,0500	

21.6.2.11. Tabla 87. Sal refisal. LOTE 6707. Precisión intermedia. Analista III, Alfonso Mejía.

Análisis	Tiempo ‘	peso inicial	%humedad	peso final
1	02:00	3,1533	0,13	3,1520
2	02:00	3,0987	0,09	3,0978
3	02:00	3,0863	0,10	3,0853
4	02:00	3,1574	0,11	3,1563
5	02:00	3,1121	0,07	3,1114
6	02:00	3,1084	0,08	3,1076
PROMEDIO		3,1194	0,0967	3,1184
STD		0,0293	0,0216	0,0292
%CV		0,9392	22,3474	0,9350
Dato mayor			0,1300	
Dato menor			0,0700	
Rango			0,0600	

21.6.2.12. Tabla 88. Urea industrial. LOTE6610.
 TABLA SIMPLIFICADA DE RESULTADOS.
 Precisión intermedia.

	analista 1	analista 2	analista 3
PROMEDIO	0,0950	0,0933	0,0967
STD	0,0187	0,0207	0,0216
%CV	19,6929	22,1313	22,3474

21.7. LÍMITES DE CONFIANZA DEL MÉTODO:

Los límites de confianza implican que podemos afirmar con un grado de probabilidad, que el intervalo de confianza si incluye el valor verdadero. Por supuesto, el tamaño del intervalo de confianza dependerá de la certeza de que queramos tener que se incluya el valor verdadero, cuando más grande sea la certeza, mas grande será el intervalo requerido.

Para nuestro caso trabajaremos con una probabilidad del 95% en cada una de las matrices a analizar.

Aplicando:

$X - 1,96 (\alpha / (n) ^{1/2}) < \mu < X + 1,96 (\alpha / (n) ^{1/2})$; para $n \geq 50$, donde:

X= promedio, α =desviación estándar (s) cuando $n \geq 50$, μ =límite de confianza y n= número de ensayos.

Pero a medida que el tamaño de la muestra se hace más pequeño, la incertidumbre al utilizar la desviación estándar (s) aumenta. Para nuestro caso, el tamaño muestral se reduce ($n=6$ (número de ensayos)), de manera que utilizaremos la ecuación modificada que esta dada por el parámetro establecido:

$\mu = X \pm t (s/(n)^{1/2})$; donde t esta dado por n-1 grados de libertad

Valores de t para intervalos de confianza. ²⁷

Grados de libertad	95%
1	12,71
2	4,3
3	3,18
4	2,78
5	2,57
10	2,23
20	2,09

30	2,04
50	2,01
100	1,98

Como el valor de $n=6$ no se encuentra en la tabla, interpolamos entre los valores de 5 y 10 grados de libertad para encontrar el valor de t al 95%.

El valor encontrado de t es de 2,50 para 6 grados de libertad.

Estableceremos los límites de confianza, de acuerdo al porcentaje de humedad obtenido por cada lote de matriz realizada por sextuplicado, que se analizaron por el método propuesto, estableciendo así, si los resultados por éste método se encuentran, entre el límite de confianza dado por el promedio del porcentaje de humedad en el método de referencia.

Por consiguiente también se tendrá en cuenta los pesos iniciales de cada una de las matrices analizadas, para establecer el rango apropiado para el pesaje en el método propuesto y que no presente variabilidad alguna en el resultado final.

21.7.1. Tabla 89. Torta de soya. Límites de confianza.

Variables	MUESTRA 1-LOTE 6210	MUESTRA 2-LOTE 6476	MUESTRA 3-LOTE 6519	MUESTRA 4-LOTE 6621
	METODO PROPUESTO	METODO PROPUESTO	METODO PROPUESTO	METODO PROPUESTO
PROMEDIO	10,0250	11,1100	10,8100	9,3767
STD	0,0602	0,0837	0,0573	0,0516
$t (s/(n)^{1/2})$	0,0614	0,0854	0,0585	0,0527
$X \pm t (s/(n)^{1/2})$	10,025 \pm 0,0614	11,1100 \pm 0,0854	10,8100 \pm 0,0885	9,3767 \pm 0,0527
PROM MET REF	10,036	11,1644	10,8437	9,4247

TABLA DE RESULTADOS PARA PESOS INICIALES EN CADA UNO DE LOS LOTES DE TORTA DE SOYA				
Lotes	MUESTRA 1-LOTE 6476	MUESTRA 2-LOTE 6519	MUESTRA 3-LOTE 6210	MUESTRA 4-LOTE 6621
Análisis	peso inicial	peso inicial	peso inicial	peso inicial
PROMEDIO	4,0692	4,0578	3,9818	4,0248
STD	0,1119	0,1067	0,0700	0,1088

PROMEDIO FINAL	4,0334
STD FINAL	0,0994

21.7.2. Tabla 90. Urea industrial. Límites de confianza.

Variables	<i>MUESTRA 1-LOTE 6404</i>	<i>MUESTRA 2-LOTE 6596</i>	<i>MUESTRA 3-LOTE 6610</i>	<i>MUESTRA 4-LOTE 6642</i>
	METODO PROPUESTO	METODO PROPUESTO	METODO PROPUESTO	METODO PROPUESTO
PROMEDIO	1,0717	1,0917	1,0783	1,0500
STD	0,0624	0,0698	0,0462	0,0529
t (s/(n) ^{1/2})	0,0637	0,0610	0,0472	0,0540
X ± t (s/(n) ^{1/2})	1,0717 ± 0,0637	1,0917 ± 0,0610	1,0783 ± 0,0472	1,0500 ± 0,0540
PROM.MET REF	1,1299	1,1468	1,0409	1,0923

TABLA DE RESULTADOS PARA PESOS INICIALES EN CADA UNO DE LOS LOTES DE UREA INDUSTRIAL				
Lotes	<i>MUESTRA 1-LOTE 6404</i>	<i>MUESTRA 2-LOTE 6596</i>	<i>MUESTRA 3-LOTE 6610</i>	<i>MUESTRA 4-LOTE 6642</i>
Análisis	peso inicial	peso inicial	peso inicial	peso inicial
PROMEDIO	5,0207	5,04	5,004	5,0947
STD	0,0961	0,1177	0,1119	0,1278

PROMEDIO FINAL	5,0399
STD FINAL	0,1134

21.7.3. Tabla 91. Sal refisal. Límites de confianza.

Variables	<i>MUESTRA 1-LOTE 6577</i>	<i>MUESTRA 2-LOTE 6647</i>	<i>MUESTRA 3-LOTE 6696</i>	<i>MUESTRA 4-LOTE 6707</i>
	METODO PROPUESTO	METODO PROPUESTO	METODO PROPUESTO	METODO PROPUESTO
PROMEDIO	0,1033	0,1000	0,0933	0,0967
STD	0,0207	0,0316	0,0250	0,0225
t (s/(n) ^{1/2})	0,0211	0,0323	0,0255	0,0230
X ± t (s/(n) ^{1/2})	0,1033 ± 0,0211	0,1000 ± 0,0323	0,0933 ± 0,0255	0,0967 ± 0,0230
PROM.MET REF	0,0267	0,0211	0,0196	0,0141

TABLA DE RESULTADOS PARA PESOS INICIALES EN CADA UNO DE LOS LOTES DE SAL REFISAL				
Lotes	<i>MUESTRA 1-LOTE 6577</i>	<i>MUESTRA 2-LOTE 6647</i>	<i>MUESTRA 3-LOTE 6696</i>	<i>MUESTRA 4-LOTE 6707</i>
Análisis	peso inicial	peso inicial	peso inicial	peso inicial
PROMEDIO	3,0953	3,1328	3,0943	3,1107
STD	0,0732	0,1014	0,0557	0,1038

PROMEDIO FINAL	3,1083
STD FINAL	0,0835

22. ANÁLISIS DE RESULTADOS

Teniendo en cuenta cada una de las diferentes pruebas de significancia que se realizaron para la posterior estandarización y validación, los resultados de las distintas matrices que se analizaron por sextuplicado a cuatro lotes distintos, son los siguientes:

Criterio de Chauvenet:

Para la torta de soya, en la Tabla 52, encontramos los valores en promedio de Z mayor: 1,2131 y Z menor: -1,3446.

Para la urea industrial encontramos que la Tabla 53, presenta valores en promedio de Z mayor: 1,2495 y Z menor: -1,5596

En la Tabla 54, se presenta los valores promedio que produjo el análisis a la sal refisal, con valores de Z mayor: 1,4402 y Z menor: -1,4761.

Cada uno de los Z encontrados en las distintas materias primas se ubicaron dentro del rango establecido de $Z: \pm 1,73$ para una probabilidad del 95% y $n=6$ (número de replicas), descartando así, la oportunidad de rechazar cualquier valor anómalo.

COMPARACIÓN DE LAS MEDIAS DE DOS MUESTRAS:

Para la torta de soya en la tabla 55, el valor de t experimental promedio es de 0,3094, la urea industrial, presenta un valor de t experimental promedio de 0,0701 reflejado en la tabla 56 y la sal refisal en la tabla 57, un valor de t experimental promedio de -2,4370.

El valor crítico de t observado es de 2,23 (ver anexo 4, tabla A.1 la distribución t), ya que los grados de libertad, en cada uno de los análisis de las matrices es 10 para una $P=95\%$, y está dado por: $t = n_1 + n_2 - 2$.²⁶

LA PRUEBA F PARA LA COMPARACIÓN DE DESVIACIONES ESTÁNDAR:

Como la hipótesis nula planteada es: *“la precisión del método propuesto ó experimental es significativamente más grande, que la del método de referencia”*, utilizaremos la prueba de una cola. (Ver anexo 5, tabla A.2 valores críticos para prueba de una cola con P=95%).

Para la torta de soya en la tabla 58, el valor de F experimental es 8,22, la urea industrial en la tabla 59, presenta un valor de F experimental de 12,27. Como los valores de F experimentales en cada una de las matrices anteriores es mayor al valor crítico de F observado (5,05) Ver anexo 5, eso nos confirma que el método propuesto, es más preciso que el método de referencia, por lo tanto se acepta la hipótesis nula.

Para la sal refisal en la tabla 60, el valor de F experimental es menor (2,78) al valor crítico de F observado (5,05) Ver anexo 5, eso nos confirma que el método propuesto, no es más preciso que el método de referencia, por lo tanto no se acepta la hipótesis nula; sin embargo hay que tener en cuenta que los valores de las desviaciones estándar (STD) son muy ínfimos del orden 10^{-2} , que no alcanzarían valores superiores al F observado (5,05, prueba de una cola) elevándolos al cuadrado como resultado de cociente, por ello no era de esperar, de antemano, que la varianza de un método deba ser mayor que la del otro. Por eso utilizaremos la prueba de dos colas en donde la razón entre una varianza y otra podría ser mayor que 1. Como el valor de F experimental (2,78) sigue siendo menor al valor de F observado (7,146) (Ver anexo 6, tabla A.3 prueba de dos colas), pero mayor que 1, nos confirma que **NO HAY DIFERENCIA SIGNIFICATIVA ENTRE SUS VARIANZAS** a un nivel del 95% y por lo tanto los resultados se pueden valorar y aplicar frente al método de referencia.

EXACTITUD:

En la tabla 62, para los distintos lotes de torta de soya, el Zscore experimental promedio fue inferior a 2 (0,4855), por lo tanto se puede concluir que los distintos resultados son aceptables para el rango de un nivel de confianza del 95% y que el método propuesto es exacto al método de referencia.

Para el caso de la urea industrial, la tabla 64, nos indica el Zscore experimental promedio que se encontró, con un valor de 0,1755 por lo tanto se puede concluir que los distintos resultados son aceptables, ya que su valor es inferior a 2, para el rango de un nivel de confianza del 95% y a su vez el método propuesto es exacto al método de referencia para la matriz de urea industrial.

Por último en los lotes de sal refisal, la tabla 66, nos indica que el Zscore experimental promedio que se encontró fue mayor a 2 (2,8019), por lo tanto no podemos concluir, que los distintos resultados sean aceptables para el rango en un nivel de confianza del 95% y que el método propuesto sea exacto al método de referencia. Pero la mejora en cuanto a desviación estándar y coeficiente de variación es notoria (tabla 51), aunque los resultados en % de humedad se alejen del valor de referencia, ya que estos son demasiados ínfimos y la verdad no garantizan confianza, por el simple hecho de que los analistas en LEVAPAN, utilizan tan solo dos cifras significativas y existen valores en el orden de cero (tabla 35-lote 6577, tabla 36-lote 6647, tabla 37-lote 6696 y tabla 38-lote 6707), algo preocupante a la hora de presentar resultados en procesos de elaboración en alimentos.

ANÁLISIS DE VARIANZA (ANOVA):

La tabla 68, nos muestra el resultado final de cada uno de los lotes de torta de soya que se analizaron por el test de Anova, los F experimental promedio que se obtuvieron fueron: F muestreo (F Mu):0,5030 y F método (F

Me):4,2242. Como los valores críticos que se encontraron en el anexo 7, fueron F crítico muestreo: 3,29 y F crítico método: 4, 54 ambos resultados mayores a los experimentales, se concluye que no existe diferencia significativa entre la interacción muestreo-metodología.

Para la urea industrial, los resultados de la tabla 70, indican que el promedio de F muestreo (F Mu): 0,1591 y F método (F Me): 3,6123 se encuentran dentro de los parámetros críticos encontrados en el anexo 7 (F crítico muestreo: 3,29 y F crítico método: 4, 54), concluyendo que no existe diferencia significativa entre muestreo-metodología.

Para la sal refisal, en la tabla 72, encontramos los valores promedio de F muestreo (F Mu): 6,9664 y F método (F Me): 1,5735 de acuerdo a los valores críticos encontrados en el anexo 7 (el F crítico muestreo: 3,29 y F crítico método: 4,54), se puede concluir claramente que el F muestreo es completamente mayor al F crítico, lo que nos indica que existe diferencia significativa en el muestreo pero que por los valores tan pequeños en el % de humedad no inciden directamente para el rango específico de aceptación de la sal refisal que es de 0-0,5% en humedad; además lo verdaderamente importante que se puede resaltar es que para la metodología propuesta, la diferencia no existe al método de referencia, pues el F método experimental promedio (1,5735), es completamente aceptable dentro del rango del F crítico (4,54).

REPETIBILIDAD:

Cada uno de los lotes de las diferentes matrices analizadas, presentó buena repetibilidad en cuanto al coeficiente de variación, donde el criterio de aceptación es del 10%, que es adecuado para este tipo de validación y se involucran muestras no homogéneas. Se puede evidenciar que la variación entre los resultados es pequeña lo que permite fijar que los métodos son confiables entre los resultados y que no existe errores de tipos sistemáticos para el ejercicio del analista.

Para la torta de soya el promedio fue de 0,6086%. Tabla 73.

Para la urea industrial el promedio fue de 5,1573%. Tabla 74.

Para la sal refisal el promedio fue de 23,2854% que codificado 0,2229%. Tabla 76.

Precisión intermedia:

Para la torta de soya, observando los resultados, podemos afirmar que los valores del promedio de humedad se aproximan al valor dado por el método de referencia que es de 11,1644 (tabla 10), siendo el analista III el más cercano al valor establecido.

La desviación estándar (STD), del analista I (tabla 77) fue la de mayor amplitud 0,1067, mientras que la de los analistas II, III fue de 0,0454 y 0,0624 respectivamente (tablas 78 y 79), concluyendo así que el analista I pudo haber cometido algún error en el proceso, mas sin embargo el promedio oscilo entre 0,0715 (Tabla 80), sin superar el 0,1% a pesar del percance del analista I.

Por otro lado los coeficientes de variación no superaron el 1%, donde nuevamente el analista I sobresale por el máximo valor 0,9593 (Tabla 77), los analistas II, III obtuvieron un menor rango de diferencia respecto al analista I, con valores de 0,4108 y 0,5594 (tabla 78 y 79), el promedio fue de 0,6431% (tabla 80) muy notorio si se tiene en cuenta que el máximo valor de este criterio de aceptación se ha definido por algunos autores, del 10%.²⁸

Del análisis realizado por los diferentes analistas se puede decir que la metodología propuesta tiene alta precisión, evidenciándose por los resultados que presentaron los coeficientes de variación y que de ninguna manera superaron el parámetro establecido.

En cuanto a los datos de la urea industrial, los ensayos para el promedio del % humedad realizado por los analistas se acercaron al valor fijado por el método de referencia que es de 0,9798 (tabla 27). Los valores de los analistas I y III se encontraron por encima del valor de referencia, mientras que el valor del analista 2 se encontró por debajo del mismo, algo normal si tenemos en cuenta que la no homogeneidad de la muestra influye demasiado en el proceso termo gravimétrico.

Para la urea industrial, las desviaciones estándar (STD) se mantuvieron en el mismo rango para los analistas I, III con valores de 0,0549 y 0,0532 (tablas 81 y 83), para el analista II se encontró en un grado menor 0,0469. El promedio osciló en 0,0516 (tabla 84) muy notorio si lo comparamos con el del método de referencia que fue de 0,1244 (tabla 27). La dispersión de los resultados frente a la media es mínima en el método propuesto.

Los %CV para los analistas I, II, III fueron satisfactorios con valores de 5,0312, 5,2116, 4,8042 respectivamente (tabla 84) y mejoró en comparación con el del método de referencia que fue de 12,6941 (tabla 27). Para el método propuesto el %CV se ubica dentro del criterio de aceptación $\leq 10\%$ y la metodología se hace precisa y confiable en cada uno de sus resultados.

En los resultados para la sal refisal el % humedad en cada uno de los análisis hechos por los diferentes analistas I, II, III tuvo buena reproducibilidad, ya que se mantuvieron en un rango mínimo de diferencia con valores de 0,0950, 0,0933 y 0,0967 (tabla 88). A pesar de que el valor dado por el método de referencia es menor 0,0141 (tabla 39), los parámetros establecidos para esta metodología dan coeficientes de variación mucho menores que como se puede apreciar oscila el promedio entre 21,3905% (tabla 88), ya que el dado por el método de referencia es de 94,8308% (tabla

39) demasiado alto, resaltando que los demás lotes se encuentran por encima del 40%.

De ahí a que no se modifique ningún parámetro para el proceso de secado en la balanza de halógeno HR73 y que aunque la diferencia en la humedad sea algo notoria, no implica, ya que las cantidades de agua son mínimas y no alcanzan la quinta parte de la especificación correspondiente que es de 0-0,5%% de contenido de agua base húmeda.

Aunque los %CV no se encuentre dentro del criterio de aceptación, como se explico en la parte de repetibilidad, se deben a que los valores de desviación estándar (STD) y promedio de % humedad son pequeños, pero que en diferencia a los del método de referencia son verdaderamente mejores.

En conclusión la metodología propuesta es confiable para su precisión de resultados.

LIMITES DE CONFIANZA:

Para la torta de soya en los resultados apreciamos que en el intervalo de confianza del método propuesto de cada uno de los lotes de torta de soya, se encuentra el valor dado por el método de referencia, evidenciando así que no existe diferencia estadística alguna entre las dos medias de % humedad, a un nivel de confianza de $p = 0,95$ concluyendo que el método de medición es exacto a este nivel y bajo estas condiciones. Se establece que el rango para la matriz torta de soya en la pesada para el análisis en la balanza halógeno es de $4 \pm 0,1$ gramos (tabla 89).

Para la urea industrial de acuerdo a los resultados, en el intervalo de confianza del método propuesto de cada uno de los lotes de urea industrial, se verifica que el valor dado por el método de referencia, se encuentra dentro de los límites superior e inferior, evidenciando así que no existe diferencia estadística alguna entre las dos medias de % humedad, a un nivel de confianza de $p = 0,95$ concluyendo que el método de medición es exacto a este nivel y bajo estas condiciones. Se establece que el rango para la

matriz urea industrial en la pesada para el análisis en la balanza halógeno es de $5 \pm 0,1$ gramos (tabla 90).

Para la sal refisal los resultados de los intervalos de confianza no abarcan el valor dado por el método de referencia, ya que se presentan valores del orden de cero en algunos lotes de sal refisal arrojados como resultado de ensayo por este método, el cual son inconsistentes si hablamos de esta matriz, ya que por pequeña que sean las cantidades de agua y la forma como se encuentren adheridas a la muestra, estas deben ser reconocidas en parcial totalidad. Por eso no se modificaran los parámetros establecidos en la balanza halógeno en cuanto a tiempo, temperatura y peso de matriz y por consiguiente los resultados estadísticos lo respaldan y dan a su vez credibilidad de mejora en el método propuesto. Se establece que el rango para la matriz sal refisal en la pesada para el análisis en la balanza halógeno es de $3 \pm 0,1$ gramos (tabla 91).

23. CONCLUSIONES

- ✓ Se verificó correctamente mediante los estudios de estandarización y validación, la implementación de nuevas metodologías para la determinación del porcentaje de humedad de torta de soya, urea industrial y sal refisal, en la balanza de tipo halógeno HR73.
- ✓ Se tuvo en cuenta los libros de especificación y manual de análisis fisicoquímico, en materias primas de la compañía, para elegir adecuadamente las distintas matrices a analizar, para el desarrollo de la técnica.
- ✓ Se aumentó la productividad del laboratorio al implementar técnicas automáticas en equipos que se encuentran subutilizados, acortando notablemente tiempos de análisis.
- ✓ Para la torta de soya se redujeron tiempos de 16 horas a 25 minutos.
- ✓ Para la urea industrial se redujeron tiempos de 16 horas a 35 minutos.
- ✓ Para la sal refisal se redujeron tiempos de 16 horas a 2 minutos.
- ✓ Por los tiempos de análisis que se obtuvieron en la balanza de tipo halógeno HR73 en las diferentes matrices estudiadas, no existirá el inconveniente de liberar por emergencia (utilizar sin su respectivo análisis fisicoquímico) ningún lote, ya que estos pueden presentar resultados no conformes a las especificaciones correspondientes de la compañía y por ende facilitar los problemas en los distintos procesos productivos.

- ✓ Se utilizaron adecuadamente varios análisis estadísticos entre los que se encuentra: Criterio de Chauvenet, comparación de dos medias, la prueba F para la comparación de desviaciones estándar, exactitud, análisis de varianza ANOVA SIMPLE, precisión (repetibilidad y precisión intermedia), límites de confianza del método, para interpretar los resultados obtenidos de forma correcta, llevando a cabo la completa estandarización y validación de los procedimientos propuestos, para emplearlos de forma rutinaria en el laboratorio de control de calidad, asegurándose de que cada uno de los valores obtenidos cumpla los requerimientos necesarios de confiabilidad.

- ✓ Se tendrá un aseguramiento y constancia de la calidad, por medio de la estandarización y validación de los métodos y de las herramientas analíticas, que de manera directa ayudaran a las diferentes auditorías post desarrolladas en la empresa, incluyendo la aprobación de la norma NTC-ISO-IEC 17025 que esta en curso.

- ✓ Se tuvo en cuenta, para la validación y estandarización de cada una de las metodologías, en la balanza halógeno HR73, las condiciones ofrecidas por el método de referencia (estufa de 100 °C durante 16 horas).

- ✓ Por medio de la estandarización y validación de las metodologías propuestas se diseño los procedimientos adecuados, para la determinación del contenido de humedad de las matrices (torta de soya, urea industrial y sal refisal) en el analizador halógeno HR73 (ver anexo 8).

- ✓ Con la metodología empleada propuesta, ya estandarizada y validada, se aumenta la productividad del laboratorio, por la velocidad de análisis, que presenta la balanza halógena HR73.

24. RECOMENDACIONES

Como laboratorio de control de calidad, se hace necesario que todo el personal con perfil de analista fisicoquímico, tenga la asesoría necesaria para la implementación, estandarización y validación de técnicas en los distintos procedimientos de rutina.

Una vez se adquieren los equipos de sofisticada tecnología, el jefe inmediato debería de facilitar la capacitación correspondiente a los analistas tanto del nivel software y hardware, para que el trabajo se haga mas sencillo y confiable.

Por homogeneidad de las distintas materias primas, se recomienda al departamento de control de calidad adquirir al menos 2 o 3 toma muestras mas, ya que en la mayoría de ocasiones por sobre carga de trabajo son varios los lotes que deben ser muestreados de diferentes materiales y la cantidad existente de un toma muestras no es suficientemente adecuado.

Es necesario la construcción de un cuarto pequeño cerrado para la conservación de cada uno de los matrices muestreadas, para que factores externos como el viento, la polución o simplemente la humedad no me alteren la materia a analizar.

Por la gran extensión territorial del laboratorio, se hace necesario el reacondicionamiento de algunos equipos de medición y trabajo, para que las responsabilidades de los analistas no se vean afectadas.

25. BIBLIOGRAFÍA

1. Guía para la acreditación de laboratorios que realizan ensayos físico-químicos de productos alimenticios. Capítulo 17 Definiciones. bioaplicaciones.galeon.com/ENAC/jabalín/Page0.html.
2. Cooperación Internacional - International Laboratory Accreditation Cooperation. (ILAC). www.sic.gov.co/Marco_Internacional/Cooperacion_Internacional_ilac.php.
3. Foro de acreditación internacional. www.iaf_Cooperacion/Internacional_iaf.php.
4. Cooperación Internacional - Cooperación Interamericana de Acreditación. (IAAC). www.sic.gov.co/Marco_Internacional/Cooperacion_Internacional_iaac.php
5. Superintendencia de Industria y Comercio, República de Colombia, Ministerio de Comercio, Industria y Turismo. www.sic.gov.co/.
6. INSTITUTO NACIONAL DE VIGILANCIA DE MEDICAMENTOS Y ALIMENTOS (INVIMA) www.invima.gov.co.
7. INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN (ICONTEC) www.icontec.org.co.
8. Protocolo de estandarización de métodos analíticos, Instituto de Estudios Ambientales y Meteorológicos (IDEAM). www.ideam.gov.co/.

9. NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-ISO/IEC 17025

10. Laboratorio de Salud Pública, Secretaría Distrital de Salud de Bogotá, D.C. Noticialidad volumen 1-numero 7, septiembre 15 del 2002.

11. www.cna.gov.co/cont/documentos/doc_aca/

12. ITZIAR RUISÁNCHEZ, ESTHER TRULLOLS Y F. XAVIER RIUS, Validación de métodos analíticos cualitativos, Grupo de Quimiometría y Cualimetría. Departamento de Química Analítica y Química Orgánica, Universidad Rovira Tarragona. 2000.

13. POLÍTICA DE SELECCIÓN Y VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO, OGA-GEG 016, Guatemala, Octubre del 2005.

14. Base de datos, Archivos, Compañía Nacional de Levaduras LEVAPAN.

15. Base de datos, Archivos, Laboratorio de Control de Calidad, Compañía Nacional de Levaduras LEVAPAN.

16. Oscar Mauricio Delatorre, DISEÑO PARA LA ESTRUCTURACIÓN DEL SISTEMA DE GESTIÓN DEL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE LEVAPAN S.A. CONFORME A LOS REQUISITOS DE LA NORMA ISO/IEC 17025, Armenia (Q), 2007.TbG.

17. Folleto de aplicaciones, Métodos para determinar el contenido de humedad, Analizador Halógeno de humedad METTLER TOLEDO, pág. 5, 9, 11, 12, 14, 18.

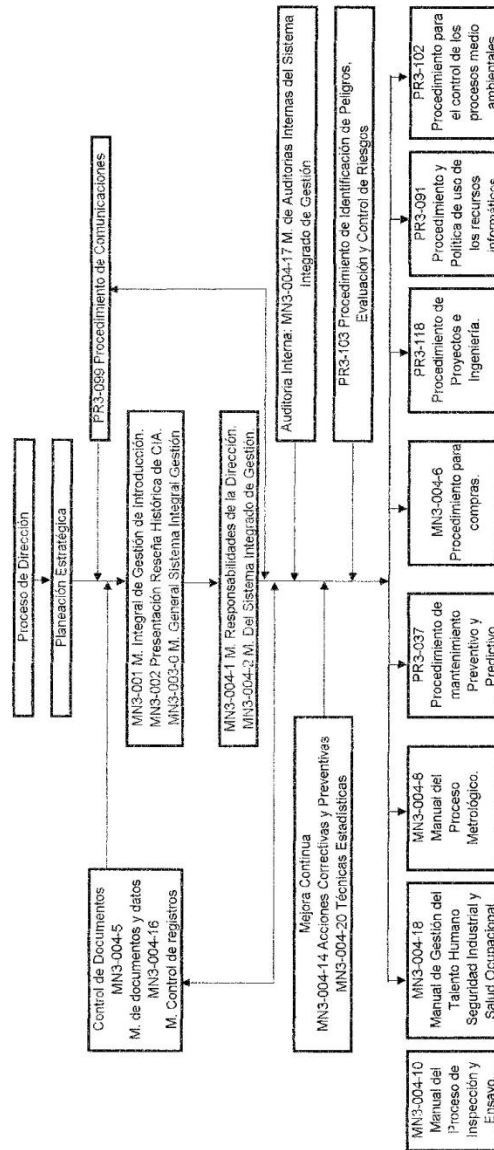
18. El funcionamiento de las lámparas halógenas. Adaptado de: Gómez, M.A. Materiales didácticos: Química. Madrid: M.E.C (1993).

19. Instrucciones de manejo, Analizador de humedad HR73 y HG53, METTLER TOLEDO pág.6, 7, 8, 33, 37, 44,45.
20. Istmo Centroamericano: Fomento y Modernización del Sector Agro exportador; de la Comisión Económica para América Latina y El Caribe – CEPAL LC/MEX/L.429. 12 de mayo de 2000.
21. Egan, H., Kirk, R., & Sawyer, R."Análisis Químico de Alimentos de Pearson", 4ta edición, Compañía Editorial Continental, S.A. de C.V. México, 1991, p. 13-17.
22. www.ecusal.com.ec/espanol/sal/produccion/produccion.htm
23. AOAC. Official Methods of Analysis. Vol II. Feefteen edition. 1990.
24. NTC 46 (1986). Abonos y fertilizantes. Toma de muestra de fertilizantes sólidos.
25. Protocolo de estandarización de métodos analíticos, Instituto de Estudios Ambientales y Meteorológicos (IDEAM). <http://www.ideam.gov.co/>.
26. J C Miller, Estadística para Química Analítica, Segunda Edición, Editorial Addison Wesley Iberoamericana, USA 1993, pág. 20, 21,22.32, 33, 34,42.
27. "Protocolo de validación de un método de análisis habitual respecto al método de referencia OIV"
28. S.L Posada, J Angulo, Validación de métodos de secado para la determinación de materia seca en especies forrajeras, Universidad de Antioquia, Grupo Investigación, Medellín Colombia 2007, art.

ANEXOS

ANEXO 1. ESTRUCTURACIÓN DEL SISTEMA DE CALIDAD DE LEVAPAN

ESTRUCTURACIÓN DEL SISTEMA DE CALIDAD DE LEVAPAN S.A.



ANEXO 2. FORMATO DE CALIBRACIÓN DE BALANZA HALÓGENO HR73

FR3-023

LABORATORIO DE METROLOGIA LEVAPAN
AREA DE MASA Y BALANZAS

IDENTIFICACION			
Marca	Metler	Protocolo	2007-0722
Modelo	HR73	Div. Escala	0,01 g
Serie	1115213981	Cap. Maxima	50 g
E.Utilizado	16 013	Cap. Minima	1 g
T y H	22°C 70 %		

1 PRUEBA DE EXACTITUD (Ver numeral 8.3.7)

ASCENDENTE				DESCENDENTE			
Carga kg	Indicación	Aumento	Error	Carga	Indicación	Aumento	Error
3.00	3.000	0.01	-0.0050	30.00	30.000	0.01	-0.0050
6.00	6.000	0.01	-0.0050	27.00	27.000	0.03	-0.0250
9.00	9.000	0.01	-0.0050	24.00	24.000	0.05	-0.0450
12.00	12.000	0.01	-0.0050	21.00	21.000	0.03	-0.0250
15.00	15.000	0.01	-0.0050	18.00	18.000	0.01	-0.0050
18.00	18.000	0.01	-0.0050	15.00	15.000	0.01	-0.0050
21.00	21.000	0.01	-0.0050	12.00	12.000	0.01	-0.0050
24.00	24.000	0.01	-0.0050	9.00	9.000	0.01	-0.0050
27.00	27.000	0.01	-0.0050	6.00	6.000	0.03	-0.0250
30.00	30.000	0.03	-0.0250	3.00	3.000	0.03	-0.0250

2 PRUEBA DE EXCENRICIDAD DE CARGA (Ver numeral 8.3.7)

CARGA kg		10
Indicación g	Aumento mg	Error
10.000	0.01	-0.0050
10.000	0.02	-0.0150
10.000	0.01	-0.0050
10.000	0.03	-0.0250
10.000	0.02	-0.0150
10.000	0.01	-0.0050
E _{max} -E _{min}	-0.0150	SI CUMPLE

	3	
4	1	2
	5	

Acepto

3 PRUEBA DE INVARIABILIDAD (Ver numeral 8.3.7)

CARGA g			CARGA kg			CARGA kg		
Indicación g	Aumento mg	Error	Indicación g	Aumento mg	Error	Indicación g	Aumento mg	Error
5.000	0.01	-0.0050	20.000	0.01	-0.0050	30.000	0.02	-0.0150
5.000	0.02	-0.0150	20.000	0.01	-0.0050	30.000	0.02	-0.0150
5.000	0.02	-0.0150	20.000	0.01	-0.0050	30.000	0.02	-0.0150
5.000	0.02	-0.0150	20.000	0.02	-0.0150	30.000	0.04	-0.0350
5.000	0.02	-0.0150	20.000	0.02	-0.0150	30.000	0.04	-0.0350
5.000	0.03	-0.0250	20.000	0.02	-0.0150	30.000	0.04	-0.0350
5.000	0.03	-0.0250	20.000	0.02	-0.0150	30.000	0.03	-0.0250
5.000	0.03	-0.0250	20.000	0.03	-0.0250	30.000	0.01	-0.0050
5.000	0.01	-0.0050	20.000	0.03	-0.0250	30.000	0.01	-0.0050
5.000	0.01	-0.0050	20.000	0.01	-0.0050	30.000	0.01	-0.0050
S=		0.0060	S=		0.0064	S=		0.0108
E _{max} -E _{min}	0.0200	SI CUMPLE	E _{max} -E _{min}	0.0200	SI CUMPLE	E _{max} -E _{min}	0.0300	SI CUMPLE

4 PRUEBA DE MOVILIDAD (Ver numeral 8.3.7)

CARGA BAJA kg			CARGA MEDIA kg			CARGA ALTA kg		
Indicación g	Aumento g	Error	Indicación g	Aumento g	Error	Indicación g	Aumento g	Error
5.000	0.03	-0.0250	20.000	0.01	-0.0050	30.000	0.02	-0.0150
CUMPLE	SI CUMPLE		CUMPLE	SI CUMPLE		CUMPLE	SI CUMPLE	

5 PRUEBA DE CONSTANCIA DE CERO (Ver numeral 8.3.7)

Indicación	Carga	Tiempo	Indicación	Aumento	Error
0.0000	30.000	30	0.000		

6 OBSERVACIONES: El instrumento se encuentra dentro de los errores maximos tole

7 INCERTIDUMBRE 0,017g

8 CUMPLE SI X NO

9 RESPONSABLE: Guillermo Idrobo

Anexo 3. CERTIFICADOS DE CALIDAD DE PATRONES SECUNDARIOS

DE :PROFINAS

NO.DE TEL :6653003

04 JUL. 2007 10:50AM P2

NaCl
 Massa molecolare: 58,443
 CAS N: 7047-14-5
 EEC N: 231-590-3

Sodio cloruro - RPE
 ACS-Per analisi-Reag. Ph.Eur.-Reag. USP

Titolo (argentimetrico) 99,9 + 100,5 % s.s.
 Azoto totale <= 10 ppm
 Fosfati <= 5 ppm
 Nitrati-clorati (NO3) <= 30 ppm
 Metalli pesanti (Pb) <= 5 ppm
 Ba <= 10 ppm
 K <= 50 ppm
 Perdita essiccamento <= 0,1 %

Descrizione: Cristallini bianchi
 Bromuri <= 50 ppm
 Acidità o alcalinità Conforme
 Nitrati Conforme
 Al <= 0,1 ppm
 Ca <= 20 ppm
 Mg <= 5 ppm
 Magnesio e metalli alcalini <= 50 ppm

Insolubile in acqua <= 50 ppm
 Ferrocloruri <= 1 ppm
 Ioduri <= 20 ppm
 Solfati <= 40 ppm
 As <= 1 ppm
 Fe <= 2 ppm
 pH sol. 5% a 25° C 5,0 + 9,0

Codice	Taglio	Confezione	Tipo	P. Unitario	P. Confezione
479688	g 500	Vaso in plastica		1 X € 10,40	5
479687	g 1000	Vaso in plastica		1 X € 12,20	5
479689	g 5000	Vaso in plastica		1 X € 30,70	5
479691	kg 50	Fusto in fibra di carbonio	Ampollina		

RPE - Reagente Grado Analitico

(NH₂)₂CO
 Massa molecolare: 60,056
 CAS N: 57-13-6
 EEC N: 200-316-5

Urea - RPE
 ACS-Per analisi

Titolo (ambien. anidro) 99,0 + 100,5 %
 Insolubile in acqua <= 100 ppm
 Metalli pesanti (Pb) <= 10 ppm

Punto di fusione 132 + 136 °C
 Cloruri <= 5 ppm
 Fe <= 10 ppm

Descrizione: Polvere cristallina bianca
 Solfati <= 10 ppm
 Residuo fisso <= 100 ppm

Codice	Taglio	Confezione	Tipo	P. Unitario	P. Confezione
490769	g 500	Vaso in plastica		1 X € 17,10	5
490761	kg 25	Fusto in fibra di carbonio	Ampollina		

RPE - Reagente Grado Analitico

PROFINAS S.A.
 NH, 830, 246, 035-0
 ADOLFO GALAN A.
 Representante de Ventas



DE : PROFINAS

NO. DE TEL : 6653003

04 JUL. 2007 10:49AM P1



Carrera 40 No. 14-09 Urbanización Acopi
 P&X: 664 4320 - 664 4489 - 664 4967
 FAX: 665 3003 - 664 7315
 E-mail: profinas@norma.net
 NIT: 800.246.805-0 Yumbo - Colombia

CONSULTE NUESTRA PAGINA WEB
www.profinas.com

COTIZACION No. **40707**

Empresa	LEVAPAN	Requisición No.	
Solicitado por	Sr. CHARLES MARTINEZ	Vendedor	ADOLFO GALAN
Departamento	CONTROL CALIDAD	Forma de Pago	60 DIAS
E-mail		Vigencia Oferta	30 DIAS
Fax:	224 2131	Tiempo de Entrega	VER CADA ITEM
Telefono		Fecha	Miércoles, 04 de Julio de 2007
		Hora	12:00:00 a.m.
Para urgencias comunicarse al movil 313 - 732 02 80 Sra. Maria Luisa Jimenez			
Para quejas reclamamos favor enviar correo electronico a calidad@profinas.com o al Tel: 665 62 83 Maria Luisa Jimenez			
Observaciones:			

Item	Cant.	Envase	Producto	Marca	Valor Unitario	Valor Total	IVA	Tiempo de Envio
1	1	X 500g	UREA Ref.490758	C. ERBA	70.700	70.700	N.C.	5 DIAS
2	1	X KILO	SODIO CLORURO Ref.479687	C. ERBA	27.300	27.300	N.C.	1 DIA
					SUB-TOTAL		\$ 98.000	
					I.V.A.		\$ 0	
					TOTAL		\$ 98.000	

EL TIEMPO DE ENTREGA ESTA SUJETO A VENTA PREVIA

SI ALGUNO DE LOS PRODUCTOS AQUI COTIZADOS,
 SE AGOTA AL MOMENTO DE RECIBIR SU ORDEN DE
 PEDIDO NOS COMUNICAREMOS CON USTEDES,
 PARA PACTAR UN NUEVO TIEMPO DE ENTREGA.

Exentos de retención de Industria y Comercio, Tributamos en Yumbo.
 Somos grandes contribuyentes Resolución DIAN No. 10520 Diciembre 18 de 2003

NUEVO HORARIO : 7:30am - 12:00pm - 1:30pm - 6:00pm

PROFINAS S.A.
 NIT. 800.246.805-0

[Signature]
 Director de Ventas

Anexo 4. LA DISTRIBUCIÓN t .

Tabla A.1 La distribución t

Valor de t para un intervalo de confianza de Valor crítico de $ t $ para valores de P de Número de grados de libertad	90%	95%	98%	99%
	0.10	0.05	0.02	0.01
1	6.31	12.71	31.82	63.66
2	2.92	4.30	6.96	9.92
3	2.35	3.18	4.54	5.84
4	2.13	2.78	3.75	4.60
5	2.02	2.57	3.36	4.03
6	1.94	2.45	3.14	3.71
7	1.89	2.36	3.00	3.50
8	1.86	2.31	2.90	3.36
9	1.83	2.26	2.82	3.25
10	1.81	2.23	2.76	3.17
12	1.78	2.18	2.68	3.05
14	1.76	2.14	2.62	2.98
16	1.75	2.12	2.58	2.92
18	1.73	2.10	2.55	2.88
20	1.72	2.09	2.53	2.85
30	1.70	2.04	2.46	2.75
50	1.68	2.01	2.40	2.68
∞	1.64	1.96	2.33	2.58

Anexo 5. VALORES CRÍTICOS DE F PARA UNA PRUEBA DE UNA COLA (P : 0.05).

Tabla A.2 Valores críticos de F para una prueba de una cola (P = 0.05)

$\nu_1 \backslash \nu_2$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20
1	161.4	199.5	215.7	224.6	230.2	234.0	236.8	238.9	240.5	241.9	243.9	245.9	248.0
2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40	19.41	19.43	19.45
3	10.13	9.552	9.277	9.117	9.013	8.941	8.887	8.845	8.812	8.786	8.745	8.703	8.660
4	7.709	6.944	6.591	6.388	6.256	6.163	6.094	6.041	5.999	5.964	5.912	5.858	5.803
5	6.608	5.786	5.409	5.192	5.050	4.950	4.876	4.818	4.772	4.735	4.678	4.619	4.558
6	5.987	5.143	4.757	4.534	4.387	4.284	4.207	4.147	4.099	4.060	4.000	3.938	3.874
7	5.591	4.737	4.347	4.120	3.972	3.866	3.787	3.726	3.677	3.637	3.575	3.511	3.445
8	5.318	4.459	4.066	3.838	3.687	3.581	3.500	3.438	3.388	3.347	3.284	3.218	3.150
9	5.117	4.256	3.863	3.633	3.482	3.374	3.293	3.230	3.179	3.137	3.073	3.006	2.936
10	4.965	4.103	3.708	3.478	3.326	3.217	3.135	3.072	3.020	2.978	2.913	2.845	2.774
11	4.844	3.982	3.587	3.357	3.204	3.095	3.012	2.948	2.896	2.854	2.788	2.719	2.646
12	4.747	3.885	3.490	3.259	3.106	2.996	2.913	2.849	2.796	2.753	2.687	2.617	2.544
13	4.667	3.806	3.411	3.179	3.025	2.915	2.832	2.767	2.714	2.671	2.604	2.533	2.459
14	4.600	3.739	3.344	3.112	2.958	2.848	2.764	2.699	2.646	2.602	2.534	2.463	2.388
15	4.543	3.682	3.287	3.056	2.901	2.790	2.707	2.641	2.588	2.544	2.475	2.403	2.328
16	4.494	3.634	3.239	3.007	2.852	2.741	2.657	2.591	2.538	2.494	2.425	2.352	2.276
17	4.451	3.592	3.197	2.965	2.810	2.699	2.614	2.548	2.494	2.450	2.381	2.308	2.230
18	4.414	3.555	3.160	2.928	2.773	2.661	2.577	2.510	2.456	2.412	2.342	2.269	2.191
19	4.381	3.522	3.127	2.895	2.740	2.628	2.544	2.477	2.423	2.378	2.308	2.234	2.155
20	4.351	3.493	3.098	2.866	2.711	2.599	2.514	2.447	2.393	2.348	2.278	2.203	2.124

ν_1 = número de grados de libertad del numerador y ν_2 = número de grados de libertad del denominador.

Anexo 6. VALORES CRÍTICOS DE F PARA UNA PRUEBA DE DOS COLAS

Tabla A.3 Valores críticos de F para una prueba de dos colas ($P = 0.05$)

$\nu_1 \backslash \nu_2$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20
1	647.8	799.5	864.2	899.6	921.8	937.1	948.2	956.7	963.3	968.6	976.7	984.9	993.1
2	38.51	39.00	39.17	39.25	39.30	39.33	39.36	39.37	39.39	39.40	39.41	39.43	39.45
3	17.44	16.04	15.44	15.10	14.88	14.73	14.62	14.54	14.47	14.42	14.34	14.25	14.17
4	12.22	10.65	9.979	9.605	9.364	9.197	9.074	8.980	8.905	8.844	8.751	8.657	8.560
5	10.01	8.434	7.764	7.388	7.146	6.978	6.853	6.757	6.681	6.619	6.525	6.428	6.329
6	8.813	7.260	6.599	6.227	5.988	5.820	5.695	5.600	5.523	5.461	5.366	5.269	5.168
7	8.073	6.542	5.890	5.523	5.285	5.119	4.995	4.899	4.823	4.761	4.666	4.568	4.467
8	7.571	6.059	5.416	5.053	4.817	4.652	4.529	4.433	4.357	4.295	4.200	4.101	3.999
9	7.209	5.715	5.078	4.718	4.484	4.320	4.197	4.102	4.026	3.964	3.868	3.769	3.667
10	6.937	5.456	4.826	4.468	4.236	4.072	3.950	3.855	3.779	3.717	3.621	3.522	3.419
11	6.724	5.256	4.630	4.275	4.044	3.881	3.759	3.664	3.588	3.526	3.430	3.330	3.226
12	6.554	5.096	4.474	4.121	3.891	3.728	3.607	3.512	3.436	3.374	3.277	3.177	3.073
13	6.414	4.965	4.347	3.996	3.767	3.604	3.483	3.388	3.312	3.250	3.153	3.053	2.948
14	6.298	4.857	4.242	3.892	3.663	3.501	3.380	3.285	3.209	3.147	3.050	2.949	2.844
15	6.200	4.765	4.153	3.804	3.576	3.415	3.293	3.199	3.123	3.060	2.963	2.862	2.756
16	6.115	4.687	4.077	3.729	3.502	3.341	3.219	3.125	3.049	2.986	2.889	2.788	2.681
17	6.042	4.619	4.011	3.665	3.438	3.277	3.156	3.061	2.985	2.922	2.825	2.723	2.616
18	5.978	4.560	3.954	3.608	3.382	3.221	3.100	3.005	2.929	2.866	2.769	2.667	2.559
19	5.922	4.508	3.903	3.559	3.333	3.172	3.051	2.956	2.880	2.817	2.720	2.617	2.509
20	5.871	4.461	3.859	3.515	3.289	3.128	3.007	2.913	2.837	2.774	2.676	2.573	2.464


ν_1 = número de grados de libertad del numerador y ν_2 = número de grados de libertad del denominador.

Anexo 7. VALOR DEL F CRÍTICO.

TABLA 4. VALOR DEL F CRITICO

F-Distribution (*F* =)

(The numbers given in this table are the values of *F* for which the area to the left equals 0.95 for tables F-1 and F-2, and 0.99 for tables F-3 and F-4 for the indicated numerator and denominator degrees of freedom)



Deg. of freedom for denom.	Degrees of freedom for numerator									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	161	200	216	225	230	234	237	239	241	242
2	18.5	10.0	10.2	10.2	10.3	10.3	10.4	10.4	10.4	10.4
3	10.1	9.55	9.58	9.12	9.01	8.94	8.80	8.85	8.81	8.79
4	7.71	6.94	6.99	6.39	6.27	6.16	6.09	6.04	6.00	5.96
5	6.61	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74
6	5.99	5.14	4.70	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06
7	5.59	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68	3.64
8	5.32	4.46	4.07	3.84	3.70	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35
9	5.12	4.26	3.80	3.63	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18	3.14
10	4.96	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98
11	4.84	3.98	3.59	3.36	3.20	3.09	3.01	2.95	2.90	2.85
12	4.73	3.89	3.49	3.26	3.11	3.00	2.91	2.85	2.80	2.75
13	4.67	3.81	3.41	3.18	3.03	2.92	2.83	2.77	2.71	2.67
14	4.60	3.74	3.34	3.11	2.96	2.85	2.76	2.70	2.65	2.60
15	4.54	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59	2.54
16	4.49	3.63	3.24	3.01	2.85	2.74	2.65	2.59	2.54	2.49
17	4.45	3.59	3.20	2.96	2.81	2.70	2.61	2.55	2.49	2.45
18	4.41	3.55	3.16	2.93	2.77	2.66	2.58	2.51	2.46	2.41
19	4.38	3.52	3.13	2.90	2.74	2.63	2.54	2.48	2.42	2.38
20	4.35	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.39	2.35
21	4.32	3.47	3.07	2.84	2.68	2.57	2.49	2.42	2.37	2.32
22	4.30	3.44	3.05	2.82	2.66	2.55	2.46	2.40	2.34	2.30
23	4.28	3.42	3.03	2.80	2.64	2.53	2.44	2.37	2.32	2.27
24	4.26	3.40	3.01	2.78	2.62	2.51	2.42	2.36	2.30	2.25
25	4.24	3.39	2.99	2.76	2.60	2.49	2.40	2.34	2.28	2.24
30	4.17	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21	2.16
40	4.08	3.23	2.84	2.61	2.45	2.34	2.25	2.19	2.12	2.08
60	4.00	3.15	2.76	2.53	2.37	2.25	2.17	2.10	2.04	1.99
120	3.92	3.07	2.68	2.45	2.29	2.18	2.09	2.02	1.96	1.91
∞	3.84	3.00	2.60	2.37	2.21	2.10	2.01	1.94	1.88	1.83

Anexo 8. PROCEDIMIENTOS PARA LAS MATRICES EN LA BALANZA HALÓGENO HR73.

Torta de soya:

Encienda el analizador de humedad HR73 Mettler Toledo, activando la tecla ON-OFF.

Proceda pulsando la tecla RESET para colocar la balanza en su estado básico.

Pulse ID y con las teclas aumentar (↑), disminuir (↓) ubique el procedimiento de la materia prima a analizar (en el tablero digital aparecerá para nuestro ejemplo TORTA DE SOYA).

A continuación con la tecla sacar/meter modulo de la muestra (↕), coloque el plato de aluminio que previamente debe estar limpio y seco, tarando (→0/T) y verificando que la balanza interna en el tablero digital marque 0,00.

Con la espátula metálica dosifique de la manera más uniforme posible expandiendo sobre el plato de aluminio, $4 \pm 0,1$ g de torta de soya y empiece la desecación pulsando la tecla STAR.

Una vez termina el proceso de desecación la balanza halógeno HR73 para automáticamente.

Registre el resultado y verifique si cumple con las especificaciones internas para materias primas.

Urea industrial:

Encienda el analizador de humedad HR73 Mettler Toledo, activando la tecla ON-OFF.

Proceda pulsando la tecla RESET para colocar la balanza en su estado básico.

Pulse ID y con las teclas aumentar (↑), disminuir (↓) ubique el procedimiento de la materia prima a analizar (en el tablero digital aparecerá para nuestro ejemplo UREA INDUSTRIAL).

A continuación con la tecla sacar/meter modulo de la muestra (\updownarrow), coloque el plato de aluminio que previamente debe estar limpio y seco, tarando ($\rightarrow 0/T$) y verificando que la balanza interna en el tablero digital marque 0,00.

Con la espátula metálica dosifique de la manera más uniforme posible expandiendo sobre el plato de aluminio, $5 \pm 0,1$ g de urea industrial y empiece la desecación pulsando la tecla STAR.

Una vez termina el proceso de desecación la balanza halógeno HR73 para automáticamente.

Registre el resultado y verifique si cumple con las especificaciones internas para materias primas.

Sal refisal:

Encienda el analizador de humedad HR73 Mettler Toledo, activando la tecla ON-OFF.

Proceda pulsando la tecla RESET para colocar la balanza en su estado básico.

Pulse ID y con las teclas aumentar (\uparrow), disminuir (\downarrow) ubique el procedimiento de la materia prima a analizar (en el tablero digital aparecerá para nuestro ejemplo SAL REFISAL).

A continuación con la tecla sacar/meter modulo de la muestra (\updownarrow), coloque el plato de aluminio que previamente debe estar limpio y seco, tarando ($\rightarrow 0/T$) y verificando que la balanza interna en el tablero digital marque 0,00.

Con la espátula metálica dosifique de la manera más uniforme posible expandiendo sobre el plato de aluminio, $3 \pm 0,1$ g de urea industrial y empiece la desecación pulsando la tecla STAR.

Una vez termina el proceso de desecación la balanza halógeno HR73 para automáticamente.

Registre el resultado y verifique si cumple con las especificaciones internas para materias primas.

