

# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

---

FACULTAD DE MEDICINA VETERINARIA Y ZOOTECNIA  
DEPARTAMENTO DE NUTRICION ANIMAL Y BIOQUIMICA



## Evaluación Comparativa de Microrastreadores y el Método Analítico para la Determinación del Control de Calidad en Mezclas Alimenticias.

**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:  
MEDICO VETERINARIO ZOOTECNISTA  
P R E S E N T A :

**JOSE LUIS LAPARRA VEGA**

ASESORES:

M. V. Z. ADRIAN ESCOBOSA LAVEAGA

M. V. Z. JOSE MANUEL BERRUECOS VILLALOBOS

MEXICO, D. F.

1978.

8035



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

A MIS PADRES:

Sr. LUIS G. LAPARRA MARROQUIN  
Sra. MA. DEL CARMEN VEGA DE LAPARRA

A él, que con su rectitud y responsabilidad me mostró el camino para llegar a ser lo que siempre había deseado: un profesionista.

A ella, que siempre me dió todo su apoyo y que no hay palabras para agradecersele.

A ellos que juntos fueron y serán un ejemplo para mí.

A MIS HERMANOS:

JUANITA  
LEONOR  
LILI  
ARTURO

A MIS ASESORES:

M.V.Z. ADRIAN ESCOBOSA LAVEAGA

M.V.Z. JOSE MANUEL BERRUECOS VILLALOBOS

MUCHAS GRACIAS

**A MI JURADO:**

**M.V.Z. MANUEL CABRERA VALTIERRA  
M.V.Z. ADRIAN ESCOBOSA LAVEAGA  
M.V.Z. FERNANDO VAZQUEZ V.  
M.V.Z. JORGE ZENTENO SERVIN  
M.V.Z. RICARDO BERNAL CASTELAZO**

A MIS MAESTROS :

Que fueron cimentando las bases para prepararme como el nuevo profesional.

A TODOS MIS COMPAÑEROS, AMIGOS Y PERSONAS: Que con su ayuda hicieron posible la realización de este trabajo y que sería muy difícil poder enlistar a todos, pero estoy seguro de que cada uno de ellos sabe lo mucho que aprecio y - agradezco a aquel que así se considere...

UN AMIGO

EL PRESENTE TRABAJO FUE REALIZADO EN EL DEPARTAMENTO DE NUTRICION ANIMAL Y - BIOQUIMICA, Y EN LA FABRICA DE ALIMENTOS DEL RANCHO "CUATRO MILPAS" DE LA FACULTAD DE MEDICINA VETERINARIA Y - ZOOTECNIA. U.N.A.M.

AGRADEZCO LA AYUDA QUE ME BRINDO - "COMERCIAL REKA" PARA LA ELABORACION DE ESTA TESIS.

## INDICE

	Página
I.- INTRODUCCION . . . . .	1
II.- REVISION DE LITERATURA . . . . .	3
III.- OBJETIVOS . . . . .	11
IV.- MATERIAL Y METODOS . . . . .	12
V.- RESULTADOS Y DISCUSION . . . . .	26
VI.- CONCLUSIONES . . . . .	46
VII.- BIBLIOGRAFIA . . . . .	48

## 1.- INTRODUCCION

El control de calidad en las fábricas de alimentos resulta ser la clave del éxito de los alimentos balanceados para animales. En él se incluyen los análisis bromatológicos y de uniformidad de -- mezclado, siendo este último de importancia crucial para que una -- vez determinada la calidad de las materias primas, sea constatada la distribución correcta de los ingredientes formulados en la mezcla. -- De esta forma el análisis de control de calidad de una muestra de -- alimento terminado, deberá corresponder al análisis calculado al elaborar la fórmula.

El uso de rastreadores (sustancias recuperables incluidas en la mezcla, usadas a un porcentaje determinado), permite en un momento dado conocer la uniformidad de la distribución de los ingredientes y además correlacionar la cantidad de éstos con un ingrediente de terminado. En control de calidad, esta técnica se vuelve práctica y económica por su rapidez y muy deseable para detectar drogas que de ben ser dosificadas a determinado nivel o minerales como el selenio que pudieran ser tóxicos si el mezclado no es eficiente.

En la práctica, los rastreadores deben ser mezclados com-

pletamente con el material que va a ser rastreado, deben de viajar con él y deben distinguirse fácilmente.

## II.- REVISION DE LITERATURA

Un rastreador es cualquier substancia marcadora usada para seguir el curso o huella de otra substancia. Los pasaportes son rastreadores para la identificación de viajeros, el agua pesada es un rastreador para el agua ordinaria, algunas substancias son frecuentemente usadas como rastreadores en análisis convencionales, basta mencionar al Nitrógeno como un rastreador para la proteína (4).

Por su naturaleza, los rastreadores no pueden ser perfectos, como un pasaporte puede ser perdido o robado, o el agua pesada puede difundirse más lentamente que el agua ordinaria ( 4 ).

La técnica de micro-rastreadores comenzó a usarse en el año de 1961 por Eisenberg ( 3 ), basado en la teoría de la distribución de posición del matemático francés Simeon ( 12 ).

Pensando en que podría utilizarse para rastrear un nutriente problema, se encontró "el sistema ideal" ( 3 ), en el cual se usaron microglóbulos de vidrio, que eran teñidos con colores vegetales como el rojo, azul y amarillo. Los glóbulos de diferentes medidas, podrían ser distinguidos de los demás que no estaban coloreados. Se utilizaron 100 Grs. de microglóbulos sin colorear, los cuales se metie

ron en la mezcladora, y fueron añadidos 4 Mg. de microglóbulos de color azul. Después de la mezcla especificada, 20 muestras de 5 - Grms. cada una, fueron dispersadas en papel filtro y rociadas con - agua, de tal forma que el color que cubría los glóbulos, fuera trans - ferido al papel en donde se difundieron manchas en forma visible, - las cuales podrían ser contadas. En un período corto después del ro - ciado, los papeles fueron sacados y los glóbulos se quitaron con una - brocha permitiendo contar las manchas de tal manera que del total - de muestra se obtuviera el total de microglóbulos coloreados.

Se buscó otra forma de rastrear nutrientes y así se encon - tró lo que se llamó "el sistema Real" ( 3 ), en donde se usa sílica coloreada. El número de partículas rastreadas en cada muestra, fue determinado como lo describe en detalle Eisenberg ( 2 ), en el cual las muestras fueron tratadas con tetracloruro de carbono para separar el rastreador como sedimento. Esto fue el principio para que poco - tiempo después se buscaran mejores técnicas.

Fue así como se sugirió que se usaran cristales de sal co - loreados, como rastreadores para drogas en alimentos mezclados ( 4 ), teniendo como principio que podría ser seprado el rastreador de la - muestra de alimento por sedimentación con tetracloruro de carbono y

el número de partículas de sal podría ser contado. Esto podría ser hecho por transferencia del sedimento seco a un papel filtro húmedo sobre el cual el teñido podría migrar del rastreador al papel, dejando una mancha coloreada en el lugar de cada partícula de rastreador.

El color podría identificar la droga; el número de manchas podría ser una medida de la cantidad de la droga.

Como todo, estos rastreadores tienen sus limitaciones, por ejemplo, tienen una tolerancia limitada a la humedad y no pueden ser detectados en alimentos. Los rastreadores resistentes a la humedad, evitarán esa limitación ( 8 ).

Los rastreadores siguieron progresando y así se encontró una nueva serie de micro-rastreadores que consisten en una pequeñas partículas de grafito coloreadas (rojo, azul, naranja o verde). Cada gramo contiene 60,000 partículas de micro-rastreador, sujeto a un coeficiente de variación de  $\pm 10\%$ . El recobrado de estas partículas es por el método de sedimentación ( 10 ).

Estas, resisten el peleteado, puesto que son más resistentes a la humedad y a la abrasión que los micro-rastreadores obtenidos con cristales coloreados de sal ( 13 ).

Midgley ( 13 ) ha reportado que en los análisis por rastreador, el promedio es de 102% de los valores obtenidos por análisis de drogas y la desviación estandar es de  $\pm 18\%$ . Esto se compara favorablemente al  $\pm 14\%$ , según la distribución de Poisson, en donde asume que los análisis de drogas por sí mismos son enteramente libres de error. El coeficiente de regresión es 1.03 con un 95% de confianza en el rango de 0.97 a 1.08. El coeficiente de correlación es de + 0.99.

Los métodos de micro-rastreador ofrecen una precisión -- igual a un  $\pm 20\%$  del nivel de especificación, con ahorro considerable de tiempo y con la posibilidad de verificar cualquiera de los lotes que se quieran comprobar.

Finalmente se encontraron los rastreadores con base de -- fierro ( 6 ) (11 ), Consisten en partículas de hierro de un tamaño -- uniforme, son fácilmente identificables e inofensivas para usarse en -- alimentos animales, cubiertas con uno o más colores vegetales, estabilizados con carbonato de sodio, los colores incluidos son: azul, rojo, naranja, verde y varias combinaciones; no interfieren ni los pigmentos naturales de las plantas, ni los aditivos coloreados con la detección de micro-rastreadores. Permanecen estables en alimentos

peleteados o revueltos, por más de seis meses.

Estos son utilizados a micro-niveles, las 25,000 partículas por gramo que contienen, están sujetas a un coeficiente de variación de un 10 %; los micro-rastreadores férricos son separados magnéticamente y no por sedimentación, una vez que se obtienen mediante una tapa imantada y a través de un papel filtro, donde quedan impregnadas las partículas; éstas se colorean agregando alcohol diluido y se procede a la cuenta de puntos coloreados; en seguida se hace una relación matemática entre la cantidad de micro-rastreador agregado al alimento y la cantidad esperada a recuperarse, tomando en cuenta el número de partículas que contiene un gramo.

La compañía vendedora\* de los micro-rastreadores (11), ha indicado que las premezclas podrían ser formuladas de tal manera que no menos de 5.0 Grms., de micro-rastreador F sea añadido a cada tonelada de alimento completo a un costo de dos pesos por tonelada, con el fin de realizar un control de calidad del alimento terminado.

La detección de éstos es hecha por la técnica del frasco de Mason (11), usando 65 Grms. de alimento completo que producirá una cuenta promedio de 9 partículas por análisis.

\* Micro Tracers, Inc.  
381 Eleventh Street, San Francisco, California 94103  
U.S.A.

El uso de detector rotatorio ( 9 ), permite manejar muestras tan grandes como hasta de 500 Grms. en menos de un minuto. Con este detector, la rutina del control de calidad puede ser mejorado en alimentos completos conteniendo un gramo de micro-rastreador F por tonelada, de tal manera que en un principio el costo pueda ser reducido considerablemente.

Acerca de la eficiencia de mezclado ha reportado que -- dos diferentes colores de micro-rastreador F ( 45 Grms. de cada uno por tonelada), podrían ser añadidos en dos sitios diferentes en la -- mezcladora (sitios opuestos finales de las mezcladoras horizontales). Las muestras pueden ser tomadas de cualquier punto de localización conveniente de la descarga. Los análisis cuadruplicados de muestras de 13 Grms., cada una, por el método del frasco de Mason, producirán una cuenta promedio de 16 partículas para cada uno de los dos colores cuando el mezclado es completo y uniforme, con un valor de finido de  $\pm 25\%$  con un 95% de confianza.

El recobrado de los rastreadores en la práctica, es de un 80% de lo especificado en alimentos molidos y de un 65 % en alimentos peleteados.

## MICRO-RASTREADORES DE DOBLE POTENCIA RF-Se (6).

Es una mezcla que contiene el 2% de selenio (4.38% de selenito de sodio) adsorbido en partículas finas de hierro elemental con trazas de carbonato de sodio. Contiene de dos a tres millones de partículas por gramo y el contenido de selenio tiene una variación máxima de  $\pm 5\%$  de la especificación.

El compuesto reduce el peligro de trabajar con selenito de sodio puro, porque está diluido y es mucho menos polvoso. Además, los compuestos de selenio son higroscópicos y tienden a atornarse haciendo su dispersión difícil, en cambio el micro-rastreador de doble potencia RF-Se es uniforme y fluye libremente (6).

El recobrado de estas partículas de hierro es similar al anterior, difiriendo en que aquí se toma en cuenta únicamente el peso, ya que hay mayor cantidad de partículas y sería imposible contarlas, además de que no están coloreadas.

El valor recobrado no podría fluctuar más del 10% entre los valores máximo y mínimo obtenidos y el promedio calculado del contenido de selenio estaría dentro de un 10% de la especificación de la premezcla (6).

La compañía vendedora de estos micro-rastreadores ( 5 ), ha reportado cuales son los resultados típicos en premezclas, conteniendo Micro-Rastreador RF de selenio al 1% de selenio y las ventajas de su uso.

### III.- OBJETIVOS

Los objetivos del presente trabajo son:

Probar la efectividad, economía y rapidez del uso de --  
Micro Rastreadores, en la constatación de calidad en mezclado, uniformidad de la distribución del ingrediente problema, identificación de éste y cuantificación del nutriente rastreado en la mezcla final, determinando el tiempo requerido para un correcto mezclado.

#### IV.- MATERIAL Y METODOS

Se diseñaron dos experimentos con objeto de probar la efectividad del Micro-Rastreador coloreado y del Micro-Rastreador de Selenio.

##### Experimento I.

##### Prueba de Laboratorio

Se hace la determinación de Lisina (prueba de laboratorio).- En ésta se empleó una mezcla de 1 Kg., teniendo como ingredientes Sal, Lisina HCl y el MR-F azul.\* ( II).

La mezcla experimental se realiza con los ingredientes que se mencionan a continuación:

<u>Ingredientes.</u>	<u>Cantidad en Grms.</u>	<u>Cantidad en %</u>
Sal	997.45	99.745
Lisina HCl**	<u>2.55</u>	<u>0.255</u>
T o t a l .	<u><u>1,000.00</u></u>	<u><u>100.000</u></u>

A esta mezcla se le agregó MR-F azul en una cantidad del 1% de la Lisina HCl o sean 0.0255 Grms. de MR-F azul.

\* Micro-Rastreador F azul, marca registrada por Micro-Tracers, Inc.

\*\*Equivalente a 2 Grms. de Lisina.

El contenido de partículas férricas por gramo del MR-F azul, se estima en 25,000 partículas  $\pm$  10% ( 11 ), en 25.5 Mg., del Micro Rastreador que fueron añadidos a los 1,000 gramos de la mezcla; esto es, debían existir 637.5 partículas en los 1,000 Grs., de mezcla, por lo que en 50 Grms., de esta cantidad con la cual se hicieron las determinaciones, debía haber 31.8 partículas promedio  $\pm$  10 % ( 28.6 - 35.06 ), de las cuales se recupera un promedio del 80 % (entre 22.9 y 28.05) por el método magnético del frasco de Mason\* de acuerdo a las indicaciones seguidas por Eisenberg. (11).

La determinación fue efectuada dividiendo el lote inicial de 1,000 Grms. en 20 sub-lotes experimentales, a 10 de los cuales se les determinó el contenido de partículas férricas que colorearon el papel filtro, después de desarrollar el método señalado anteriormente (11) y que es el siguiente:

Se transfieren 65 Grms. de alimento completo (o una -- muestra proporcionalmente más chica de premezcla) al frasco de Mason. En este experimento se usaron 50 Grms. de muestra, en seguida se inserta un papel filtro dentro de la tapa magnética (el cual es

\* Es un frasco de vidrio el cual tiene una tapadera imantada.

de forma circular y de diámetro muy similar al de la tapa del frasco), se cierra el frasco con la tapa y se agita hasta que toda la muestra haya tenido la oportunidad de tocar el papel dentro de la tapa, dándole vueltas e invirtiéndolo por un minuto. Pasado este tiempo se remueve la tapa y se invierte con el papel en la parte superior y horizontal. Se presiona el papel hacia el centro, de tal manera que esté en contacto con el imán y se le sopla para que se liberen las partículas no magnéticas, cepillar con el pincel si es necesario. Se transfieren 10 gotas de alcohol al centro del papel filtro de tal forma que el líquido se difunda hacia afuera de los bordes del anillo de las partículas de hierro atrapadas. El teñido de los Micro-Rastreadores - F, será descubierto al dejar éstos una radiación distintiva de vetas de color.

Finalmente se remueve el papel tan pronto como el alcohol se haya difundido completamente. Una espátula o un cuchillo pequeño sirve para levantar el borde del papel de tal forma que pueda ser levantado cerca y horizontalmente. Se seca el papel filtro en una toalla de papel o preferentemente en una platina caliente. Se cepilla para limpiar y se observa el color para identificación qualitativa. Se cuentan las manchas y/o vetas, para un control estadístico cuantitativo.

## Experimento 2.

### Determinación de Lisina en prueba de campo.

Para efectuar esta determinación se empleó un alimento - terminado para cerdos, el cual se calculó a 0.255% de Lisina y cuya fórmula se muestra en el cuadro No. 1.

Se le agregó MR-F azul en una cantidad del 0.5% de la Lisina, o sea 0.001275 % de MR-F azul, lo cual quiere decir que en un kilo de alimento se encuentran 0.01275 Grms. de MR-F azul.

Al igual que el experimento de laboratorio, se dividió el lote inicial de muestra de 1 Kg., en lotes experimentales de 50 Grms. a 10 de los cuales se les determinó el contenido de partículas férricas que colorearon el papel filtro después de desarrollar el método señalado anteriormente.

Como se señaló, cada gramo de MR-F azul contiene - 25,000 partículas férricas ( 11 ); en 12.75 Mgs., que están añadidos a 1,000 Grms., de alimento, deben existir 318.7 partículas y en 50 Grms., de éste, cantidad con la cual se hicieron las determinaciones, debía haber 15.93 partículas promedio  $\pm$  10% (17.52 - 14.34 ) de las cuales se recupera un promedio de 80%, por lo que se espera recuperar entre 14.02 y 11.47 partículas.

CUADRO N° 1

COMPOSICION DE LA PREMEZCLA Y DEL ALIMENTO TERMINADO

PREMEZCLA (COMPLEMENTO)

INGREDIENTES	CANTIDAD	%
ROCA FOSFORICA	17.30	
VITAMINAS	9.20	
MINERALES	8.50	
AUROFAC	4.50	
LISINA	25.50	°
SAL	35.00	
TOTAL	100.00	%

ALIMENTO TERMINADO

INGREDIENTES	CANTIDAD	%
SORGO	83.20	
SOYA	13.40	
COMPLEMENTO	1.00	
ROCA FOSFORICA	2.40	
TOTAL	100.00	%

° QUE AL MEZCLARSE AL ALIMENTO EN UNA CANTIDAD DE 1% ,  
DEBE DE EXISTIR EN UNA CANTIDAD DE 0.255% .

## Determinación de Selenio

Para la determinación de Selenio, se utilizó una mezcla experimental que contenía acemite de trigo y MR-Se\* al 2% como fuente de este mineral.

La mezcla experimental se muestra en el cuadro No. 2

La determinación fue efectuada dividiendo el lote inicial en dos sublotes de 500 Grms., cada uno; uno de los lotes se volvió a dividir en 10 lotes experimentales, a los que se les determinó el contenido de Micro-Rastreador de Selenio al 2%, después de desarrollar el método señalado por Micro Tracers Inc. (5), que es el siguiente:

Se transfieren 50 Grms., de muestra (M) al frasco de Mason, se coloca la rodaja de papel filtro en la tapa y se cierra el frasco, se invierte éste de dos a tres veces, se remueve la tapa y se separan los materiales de premezcla adheridos al Micro Rastreador cepillando y frotando suavemente hasta que el Micro Rastreador retenido en el lugar del anillo magnético de la tapa, esté uniformemente

\* Micro Rastreador de Selenio, Marca registrada por  
Micro Tracers Inc.

381 Eleventh Street, San Francisco, Cal. 94103, U.S.A.

CUADRO N° 2

MEZCLA EXPERIMENTAL PARA LA DETERMINACION DE SELENIO

INGREDIENTE	CANTIDAD (gramos)	CANTIDAD ( % )
SALVADILLO	999	99.90
MR - Se al 2% **	1	0.10
TOTAL	1000	100.00

\*\* MICRO RASTREADOR DE Se al 2% (20 mg / kg de mezcla)

gris en color. Se invierte la tapa y se desecha el material no magnético. Se separa el papel de la tapa y se transfiere el Micro - Rastreador a una cuchara (previamente pesada). Se repite el paso anterior varias veces, hasta que el Micro Rastreador ya no es recobrado, agitando e invirtiendo el frasco cerca de 30 segundos del último recobrado. Finalmente se pesa el Micro Rastreador recobrado ( P ). El porcentaje de Micro Rastreador, así como el porcentaje de Selenio se calculan mediante el uso de las siguientes fórmulas:

$$\% \text{ Micro Rastreador} = \frac{M}{P} \times 100$$

$$\% \text{ de Selenio} = \% \text{ Micro Rastreador} \times .02$$

Como se observa en la mezcla experimental, el Micro - Rastreador de Selenio contiene el 2% de Selenio puro, lo cual quiere decir que la mezcla de MR-Se al 2 % debe contener 20 Grms. por Kg. de Selenio puro.

En 1,000 Grms. de mezcla debe haber 1 gramo de MR-Se al 2% en 50 Grms., de muestra de esa mezcla (del lote de 500 Grms. que se dividió en 10) deben existir 0.05 Grms., de MR-Se al 2% lo cual quiere decir que existe 1 Mg. de Selenio puro en cada 50 Grms., de mezcla y por lo tanto 20 ppm de Selenio añadido.

La variación en el recobrado puede fluctuar en un promedio de 10% (0.055 Grms. - 0.045 Grms.), al igual que el promedio calculado del contenido de Selenio, que podría estar dentro de un 10% de la especificación de la mezcla ( 6 ).

El segundo subbote de 500 Grms., de la mezcla en experimento fue enviado a Analytical Research Co.\* para ser analizado por medio de absorción atómica, para determinar Selenio en la mezcla total y en el acemite usado para determinar por diferencia el Selenio que aportaba el MR-Se al 2%.

Con el objeto de determinar la cantidad de Rastreador usado y el tiempo óptimo de mezclado, se realizó un muestreo de la siguiente forma:

Se usaron tres niveles de Rastreador (2.5, 5 y 10 grms.) y se tomaron muestras de la mezcladora a los 0, 5, 10, 15 y 20 minutos, siendo esta última en relación al producto terminado, es decir la muestra se toma del costal una vez acabado el proceso, como se muestreó en un 10% de los costales obtenidos ( 3 de 30 ), el tiempo que corresponde a la muestra terminada es el promedio entre el pri-

\*. Análisis efectuado por:  
ANRESCO  
Analytical Research Co.  
San Francisco, Cal.



mer costal (15 minutos) y el último en llenarse ( 25 minutos), ya que la selección de éstos se realizó al azar y de cada uno de ellos se tomaron 8 submuestras. Sin embargo podría suceder que a los 0 minutos, por un efecto de mala mezcla, se colectara en la muestra a todo el rastreador, generando así un efecto acarreado. Por esta razón, se realizó otro muestreo, en otro lote de alimento a los tiempos 5, 10, 15 y 20 minutos de mezclado. Siguiendo la misma idea, un tercer muestreo sólo consideró los tiempos 10, 15 y 20 minutos y un cuarto, tomando muestras a los 15 y 20 minutos de mezclado. En el cuadro No. 3 se explican estos procesos. Para cada paso se tomaron 8 submuestras para el análisis, con excepción del muestreo sobre producto terminado, en donde fueron 8 de 3 costales, dando un total de 24 submuestras para el tiempo de 20 minutos de mezclado.

Para esta prueba se utilizó una mezcladora con capacidad de 2 toneladas, vertical, de doble espiral, con motor de 15 caballos, marca "Prater Pulverizer Company" modelo "Blue Streak".

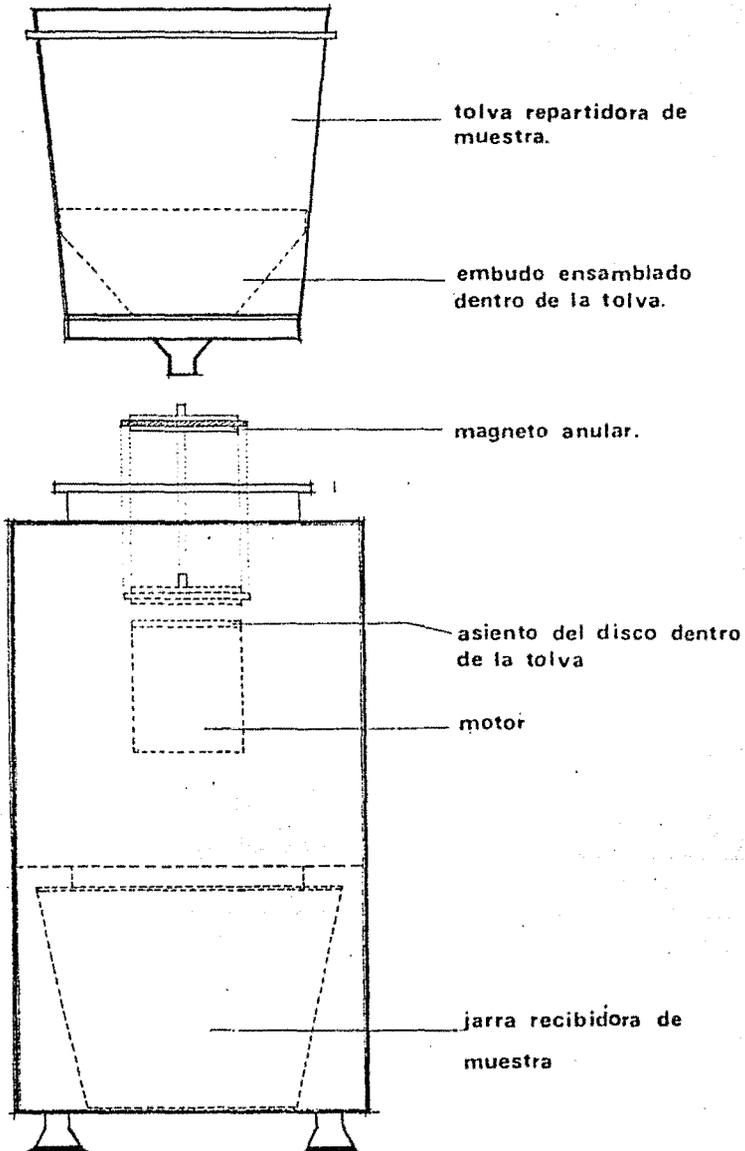
La determinación fue efectuada usando un detector de Micro Rastreador giratorio ( 9 ), figura No. 1. Este instrumento está diseñado para separar Micro Rastreadores F o RF procedentes de alimentos animales, premezclas u otros productos granulados o polvos, por

medio de uno o dos pasos de la muestra a través de este instrumento, el método es el siguiente:

Se utiliza un papel filtro "Whatman" No. 1 con un pequeño orificio en el centro, el cual es colocado en el magneto anular. Después de esto, el magneto se asienta en un disco que se encuentra adentro del bastidor de este instrumento, la tolva repartidora de muestra se atornilla dentro de la cabeza resaltada de plástico del bastidor y la jarra recibidora de muestra es insertada en la parte posterior más baja y abierta del bastidor.

La muestra puede ser de 500 Grms., o menos (en esta -- prueba se usaron 100 grms., para cada submuestra), la cual es vaciada dentro de la tolva repartidora de muestra y ésta es cubierta, el aparato es prendido (120 Volts), causando que el magneto gire y que la tolva repartidora vibre. Generalmente se toma menos de un minuto para pasar la muestra y cerca de un 90% o más del Micro Rastreador u otras partículas ferromagnéticas son detenidas como un anillo - de 2.5 cms., de diámetro sobre el magneto anular. Después de esto, se apaga la fuente de poder, la tolva es removida y el magneto junto con el papel es retirado. Posteriormente se procede a la cuenta de las partículas de Micro Rastreador, agregando lentamente 10 gotas

figura 1



de Etanol al 65%, repartiéndolas en el centro del eje del magneto, - de tal forma que se expanda radialmente a través del anillo de hierro depositado, tiñendo el Micro Rastreador para producir un veteado en forma radiante (el número de vetas está en función lineal del número de partículas de Micro Rastreador), finalmente el papel es re movido del magneto y se coloca en una platina caliente y cuando éste está seco, los sobrantes deben ser cepillados para que las vetas coloreadas puedan ser fácilmente identificadas.

El análisis estadístico de la información se realizó utilizando el Statistical Analysis System (S. A. S.), según las indicaciones de Barr y Goodnight (1972). Para esto, los datos fueron perforados y procesados en el Centro de Estadística y Cálculo del Colegio de Postgraduados, Chapingo, Edo. de México, utilizando la computadora I.B.M. 370-140.

Los métodos usados fueron el de comparación de medias, - análisis de varianza y análisis de regresión, todo esto de acuerdo a lo indicado por Steel y Torrie (1961).

## V.- RESULTADOS Y DISCUSION

### Resultados de la Determinación de Lisina

#### (Prueba de Laboratorio)

La primera observación que se hizo por medio del método de Micro Rastreador fue cualitativa, es decir, la sola presencia de color azul en el papel filtro, indicó que había Micro Rastreador F azul en la muestra tomada y por consiguiente había Lisina.

La prueba cuantitativa se muestra en el cuadro No. 4, - donde se observa que el número de partículas estimadas por obtener está entre 22.9 y 28.05, por lo que solamente dos de las muestras (muestra No. 3 y muestra No. 5), caen fuera del rango esperado del número de partículas, lo cual no es significativo ya que éstas no se alejan demasiado de éste, esto quiere decir que la mezcla tiene buena homogeneidad y si la muestra No. 3 está por arriba del rango esperado, se compensa con la muestra No. 5 que está por debajo de lo esperado.

El promedio de partículas contadas en las 10 muestras, -- fue de 25.6, siendo un valor incluido dentro del rango esperado. -

Este dato quiere decir que la Lisina se encuentra en la cantidad deseada en la mezcla y la distribución del ingrediente es buena.

Los resultados de la Determinación de Lisina (prueba de campo) fueron los siguientes:

Al igual que la prueba anterior, la prueba cualitativa resultó ser positiva.

Los resultados cuantitativos se muestran en el cuadro No. 5, en éste se observa que el número de partículas esperadas es de 13.34 a 17.53 y únicamente las muestras No. 3,4 y 6 caen fuera del rango esperado del número de partículas, esto puede deberse a que la cantidad de muestra utilizada, fue más pequeña de lo aconsejable en el método, sin embargo, el resultado del promedio del total de muestras analizadas (14.2) cae dentro del rango esperado.

Como el muestreo se hizo de diferentes lotes del alimento terminado, se deduce que el mezclado fue efectivo, aunque no perfecto. Por lo tanto el ingrediente rastreado (Lisina), se distribuyó bien y se encuentra en la cantidad deseada.

En cuanto a la determinación de Selenio (Prueba de Laboratorio), los resultados se muestran en el cuadro No. 6. En éste se

observa que los resultados de cada una de las muestras caen dentro del rango esperado, exceptuando las muestras No. 5, 6 y 7 que se desvían ligeramente, a lo esperado en 2.5, 2.2 y 2.6 ppm. respectivamente, pues como se observa en el cuadro No. 7, se han hecho comparaciones entre el Selenio encontrado químicamente y el encontrado por medio de Micro Rastreadores, habiendo diferencias de 2.6 ppm. como máximo (con especificación de Selenio a 40 ppm) y de 6.7 ppm (con especificación de Selenio a 100 ppm). Por lo anterior se considera que los resultados obtenidos son satisfactorios, más aún el promedio de los resultados obtenidos contiene 20.7 ppm, habiendo sido calculadas 20 ppm, al formularse la mezcla.

Los resultados de la muestra enviada a Micro Tracers, se muestran en el cuadro No. 8, en donde se observa que en la muestra "A. (mezcla de Acemite y MR-RF-SE 2%,) se encontraron 18.5 ppm de Selenio, mientras que en la muestra "B" (Acemite) contenía 0.69 ppm. , lo que indica por diferencia que el Selenio que le fue agregado al Acemite fue encontrado en una cantidad de 17.8 ppm.

La diferencia que hay entre el Selenio encontrado por medio de Micro Rastreadores y por medio del método Químico, puede ser debida a que en el primero se muestreó de diferentes partes de la

mezcla, mientras que en el análisis químico, éste fue hecho solamente una vez. Esta diferencia es pequeña y comprueba que el método de Micro Rastreadores es tan efectivo como el Químico.

Para la determinación de selenio ( prueba de campo), hubo una interferencia al tratar de recobrar el Micro Rastreador de Selenio; interferencia que es debida a que se utilizó en la premezcla para ese alimento, roca fosfórica, la cual contenía limaduras férricas provenientes del molino, por lo cual la prueba gravimétrica mostró partículas férricas adicionales que confundieron el valor real de las partículas de Micro Rastreador RF-Se 2%.

Para determinar la cantidad de rastreador a usar y el tiempo óptimo de mezclado, se obtuvieron los siguientes resultados:

En el lote al cual se le agregó 2.5 grms. de Micro Rastreador, Cuadro No. 9 , se observa que en todas las mezclas el tiempo óptimo de mezclado es a partir de los 10 minutos, siendo el promedio de las mezclas a este tiempo de  $4.17 \pm 1.69$ , por lo que cae dentro del rango esperado (5.06 a 6.19). Como se puede ver, en la mezcla número 2, a los 5 minutos de mezclado, el resultado está dentro de lo esperado, por lo que fue necesario, para obtener mayor seguridad, promediar los resultados de cada uno de los tiempos de las

4 mezclas.

Para el lote con 5 grms. de Micro Rastreador, el tiempo óptimo de mezclado fue el mismo que el anterior, (Cuadro No. 10), el promedio de partículas encontradas en las mezclas ( $8.17 \pm 2.20$ ), cae dentro de lo esperado (10.13 a 12.38), aunque el resultado de la mezcla 2 en este tiempo no lo está, por lo que se podría afirmar que el tiempo óptimo de mezclado, se encuentra entre los 10 y los 15 minutos. En la mezcla número 2, se observa que a los 5 minutos, el resultado está dentro del rango esperado.

En el lote con 10 grms. de Micro Rastreador, el tiempo óptimo de mezclado es también a los 10 minutos (Cuadro No. 11). Ahí se muestra que el promedio de mezclas a los 10 minutos es de  $17.71 \pm 3.7$ , lo cual está dentro del número esperado de partículas (20.25 a 24.75). Aunque en la mezcla 3 en el tiempo mencionado y a los 15 minutos, dichos resultados no se encuentran dentro de lo esperado, pudiendo deberse esto a que en esta mezcla, se le agregó la melaza antes de terminar de vertir los demás ingredientes del alimento, lo que pudo enmascarar algunas partículas al principio de la mezcla, ya que una vez que se deshacen los terrones de ésta y el -

alimento queda homogéneo, las partículas férricas quedan liberadas y - consecuentemente puedan recuperarse sin ningún problema. Esto se de muestra al tiempo de 20 minutos de dicha mezcla, el cual está perfec tamente dentro del rango esperado.

Cabe hacer notar que en este lote con la cantidad máxima de concentración de Micro Rastreador usado en este experimento, el conteo de partículas fue dificultoso, ya que algunas de ellas queda ban demasiado cerca unas de otras y al momento de colorearse, algu nas manchas se enmascaraban con el color de la partícula más próxima.

El cuadro No. 12, muestra los promedios de los tiempos de cada lote, en donde se confirma comparativamente que el tiempo - óptimo mínimo de mezclado para las 3 diferentes concentraciones de - Micro Rastreador usado en este experimento, es de 10 minutos, pero - como se explicó anteriormente, al no ser total en todas las muestras - ya que algunos resultados no tuvieron los valores dentro de lo espera do, se puede decir que el tiempo óptimo de mezclado está entre 10 y 15 minutos.

En cuanto a los resultados para saber la cantidad óptima de Micro Rastreador a usar, se analizaron los datos obtenidos de cada costal, en los 3 diferentes lotes, encontrándose lo siguiente:

En el Cuadro No. 13 del lote con 2.5 Grms. de Micro - Rastreador, el costal "A" de la mezcla 1, 2 y 3 y el costal "C" de la mezcla 3, están fuera del número esperado de partículas, que es de 5.06 a 6.19, por lo que tomando en cuenta el número total de costales y los que caen fuera de lo esperado, hay un porcentaje de error de 33.33% (ésto es, sin tomar en cuenta la desviación estandar).

El lote con 5 grms. de Micro Rastreador (Cuadro No. 14) muestra un 41.66% de error, ya que las muestras: costal "C" de la mezcla 1, costales "B" y "C" de la mezcla 2, costal "C" de la mezcla 3 y costal "B" de la mezcla 4, caen fuera del rango esperado - (10.13 a 12.38).

Para el lote con 10 grms. de Micro Rastreador, Cuadro No. 15, los resultados fueron similares al lote con 2.5 grms. de Micro Rastreador, ya que el porcentaje de error fue de un 33.33%, saliendo del rango esperado 4 resultados (costales "A" y "B" de la mezcla 1; costal "C" de la mezcla 3 y costal "C" de la mezcla 4).

Por todo lo anterior, con respecto a las diferentes concentraciones, comparando los resultados de los 3 lotes, se puede considerar un mínimo de 3 costales para tener una mayor exactitud ya que

al promediar éstos, se puede ver que 3 de las 4 mezclas, en cada una de las 3 diferentes concentraciones, se encuentran dentro del -- rango esperado.

Al ver los coeficientes de variación existentes para las - concentraciones de 2.5, 5 y 10 gr. (30.05, 19.51 y 15.54 % res-- pectivamente) se puede inferir que habrá mayor exactitud al utilizar 10 gr. de rastreador.

**CUADRO N° 4**  
**RESULTADOS DE LA DETERMINACION DE LISINA**  
**(PRUEBA DE LABORATORIO)**

**N° DE PARTICULAS ESTIMADAS POR OBTENER: 22,9-28,05**

**MUESTRA NUMERO                      N° DE PARTICULAS EN 50 GRS.**

1	24
2	26
3	31
4	24
5	21
6	27
7	25
8	25
9	26
10	27
PROMEDIO DE MUESTRAS = 25.6	

CUADRO N° 5

RESULTADOS DE LA DETERMINACION DE LISINA  
(PRUEBA DE CAMPO)

N° DE PARTICULAS ESTIMADAS POR OBTENER 13.34 -17.53

MUESTRA NUMERO                      N° DE PARTICULAS EN 50 GRS.

1	14
2	14
3	11
4	12
5	15
6	18
7	15
8	14
9	14
10	15
PROMEDIO DE MUESTRAS = 14,2	

CUADRO N° 6

RESULTADOS DE LA DETERMINACION DE Se CON MR-Se 2%

( PRUEBA DE LABORATORIO )

MUESTRA NUMERO	CANTIDAD DE MR-Se 2% ENCONTRADO (en gramos)	CANTIDAD ESPERADA POR RECOBRAR EN 50 gramos
1	0.0545	0.045 - 0.055
2	0.0493	" "
3	0.0471	" "
4	0.0536	" "
5	0.0563	" "
6	0.0557	" "
7	0.0567	" "
8	0.0519	" "
9	0.0457	" "
10	0.0479	" "
PROMEDIO DE MUESTRAS =	0.0518 ( 20 ppm )	( 20 ppm )

CUADRO N° 7

PRUEBAS CON MICRO-RASTREADOR DE SELENIO "RF - Se"

FECHA	ESPECIFICACION	Se ENCONTRADO POR MR *	Se ENCONTRADO QUIMICAMENTE .*
3-04-75	20 ppm	20.1 ppm	19.4 ppm
"	20 ppm	21.9 ppm	19.4 ppm
"	20 ppm	22.8 ppm	20.2 ppm
"	20 ppm	20.0 ppm	21.0 ppm
"	20 ppm	23.9 ppm	21.8 ppm
"	20 ppm	22.5 ppm	21.8 ppm
"	20 ppm	20.9 ppm	20.0 ppm
"	40 ppm	40.8 ppm	44.2 ppm
"	40 ppm	41.2 ppm	38.5 ppm
"	40 ppm	42.8 ppm	41.3 ppm
"	100ppm(5a bolsa)	93.2 ppm	86.5 ppm
"	100ppm(10a bolsa)	105.9 ppm	100.0 ppm
"	100ppm(15a bolsa)	105.5 ppm	99.1 ppm

\* 10 grs. de muestra - METODO DE LA JARRA MAGNETICA .

\* 0.5 grs. de muestra - HECHO POR DUPLICADO, VALOR PROMEDIO.

ANALISIS HECHO POR: ANRESCO, SAN FRANCISCO CAL. U. S. A.

CUADRO N° 8

RESULTADOS DE LAS MUESTRAS ENVIADAS  
PARA SU ANALISIS A MICRO TRACERS; Y  
EFECTUADOS EN ANRESCO

MUESTRA	Se ENCONTRADO QUIMICAMENTE
"A"	1 8 . 5 ppm
"B"	0 . 6 9 ppm

CUADRO N° 9

RESULTADOS DE LA DETECCION DE MICRO-RASTREADOR  
 PARA ENCONTRAR EL TIEMPO OPTIMO DE MEZCLADO  
 LOTE CON 2.5 gramos de MR - F AZUL  
 NUMERO ESPERADO DE PARTICULAS : 5.06 - 6.19

TIEMPO	0'	5'	10'	15'	20'
MEZCLA 1	2.5 ± 0.76	3.13 ± 0.83	4.5 ± 0.93	4.5 ± 1.41	5.25 ± 1.75
" 2		3.75 ± 1.58	4.25 ± 0.89	4.38 ± 1.3	5.71 ± 1.27
" 3			3.75 ± 2.71	4.25 ± 1.28	5.01 ± 1.69
" 4				5.13 ± 1.36	5.58 ± 1.72
PROMEDIO =	2.5 ± 0.76	3.44 ± 1.26	4.17 ± 1.69	4.56 ± 1.32	5.39 ± 1.62

$$C.V. = \frac{1.62}{5.39} \times 100 = 30.05 \%$$

CUADRO N° 10

RESULTADOS DE LA DETECCION DE MICRO RASTREADOR  
 PARA ENCONTRAR EL TIEMPO OPTIMO DE MEZCLADO  
 LOTE CON 5 gramos de MICRO - RASTREADOR.  
 NUMERO ESPERADO DE PARTICULAS: 10.13 - 12.38

TIEMPO	0'	5'	10'	15'	20'
MEZCLA 1	6.25 ± 1.16	8.25 ± 1.39	8.5 ± 1.77	7.25 ± 3.33	10.54 ± 1.96
" 2		8.25 ± 1.98	7.38 ± 2.72	8.5 ± 3.51	10.08 ± 1.67
" 3			8.63 ± 2.07	8.63 ± 2.62	11.83 ± 2.32
" 4				11.25 ± 4.13	11.83 ± 2.18
PROMEDIO =	6.25 ± 1.16	8.25 ± 1.65	8.17 ± 2.20	8.9 ± 3.59	11.07 ± 2.16*

\* C.V. =  $\frac{2.16}{11.07} \times 100 = 19.51 \%$

CUADRO N° 11

RESULTADOS DE LA DETECCION DE MICRO RASTREADOR  
 PARA ENCONTRAR EL TIEMPO OPTIMO DE MEZCLADO  
 LOTE CON 10 gramos de MICRO-RASTREADOR.  
 NUMERO ESPERADO DE PARTICULAS: 20.25 - 24.75

TIEMPO	0'	5'	10'	15'	20'
MEZCLA 1	10.38 ± 3.38	13.0 ± 4.0	20.0 ± 2.51	19.25 ± 3.54	19.63 ± 3.23
" 2		17.25 ± 2.49	19.63 ± 2.13	18.13 ± 3.14	21.92 ± 3.62
" 3			13.5 ± 1.93	16.0 ± 3.93	21.38 ± 3.21
" 4				20.13 ± 2.75	20.96 ± 2.63
PROMEDIO =	10.38 ± 3.38	15.13 ± 3.9	17.71 ± 3.7	18.38 ± 3.56	20.97 ± 3.26

$$C.V. = \frac{3.26}{20.97} \times 100 = 15.54 \%$$

CUADRO N° 12

CUADRO COMPARATIVO DE LOS PROMEDIOS DE LAS MEZCLAS DE LAS TRES DIFERENTES  
 CONCENTRACIONES DE MICRO-RASTREADOR QUE SE USARON EN EL EXPERIMENTO  
 PARA DETERMINAR EL TIEMPO OPTIMO DE MEZCLADO

CONCENTRACION M-R	T 0'	I 5'	E 10'	M 15'	P 20'	N.E.D.P. *
2.5 gramos	2.5 ± 0.76	3.44 ± 1.26	4.17 ± 1.69	4.56 ± 1.32	5.39 ± 1.62	5.06 - 6.19
5.0 "	6.25 ± 1.16	8.25 ± 1.65	8.17 ± 2.2	8.9 ± 3.59	11.07 ± 2.16	10.13 - 12.38
10.0 "	10.38 ± 3.38	15.13 ± 3.9	17.71 ± 3.7	18.38 ± 3.56	20.97 ± 3.26	20.25 - 24.75

\* NUMERO ESPERADO DE PARTICULAS.

CUADRO Nº 13

RESULTADOS DE LA DETERMINACION DE LA CANTIDAD OPTIMA DE  
 MICRO-RASTREADOR A UTILIZAR. LOTE CON 2.5 grs. de M-R  
 NUMERO ESPERADO DE PARTICULAS : 5.06 - 6.19

MEZCLA	ANTES DE COSTAL	COSTALES			PROMEDIO/COSTAL/MEZCLA
		A	B	C	
1	3.66	4.63	5.13	6.00	5.25
2	4.13	6.38	5.63	5.13	5.71
3	4.00	4.75	5.88	4.38	5.01
4	5.13	5.75	5.88	5.13	5.58

% DE ERROR - 33.33 %

CUADRO N° 14

RESULTADOS DE LA DETERMINACION DE LA CANTIDAD OPTIMA DE  
 MICRO-RASTREADOR A UTILIZAR. LOTE CON 5gramos DE M - R  
 NUMERO ESPERADO DE PARTICULAS : 10.13 - 12.38

MEZCLA	ANTES DE COSTAL	COSTALES			PROMEDIO/COSTAL/MEZCLA
		A	B	C	
1	7.56	11.25	10.63	9.75	10.54
2	8.04	11.25	9.50	9.50	10.08
3	8.63	12.25	10.50	12.75	11.83
4	11.25	10.50	12.63	12.38	11.83

% DE ERROR = 41.66

CUADRO N° 15

RESULTADOS DE LA DETERMINACION DE LA CANTIDAD OPTIMA DE  
 MICRO-RASTREADOR A UTILIZAR. LOTE CON 10 gramos DE M-R  
 NUMERO ESPERADO DE PARTICULAS : 20.25 - 24.75

MEZCLA	ANTES DE COSTAL	COSTALES			PROMEDIO/COSTAL/MEZCLA
		A	B	C	
1	15.66	19.25	17.63	22.00	19.63
2	18.34	22.38	21.63	21.75	21.92
3	14.75	22.38	22.63	19.13	21.38
4	20.13	21.25	21.50	20.13	20.96

% DE ERROR = 33.33

## VI.- CONCLUSIONES

Los Micro Rastradores F, de acuerdo a los resultados indicados, pueden ser utilizados para comprobar la presencia y cantidad de un ingrediente determinado, como en el caso de la presente investigación, Lisina, así como su correcta distribución en el alimento formulado.

El tiempo utilizado para la detección de Micro Rastreadores, no es mayor a 2 minutos por cada muestra, lo cual es una ventaja sobre el análisis químico, además de ser mucho más económico.

El uso de Micro Rastradores permite un mejor control de calidad en alimentos balanceados para animales ya que es más práctico y efectivo que los demás métodos conocidos hasta la fecha.

La detección del Selenio, cuando se utilizan Micro Rastreadores RF-Se en la formulación de premezclas, es mucho más rápida y segura que el método químico y además mucho más económico, aunque puede haber interferencias por limaduras férreas, por lo que es aconsejable verificar, si los ingredientes a utilizar en la formulación, están libres de éstas, cuando se quiera utilizar Micro Rastreador RF-Se, pues la prueba es gravimétrica y altera los resulta-

dos, como en el caso de la roca fosfórica que confundió los resultados de esa parte en experimento del presente trabajo.

El tiempo óptimo de mezclado, se encuentra entre los 10 y los 15 minutos. La cantidad más indicada de Microrastreador, en pruebas cuantitativas, es de 10 grms. por tonelada ya que tiene un menor margen de error; sin embargo, 2.5 gramos de MR por tonelada pueden ser localizados con cierto grado de confiabilidad, y en pruebas cualitativas, ésta es la cantidad más adecuada para usar debido a su economía. Se infiere que aún usando menos MR que 2.5 gramos por tonelada podrán resultar igualmente exitosos.

## VII.- BIBLIOGRAFIA.

- 1.- Eisenberg, Sylvan. "Five minutes assays". Feedstuffs, p.p.35-36. August 19, 1961.
- 2.- Eisenberg, Sylvan. Proc. 9th. Ann. Meeting, Am. Assoc. Feed microscopists, June 19-21, p.p. 29 (1961).
- 3.- Eisenberg, Sylvan. "Statistics of distribution of colored particles in ideal systems and in feeds", Cereal Science Today, Vol. 7, No.4 p.p. 106, 108, 109 y 110. (1962).
- 4.- Eisenberg, Sylvan. "The tracer technique for determining dispersion of microingredients in dry mixes", Cereal Science Today, Vol. 9 No.8, p.p. 361, 362, 381. (1964).
- 5.- Micro Tracers, Inc. "Double strength Micro Tracer RF-Se assay in premixes", September 1976. Item F.
- 6.- Micro Tracers, Inc. "Double strength Micro Tracers RF-Se 2% " September 1976. Item E.
- 7.- Micro Tracers, Inc. "Intercontamination and mix uniformity study" Project D3,00-313, Test number 1.
- 8.- Micro Tracers, Inc. "Micro Tracer methods applicable to pelleted feeds. (1964).

- 9.- Micro Tracers, Inc. "Micro Tracer rotary detector, March 1975.  
Item H.
- 10.- Micro Tracers, Inc. "Quality assurance with Micro Tracers G.  
September 1976.
- 11.- Micro Tracers, Inc. "Quality assurance with new Micro Tracers  
F. September 1976.
- 12.- Micro Tracers, Inc. "The use of Micro Tracers (tm) in determining  
uniformity of formula animal feeds", (1976).
- 13.- Midgley Melvin C. "Quality control and microingredients", -  
Feedstuffs, June 5, 1965. p.p. 62-63.
- 14.- Sheppard, C. Basic principle of the tracer method. John Wiley  
and sons, New York (1962).