

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**DESARROLLO DOCUMENTAL E IMPLANTACIÓN DE LOS  
PRINCIPALES ANÁLISIS FÍSICO-QUÍMICOS EN UNA  
INDUSTRIA ALIMENTARIA CON RELACIÓN A UN SISTEMA  
DE ASEGURAMIENTO DE CALIDAD**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE  
QUÍMICA DE ALIMENTOS

PRESENTA

MARILUZ LÓPEZ ESPINOSA



EXAMENES PROFESIONALES  
FACULTAD DE QUÍMICA

MEXICO, D.F.

AÑO 2002





Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**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.

**Jurado asignado**

Presidente	Prof. Francisca Iturbe Chinas
Vocal	Prof. Ruth Villaseñor Gutiérrez
Secretario	Prof. Antonio José Pérez Alonso
1er. Suplente	Prof. Carlos Manuel Shelly Álvarez-Tostado
2do. Suplente	Prof. Maria Teresa Plata Jiménez

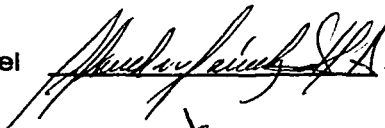
**Sitio donde se desarrollo el tema**

NORIS S.A. de C.V.  
Amores 1734. Colonia Del Valle  
C.P. 03100

Asesor: Antonio José Pérez Alonso



Supervisor técnico: Luz Sandra Sánchez del Ángel



Sustentante: López Espinosa Mariluz



## **AGRADECIMIENTOS**

**A el Doctor Antonio José Pérez Alonso por sus apoyo desinteresado.**

**A la Prof. Luz Sandra Sánchez del Ángel por sus sabios comentarios.**

**A todos los miembros del Jurado y a los maestros que forman parte de la universidad más importante de México.**

**A la empresa NORIS S. A. De C. V. y en especial a la Sra. Ma. Antonieta Rion.**

## **DEDICATORIAS**

A mi mamá por sus desvelos y sacrificios para concluir mis estudios. Y sobre todo por su apoyo incondicional.

A mis hermanas y a mi padre por estar conmigo en todo momento.

A la compañía CERREY S.A. de C. V. y en especial a: Ing. Ramón Torres de la Garza, Sra. Teresita del Niño de Jesús Diez, Ing. Estrada y C. P. Raúl Martínez por su ayuda desinteresada.

A Marce, Victoria, Marcela, Vicente, Juanis, Nanhiely, Karla, Laura, Ana, Javier, Flor, Miguel, Brenda, a los miembros del grupo 13 y a todos aquellos que me falte mencionar, por su amistad.

Y principalmente a aquella persona que hace posible nuestra existencia en el Mundo.

# Índice

## **1. Introducción**

### 1.1 Objetivos

## **2. Antecedentes**

### 2.1 Calidad

#### 2.1.1 Conceptos relacionados con la calidad

##### 2.1.1.1 Sistema de calidad

##### 2.1.1.2 Control de calidad

##### 2.1.1.3 Aseguramiento de calidad

### 2.2 Sistemas de Aseguramiento de Calidad

#### 2.2.1 ISO

##### 2.2.1.1 Organismo de enlace entre ISO y México

#### 2.2.2 ISO 9000

##### 2.2.2.1 ISO 9000:2000

##### 2.2.2.2 Requerimientos de ISO 9002:1994

#### 2.2.3 Niveles de documentación en el SAC ISO 9000

#### 2.2.4 Documentación de los instructivos

##### 2.2.4.1 Formato de presentación de los instructivos

### 2.3 Inspección y prueba

#### 2.3.1 Plan de inspección y prueba

#### 2.3.2 Puntos de inspección y prueba

##### 2.3.2.1 Recepción de materia prima

##### 2.3.2.2 Proceso

##### 2.3.2.3 Producto terminado

#### 2.3.3 Tipos de pruebas

#### 2.3.4 Análisis físico-químicos

### 2.4 Implantación

### 2.5 Auditoría interna

## **3. Metodología**

### 3.1 Documentación

### 3.2 Implantación

### 3.3 Auditoría interna

## **4. Resultados y discusión**

### 4.1 Resultados

#### 4.1.1 Documentación

4.1.1.1 Determinación de humedad por tratamiento térmico

4.1.1.2 Determinación de cenizas

4.1.1.3 Determinación de pH por el método potenciométrico

4.1.1.4 Determinación de fosfatos como  $P_2O_5$ . Método colorimétrico de vanado-molibdato

4.1.1.5 Determinación de azúcares reductores directos y totales

4.1.1.6 Determinación de cloruro de sodio

4.1.1.7 Determinación de proteína por el método micro-Kjendahl

#### 4.1.2 Implantación

#### 4.1.3 Auditoría interna

#### 4.2 Discusión

### 5. Conclusión

### 6. Bibliografía

### 7. Apéndices

#### ***Apéndice I***

Requerimientos de ISO 9002:1994 e ISO 9001:2000

Correspondencia entre ISO 9001:1994 e ISO/DIS 9001:2000

#### ***Apéndice II***

Equipo, material y reactivos necesarios para la realización de la metodología seleccionada

#### ***Apéndice III***

Determinación cuantitativa de fosfatos como  $P_2O_5$ . Método colorimétrico de vanadato-molibdato

Determinación de fosfatos

#### ***Apéndice IV***

Determinación de azúcares reductores directos y totales

#### ***Apéndice V***

Determinación de cloruro de sodio

#### ***Apéndice VI***

Determinación de proteína por el método micro-Kjendahl

## **1. INTRODUCCIÓN:**

Diariamente las empresas compiten por conseguir una mayor cantidad de ventas y de igual manera más clientes. Una de las estrategias de mayor éxito, es el brindar al cliente un producto o servicio que cumpla o sobrepase los requisitos de calidad establecidos.

Como guía para lograr esto, las empresas adoptan alguno de los Sistemas de Aseguramiento de Calidad (SAC) existentes, como son el Análisis de Riesgos y Puntos Críticos de Control e ISO 9000.

El Análisis de Riesgos y Puntos Críticos de Control (HACCP por sus siglas en ingles), es un sistema diseñado para minimizar o prevenir la posible ocurrencia de riesgos que puedan dañar la salud del consumidor, por lo que es necesario el desarrollo de acciones específicas para su prevención.

Sin embargo, el SAC más difundido es el formado por la serie de normas ISO 9000. Esta serie proporciona en buena medida los lineamientos para que una empresa cumpla con los requisitos mínimos de un sistema de calidad. La serie ISO 9000 aprobada en 1994 esta formada por las normas ISO 9001, 9002, 9003 y 9004.

Dentro de los requerimientos de las normas ISO 9001, 9002 y 9003 se especifica lo relacionado a la inspección y prueba de productos como materia prima, producto en proceso y/o producto terminado, las cuales son actividades que se desarrollan habitualmente en las industrias. De esta manera la empresa que adopte alguna de las normas mencionadas se ve obligada a establecer y mantener los procedimientos documentados para verificar que el producto (que recibe, produce o comercializa) cumple con los requisitos especificados.

El presente trabajo muestra solo una pequeña parte del desarrollo e implantación de los documentos de trabajo para el análisis de algunos componentes importantes en alimentos. Además pretende proporcionar información acerca de las actividades que se deben llevar a cabo en las fases de desarrollo de documentos, implantación y auditoria interna. Y así facilitar actividades similares en otras empresas del sector alimentario.



## **1.1 OBJETIVOS:**

Objetivo general:

- ◆ Realizar la documentación e implantación de los análisis fisicoquímicos de mayor uso en una industria alimentaria.

Objetivos específicos:

- ◆ Determinar la importancia de la documentación de los métodos analíticos como base fundamental para la certificación de una empresa del sector alimentario en la norma ISO 9002:1994.
- ◆ Elaborar la documentación para la implantación de los análisis fisicoquímicos correspondientes a:
  - ◆ Determinación de humedad.
  - ◆ Determinación de cenizas totales.
  - ◆ Determinación de pH.
  - ◆ Determinación de fosfatos como  $P_2O_5$ .
  - ◆ Determinación de azúcares reductores directos y totales.
  - ◆ Determinación de cloruro de sodio.
  - ◆ Determinación de proteína.
- ◆ Realizar auditorías internas para verificar la correcta aplicación de los análisis fisicoquímicos implantados en el área de Control de Calidad.
- ◆ Exponer las experiencias acontecidas durante el desarrollo de este trabajo a fin de colaborar con otras personas o empresas que estén involucradas en el desarrollo documental e implantación de los análisis de laboratorio,

## 2. Antecedentes

### 2.1 Calidad.

El término indispensable para este trabajo es el de calidad. Existen diversas definiciones, como:

Calidad es

- Adecuación al uso. (Joseph Juran)<sup>1</sup>
- Cumplimiento de las especificaciones. (Phillips Crosby)<sup>1</sup>
- Perdidas mínimas ocasionadas a la sociedad durante la vida útil del producto. (Genichi Taguchi)<sup>1</sup>
- Satisfacción del cliente a los más bajos costes. (Armand V. Feigenbaund)<sup>2</sup>
- Cumplir o mejorar las expectativas del cliente.<sup>2</sup>
- Apego a las especificaciones.<sup>3</sup>
- Satisfacción del cliente.<sup>4</sup>

Estas definiciones solo representan ciertos elementos de la calidad.

Sin embargo, la definición más adecuada para el propósito de este trabajo es la que menciona la Norma Mexicana, en donde calidad es "el conjunto de características de un elemento que le confiere la aptitud para satisfacer necesidades explícitas o implícitas."<sup>5</sup>

Aquí el término calidad se puede aplicar a todo tipo de actividades que realicen las personas (proveedor, empresa u organización), que proporcionen algún producto o servicio requerido por el cliente o consumidor.

De tal manera que para obtener productos que satisfagan las necesidades del cliente es necesario:

1) comenzar por conocer los requisitos o características del producto; 2) hacer el desarrollo del producto, en esta fase se deben fijar y controlar los límites de tolerancia o especificaciones para las diferentes características; 3) y por último establecer como se verificarán y controlarán las especificaciones que se han fijado para el producto.

Es necesario mencionar que para obtener un producto de calidad, no es suficiente con responsabilizar a un área de la empresa, se requiere de la participación de todas las áreas y por lo tanto del compromiso de todo su personal para lograr la satisfacción del cliente.

### **2.1.1 Conceptos relacionados con la calidad**

A lo largo de la historia de la calidad han surgido diversos conceptos vinculados con este tema, como son: control de calidad, control estadístico de proceso, aseguramiento de calidad, control total de calidad, sistema de calidad, calidad total, etcétera. A continuación sólo se hablará de tres de ellos, ya que son los que se mencionan con mayor frecuencia en el sistema de aseguramiento de calidad ISO 9000.

#### **2.1.1.1 Sistema de calidad**

*"Es la estructura organizacional y los procedimientos, procesos o recursos necesarios para implantar la administración de calidad".*<sup>5</sup> Es decir, es la base para asegurar la calidad durante todo el ciclo productivo.<sup>1</sup>

#### **2.1.1.2 Control de calidad**

Son las *"técnicas y actividades de carácter operacional utilizadas para cumplir los requisitos para la calidad."*<sup>15</sup> Así el control de calidad tiene como función confirmar que todo sale según lo previsto. Y pone en marcha los mecanismos establecidos para que se apliquen las medidas correctivas oportunas en caso de desviación en las características del producto.

Hay que recalcar que al aplicar el control de calidad no se pretende solamente cumplir con las normas de la empresa, sino que la meta debe ser cumplir con las expectativas del cliente.<sup>6</sup>

#### **2.1.1.3 Aseguramiento de calidad**

Es el *"conjunto de actividades planeadas y sistemáticas implantadas dentro del sistema de calidad y demostradas según se requiera para proporcionar confianza adecuada de que un elemento cumplirá los requisitos para la calidad."*<sup>15</sup> Con esto se reconoce que las funciones del aseguramiento son garantizar la satisfacción del cliente y la mejora continua.

## 2.2 Sistemas de Aseguramiento de Calidad

El término Sistema de Aseguramiento de Calidad (SAC) involucra a los conceptos antes mencionados y consecuentemente a las actividades que en ellos se mencionan. En el SAC se pretende eliminar la idea de que la calidad sólo es responsabilidad de un área o departamento de la empresa u organización, como se consideraba anteriormente con el control de calidad.

En la figura 2.1 se muestra un ejemplo de las diferencias entre el control de calidad y un SAC.

Control de calidad	Sistema de aseguramiento de calidad
Se enfoca al producto	Se enfoca a todas las actividades de la empresa
Separa los productos correctos de los defectuosos	Impide la fabricación y comercialización de productos defectuosos
Se localiza y desarrolla en el departamento de Control de Calidad	Se localiza y desarrolla en todos los departamentos de la empresa
Funciona de forma independiente del área de producción	Incorpora el área de producción
Funciona de forma independiente de las compras y compradores	Incorpora los suministradores como parte del sistema
Se relaciona remotamente con el cliente	Incorpora la cliente como parte fundamental del sistema
Funciona paralelamente con inspecciones externas (inspección de tercera parte)	Se auto-inspecciona y revisa (auditorías internas)
El responsable principal es el Jefe de Control de Calidad	El responsable principal (debe ser) el Gerente de la empresa
Su costo se clasifica como costo de evaluación	Su costo se clasifica como costo de prevención
Incorpora costos debidos a fallos	Evita los costos por fallos

Figura 2.1 Diferencias entre el control de calidad y el Sistema de Aseguramiento de la Calidad.<sup>7</sup>

Existen diferentes SAC como los que se muestran en la figura 2.2 La elección de alguno de ellos dependerá del tipo de empresa y de los requerimientos de sus clientes.

Hoy en día los SAC más conocidos y de mayor uso por parte de las empresas son la serie ISO 9000 y el Análisis de Riesgos y Puntos Críticos de Control (HACCP por sus siglas en ingles).

Sistema de aseguramiento de calidad	Tipo de empresas	Función
HACCP	Sector alimentario	Prevención y minimización de riesgos que provoquen daños a la salud
ISO 9000	Todo tipo de empresas	La empresa se compromete a proporcionar productos o servicios con una calidad estandarizada.
QS 9000	Sector automotriz	La empresa se compromete a uniformar la calidad de los productos de la industria automotriz.

Figura 2.2 SAC más conocidos

La adopción de alguno de estos modelos de SAC tienen ventajas tales como:

- Disminución de los costos por mala calidad (desperdicios, reproceso, tiempo perdido, reinspección, pruebas, etcétera).
- Ayuda a la productividad, pues cuando la calidad de un producto o servicio aumenta, se disminuye la frecuencia de defectos, correcciones y ajustes, teniendo como resultado la disminución de los costos y la mejora de la productividad.
- Implica fijar y cumplir objetivos para la mejora continua.
- Se logra la participación de todo el personal de la empresa, ya que es preciso el trabajo en equipo para conseguir productos de calidad, además se enfatiza que los recursos humanos son sus elementos más importantes.
- Proporciona pruebas objetivas para demostrar la calidad de los productos o servicios.
- Mejora la imagen de la compañía.

Como se ha mencionado durante la adopción de un SAC, es imprescindible contar con la participación y cooperación de todos los niveles y miembros de la empresa,<sup>7</sup> con el fin de llegar a garantizar la satisfacción del cliente y la mejora continua de la empresa.

En la figura 2.3 se muestra un diagrama de los principales pasos para la adopción de un SAC.

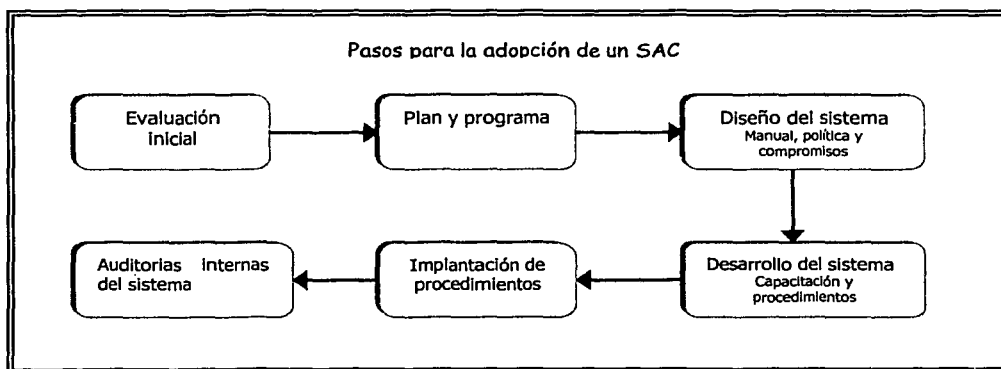


Figura 2.3 Pasos para la adopción de un SAC.

Pero la adopción de un SAC no es suficiente, es preciso comprobarle al cliente que la empresa cumple con los compromisos adquiridos, para ello es necesario que la empresa cuente con la certificación de un organismo externo a ella, ya sea una compañía nacional o internacional. Es decir, que una organización externa confirma que la empresa cumple con los requerimientos especificados en su sistema de calidad.

### **2.2.1 ISO**

ISO son las siglas de International Organization for Standardization (Organización Internacional de Normalización). Es una organización no gubernamental localizada en Ginebra, Suiza, que se fundó en 1947 con la misión inicial de desarrollar estándares en manufactura, comercio y comunicaciones para facilitar el intercambio internacional. En la actualidad ISO esta formada por 133 organizaciones, las cuales agrupan a los diferentes comités (216 comités técnicos).<sup>8</sup>

Los diferentes comités asumen el desarrollo o revisión de las normas o estándares. Dichos estándares son de carácter voluntario (aplicación no obligatoria) y cubren diversos aspectos, desde la determinación de la humedad en el café verde hasta normas de gestión ambiental (ISO 14000). El comité técnico (CT) 176, es el que se encarga de elaborar y modificar las normas o estándares relacionados con la administración de la calidad y el aseguramiento de la calidad.

La revisión de las normas ISO se realiza aproximadamente cada cinco años, con el fin de actualizarlas y/o adaptarlas a situaciones prevalecientes en el momento de su revisión.

Los pasos que se siguen para la elaboración o revisión de las normas son:<sup>9</sup>

- ♦ Se preparan los borradores de la propuesta, por parte de los grupos de trabajo.
- ♦ Los comités nacionales involucrados reciben el borrador final (borrador de trabajo o en inglés "working draft").
- ♦ Se realiza la votación para la aprobación del borrador por parte de los comités nacionales participantes.
- ♦ Se distribuye el borrador a todos los miembros de ISO para su modificación o aprobación.

- La aprobación lleva a la redacción final de la norma y como consecuencia su publicación por parte de la ISO.

#### **2.2.1.1 Organismo de enlace entre México e ISO**

En México el organismo oficial de enlace con ISO es la Dirección General de Normas (DGN) de la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial (SECOFI), a través del Comité Mexicano para la Atención de la Organización Internacional de Normalización (CMISO).

Dentro de los objetivos del CMISO se encuentra procurar que las realidades y necesidades de las empresas nacionales, así como de los consumidores; se consideren para la integración de las normas por los organismos internacionales de normalización. Además, se encarga de dar a conocer los avances sobre los trabajos que se desarrollan en la ISO.<sup>10</sup>

Aparte de la CMISO, la DGN cuenta con 48 subcomités para la atención de ISO. El subcomité 5 atiende lo relacionado con sistemas de calidad. Dicho subcomité está conformado por el Instituto Mexicano de Normalización y Certificación (IMNC) y por el Comité Técnico Nacional de Normalización de Sistemas de Calidad (CONTENNSISCAL). Éstos organismos participan en los comités de la ISO, asimismo son los encargados de la traducción de las normas. Las normas ya traducidas se distribuyen al comité, si son aprobadas se adoptan por la DGN como Normas Mexicanas (NMX), que son de carácter voluntario para las empresas.<sup>11</sup>

#### **2.2.2 ISO 9000**

Dentro de las normas desarrolladas por ISO se encuentran las relativas al sistema de aseguramiento de calidad (SAC), "la famosa serie ISO 9000." Estas normas se han convertido en la definición internacional de sistemas de administración de calidad. La razón fundamental es su carácter genérico, ya que describen un sistema patrón que permite la prevención de no conformidades, desde el desarrollo hasta el servicio posterior a la venta del producto o servicio. Son

normas que pueden ser usadas por todo tipo de organizaciones (de manufactura o servicio) y de todos tamaños.

La primera versión de la serie ISO 9000 se publicó en 1987, la segunda fue publicada en 1994 y la tercera se espera que se publique durante el último trimestre del año 2000.<sup>10</sup> En la figura 2.4, se observa la manera en la que se conforma la serie ISO 9000, así como algunas normas relacionadas con el aseguramiento de la calidad. La serie actualmente vigente es la ISO 9000:1994.

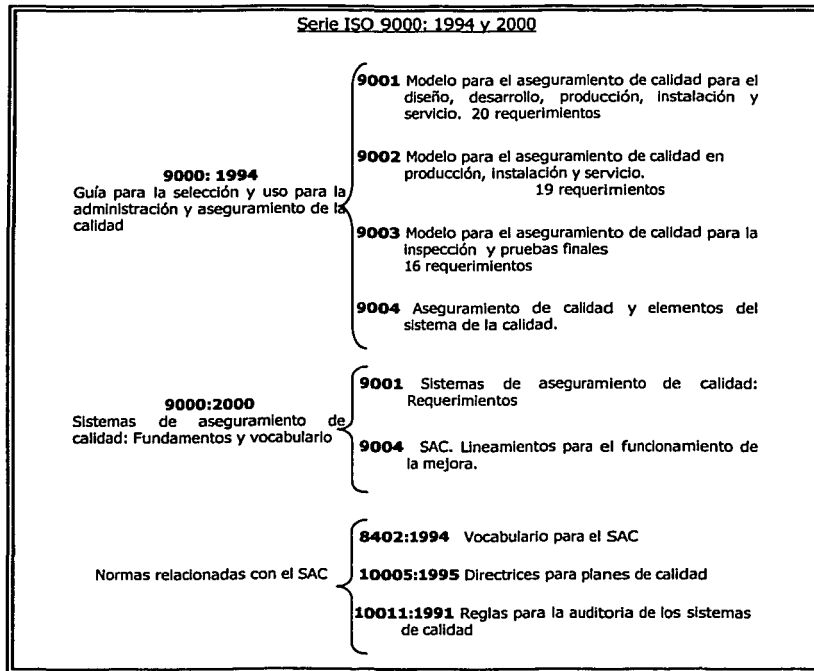


Figura 2.4 La serie de normas ISO 9000:1994, 9000:2000 y normas relacionadas

La adopción de alguna de las normas de la serie ISO 9000, dependerá de las necesidades, requerimientos e intereses que pueda cumplir la organización o empresa; así como de la norma que se encuentre vigente.



### 2.2.2.1 ISO 9000:2000

Como ya se ha mencionado, la revisión de las normas se realiza aproximadamente cada cinco años. Esto es con el fin de renovar y mejorar el SAC. Por consiguiente se trata de ampliar y mejorar los beneficios para todas las partes involucradas con la satisfacción del cliente.

En la actualización de la serie ISO 9000:2000 las modificaciones están enfocadas a la utilización de un solo SAC para todo tipo de empresas.

En la norma ISO 9000:2000 se está incluyendo el vocabulario para el sistema de calidad, que anteriormente estaba constituida por la norma ISO 8402:1994, e incorporan modificaciones con relación a los términos que se muestran en la figura 2.5.

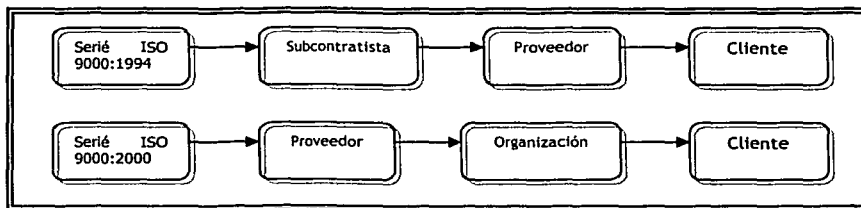


Figura 2.5 Modificaciones en términos de mayor uso en la serie ISO 9000

Además desaparecen las normas ISO 9002:1994 y 9003:1994, incorporándose en la tercera versión la ISO 9001:2000. Para observar las modificaciones que hay entre la segunda y tercera versión de ISO 9001, véase apéndice I.

La serie ISO 9000:2000, esta enfocada principalmente hacia la mejora continua de la calidad. Establece un enfoque más amplio en conocer las necesidades y lograr la satisfacción del cliente a través de la aplicación del sistema, incluyendo la prevención de no conformidades. Además en lo relacionado a los recursos humanos hace énfasis en temas como: conocimiento, capacitación, calificación y competencia laboral. De esta manera se pretende lograr la excelencia comercial de las empresas.<sup>12</sup>

En esta serie de normas se presenta gráficamente el modelo de integración (véase figura 2.6) de sus cláusulas principales, y por lo tanto hace más marcado el hecho de la interacción de todas las áreas, así como del personal, para llegar a la meta que es lograr la satisfacción del cliente y la mejora continua.

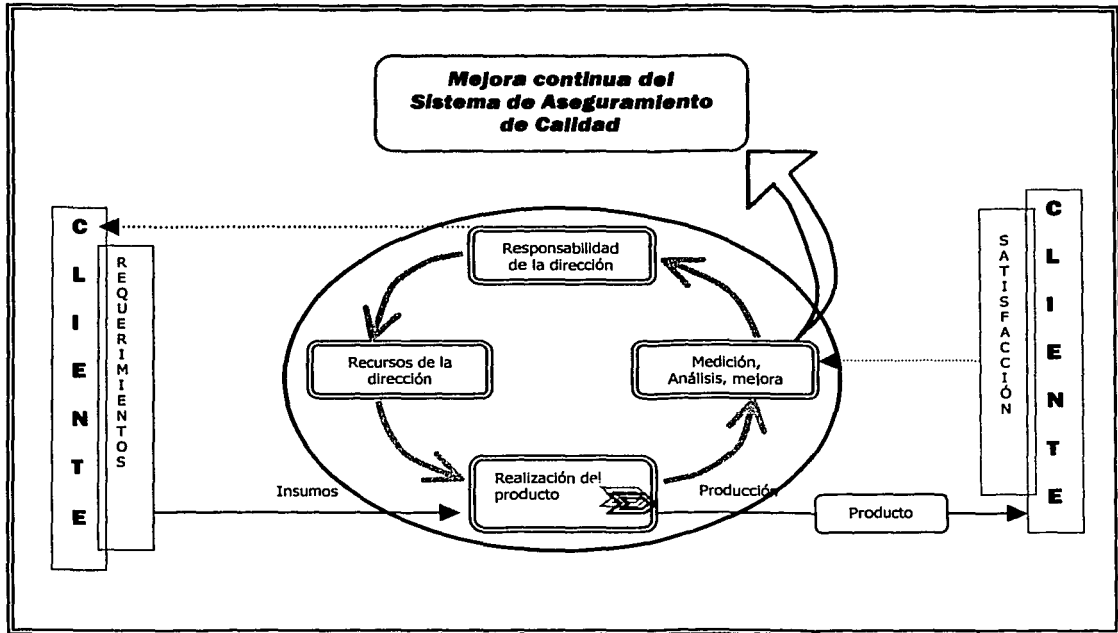


Figura 2.6 Círculo de mejora continua de la calidad

### 2.2.2.2 Requerimientos de ISO 9000:1994

Los requerimientos de las normas ISO 9001, 9002 y 9003 se presentan en la figura 2.7

Requerimientos	Norma ISO		
	9001	9002	9003
1. Alcance	✓	✓	✓
2. Normas de referencia	✓	✓	✓
3. Definiciones	✓	✓	✓
4. Requisitos del sistema de calidad			
4.1 Responsabilidades de la gerencia.	✓	✓	✓
4.2 Sistema de calidad.	✓	✓	✓
4.3 Revisión de contrato.	✓	✓	x
4.4 Control de diseño.	✓	x	x
4.5 Control de documentos.	✓	✓	✓
4.6 Adquisiciones.	✓	✓	x
4.7 Control de productos suministrados por el cliente.	✓	✓	✓
4.8 Identificación y seguimiento del producto.	✓	✓	✓
4.9 Control de proceso.	✓	✓	x
4.10 Inspección y pruebas.	✓	✓	✓
4.11 Equipo de inspección, medición y prueba.	✓	✓	✓
4.12 Estado de inspección y pruebas.	✓	✓	✓
4.13 Control de producto no conforme.	✓	✓	✓
4.14 Acciones correctivas y preventivas.	✓	✓	x
4.15 Manejo, almacenamiento, empaque, preservación y entrega.	✓	✓	✓
4.16 Registros de calidad.	✓		✓
4.17 Auditorías internas de calidad.	✓	✓	x
4.18 Entrenamiento.	✓	✓	✓
4.19 Servicio	✓	✓	x
4.20 Técnicas estadísticas	✓	✓	✓

Figura 2.7 Requerimientos de las normas ISO 9000:1994

### 2.2.3 Niveles de documentación en el SAC ISO 9000

Los procedimientos documentados del sistema de calidad, constituyen la base para la planeación y administración de todas las actividades que afectan la calidad. Estos procedimientos documentados deben describir las responsabilidades, niveles de autoridad y las interrelaciones del personal que administra, ejecuta, verifica o revisa el trabajo que afecta la calidad; como se ejecutan las diferentes actividades, la documentación a ser usada y los controles a ser aplicados.<sup>14</sup>

Para poder manejar toda la documentación anterior, es necesario segmentarla en diferentes niveles o estratos:

- El primero es el manual de calidad, es el documento maestro que describe el sistema de calidad de acuerdo con la política de calidad declarada y los objetivos establecidos para lograr la satisfacción del cliente, así como la norma de la serie ISO 9000 que se vaya a aplicar.

- ♦ El segundo son los procedimientos del sistema de calidad, donde se describen las actividades de cada unidad funcional (departamento o individuo), que son necesarias para la implantación del sistema.
- ♦ El tercer nivel son los documentos sobre la calidad, que describen instrucciones de trabajo detalladas. Es decir, se indica paso a paso, las actividades que debe llevar a cabo un individuo para realizar un trabajo específico.
- ♦ Y el cuarto nivel son los registros, que son las evidencias de que el sistema de calidad se esta aplicando.

En la figura 2.8 se muestra de manera gráfica la jerarquía de los niveles de documentación del sistema de calidad.

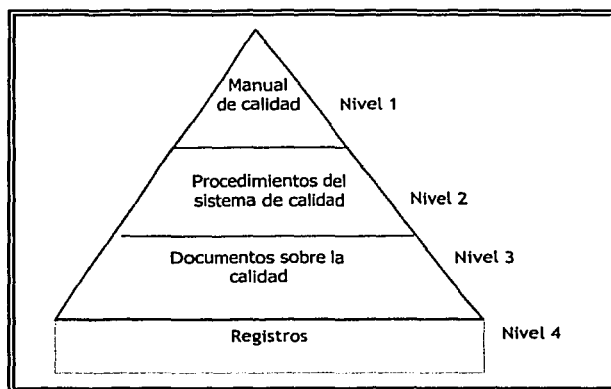


Figura 2.8 Jerarquía de la documentación del sistema de calidad<sup>8,14</sup>

#### 2.2.4 Documentación de los instructivos

El término documentación, se puede referir al registro que ilustra o comprueba una actividad<sup>15</sup>. Por lo tanto, para iniciar la documentación se requiere de la asignación del personal que realizará dicha actividad. La persona asignada debe saber que para documentar cualquier actividad se tiene que comprender como se hace y como cada paso dentro de una determinada actividad conduce al paso siguiente; además para que los documentos se comprendan claramente, deben representar la

verdadera descripción de las acciones y decisiones requeridas, indicando quien es el responsable para cada una de las acciones, así como cualquier precaución necesaria para evitar incidentes, accidentes, problemas, etcétera.<sup>16</sup>

Sin embargo, hay que subrayar que la documentación por si sola no alcanzara la calidad. Se pueden tener los mejores instructivos del mundo y generar continuamente productos no conformes. Por lo tanto para lograr la calidad deseada es necesario que el personal este conciente del papel que tiene en el SAC, además de la documentación adecuada para lograr la satisfacción del cliente.

Ahora bien, el término instrucciones, se refiere a la realización de actividades relacionadas con un trabajo específico. Así éstas describen las actividades y definen cómo se lleva a cado el trabajo.<sup>17</sup>

Para el desarrollo de las instrucciones se pueden tomar en cuenta los pasos de la figura 2.9.

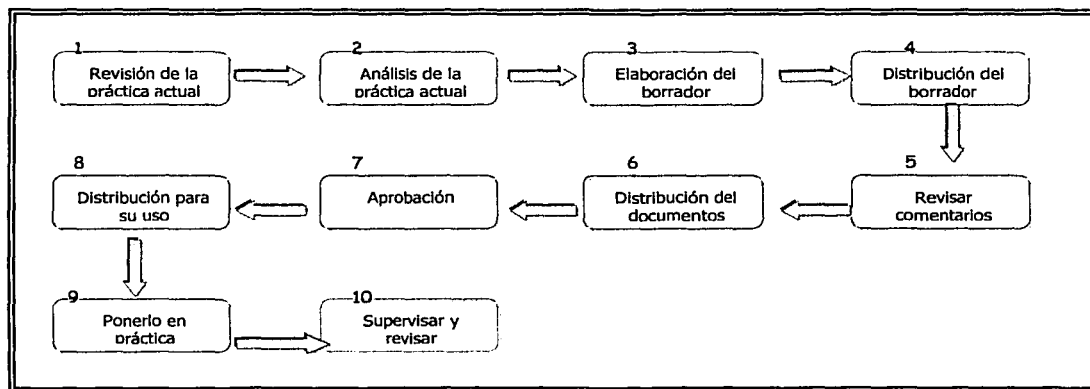


Figura 2.9 Pasos para la elaboración de documentos

Las instrucciones de trabajo deben ser escritas empleando un vocabulario sencillo, indicando el tipo, propósito y alcance de una actividad<sup>18</sup>:

- Qué debe hacerse y por quién;
- Cuándo, donde y como debe hacerse;
- Como debe controlarse y registrarse las actividades realizadas.

Es importante que durante la elaboración de los instructivos se cuente con la participación del personal que estará utilizándolo frecuentemente, ya que de esta manera se hace más sencilla la implantación del documento

#### 2.2.4.1 Formato de presentación de los instructivos

Una vez que se tiene toda la información que se plasmará en los instructivos, es de utilidad que todos tengan un mismo formato de presentación. El formato a utilizar dependerá de la empresa, en la figura 2.10 se muestra un ejemplo que puede ser útil en la presentación de documentos.

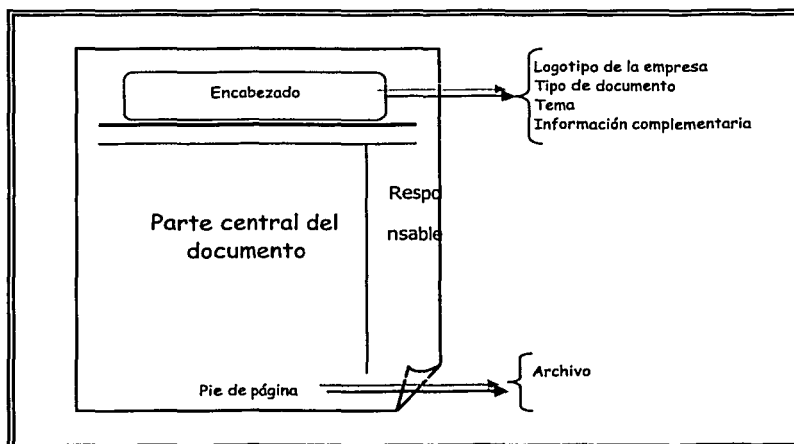


Figura 2.10 Formato para la presentación de un instructivo.

A continuación se menciona brevemente las partes que componen el formato de presentación de los instructivos,<sup>19</sup> las palabras con negrillas son de carácter obligatorio en los instructivos:

#### **Encabezado:**

- ◆ En el se incluye el logotipo de la empresa, tipo de documento, tema e información complementaria como inicio de vigencia, clave, revisión y página 1 de n.

*Parte central del documento:*

- 1.0 **Objetivo:** se indica el fin que se persigue al ejecutar el documento.
- 2.0 **Alcance:** se refiere al campo de aplicación del documento.
- 3.0 **Responsabilidades:** se indica quien o quienes son los responsables de la ejecución del documento.
- 4.0 **Referencias:** se enlista la bibliografía de apoyo para la ejecución del documento.
- 5.0 **Definiciones:** Se refiere a los términos poco usuales que se mencionan en el instructivo.
- 6.0 **Actividades:** es la secuencia de pasos para la ejecución del documento, como son:
  - ♦ **Fundamento del análisis.**
  - ♦ **Equipo.**
  - ♦ **Material.**
  - ♦ **Reactivos.**
  - ♦ **Procedimiento.**
  - ♦ **Cálculos**
- 7.0 **Formatos y anexos:** es el listado de todos aquellos registros útiles en el documento, aclaraciones, documentos de apoyo, etcétera.
- 8.0 **Autorización y emisión:** es este apartado están los nombres y firmas de las personas que elaboraron, revisaron, autorizaron y emitieron el documento.

*Pie de página*

- ♦ Archivo.

Una vez que se tiene la información debidamente documentada es necesario que ésta se encuentre debidamente archivada y controlada en el lugar donde se ocupará.

### **2.3 Inspección y prueba**

En los apartados anteriores se han tomado en cuenta aspectos generales para lograr la satisfacción del cliente. Esta sección se orientara a ciertas actividades que se pueden realizar en el Laboratorio de Control de Calidad (LCC), que son: inspecciones y pruebas realizadas a las materias primas,

producto en proceso y terminado. Dichas actividades son útiles para conocer y verificar que el producto que se le entrega al cliente cumple con las especificaciones acordadas entre él y la empresa.

Por tanto, es necesario definir los conceptos de inspección y prueba. La inspección es *“una actividad tal como la medición, comprobación, prueba o comparación de una o más características de un elemento y controlar los resultados con los requisitos especificados, a fin de establecer el logro de la conformidad para cada una de estas características”*.<sup>5</sup>

Mientras que la definición para prueba es *“operación técnica que consiste en la determinación de una o varias características de un producto, proceso o servicio dado, de acuerdo con un procedimiento especificado.”*<sup>20</sup>

Ambas actividades son complementarias. Su objetivo primordial es el control de un proceso o la determinación de aceptación de un producto. De igual forma las actividades que se llevan a cabo en el Laboratorio de Control de Calidad (LCC) deben asegurar que éstas se realicen de manera adecuada, para lograrlo se debe establecer en el sistema de calidad un plan de inspección y prueba, así como actividades afines para lograr la satisfacción del cliente.

### **2.3.1 Plan de inspección y prueba**

Es preciso por parte del LCC, que se incluyan algunos o la mayoría de los siguientes puntos en el plan de inspección y prueba de la empresa:<sup>21</sup>

- ♦ Los registros de todos los planes de inspección y pruebas, así como los documentos que sean relevantes para el aseguramiento de la calidad.
- ♦ La forma de verificación de la inconformidad de los insumos en relación con los requisitos especificados.
- ♦ La localización de cada punto de inspección y prueba para el aseguramiento de la calidad.
- ♦ Las características que serán inspeccionadas y probadas en cada punto. Los procedimientos, herramientas, reactivos, técnicas, criterios o calificación del personal requeridos.



- Los criterios para la liberación (aceptación) de insumos, producto en proceso o producto terminado, ya que estos no deben ser liberados hasta que todas las actividades especificadas proporcionen resultados satisfactorios, de manera que se asegure el cumplimiento de los requisitos del cliente interno o externo.
- Los lugares y actividades donde se requiera que las inspecciones o pruebas sean atestiguadas o ejecutadas por autoridades regulatorias.
- Los lugares y actividades donde sea requerido por el cliente o autoridad regulatoria el uso de terceras partes para efectuar actividades como la certificación del material, producto, proceso o personal.

### **2.3.2 Puntos de inspección y prueba**

La inspección se puede realiza en diferentes puntos, de esta manera se logra evaluar y verificar si el producto cumple con los requisitos establecidos, teniendo como consecuencia su aceptación o rechazo.

A continuación se comentan los diferentes puntos de inspección y prueba en los que se pueden y/o deben realizarse dichas actividades, así como los requerimientos que marcan las normas ISO 9000:1994 en el punto relacionado con la inspección y prueba.

#### **2.3.2.1 Recepción de materia prima**

*“La empresa debe asegurarse que el producto de entrada no sea utilizado o procesado (excepto en las circunstancias que se mencionan más adelante) hasta que haya sido inspeccionado o de otra manera verificado como conforme con los requisitos especificados. La verificación del cumplimiento con los requisitos especificados debe hacerse de acuerdo con el plan de calidad y/o los procedimientos documentados.*

*Para determinar la cantidad y la naturaleza de la inspección de recibo, debe considerarse el grado de control efectuado en las instalaciones del proveedor y los registros de evidencia de conformidad proporcionados.*

*Cuando se libere un producto de entrada previamente a su verificación para propósito de producción urgente, debe dársele una identificación evidente y hacerse un registro que permita su recuperación y reemplazo inmediato en el caso de no conformidad.”<sup>13</sup>*

Los insumos necesitan de la inspección y pruebas que permitan determinar su conformidad con los requisitos. La inspección de recepción se realiza en dos etapas: primero se identifican los bienes recibidos, se cuentan y se examinan visualmente, luego, si es preciso el personal lleva la muestra del insumo al área de Laboratorio de Control de Calidad para una revisión más a fondo.

La inspección de recepción tiene como propósito impedir que los insumos que no cumplen con las especificaciones establecidas ingresen al proceso de producción y den lugar a problemas, demoras o provocar que las características del producto terminado se encuentren por debajo de las especificaciones.<sup>22</sup>

#### 2.3.2.2 En proceso

*“La empresa debe:*

- a) Inspeccionar y probar el producto como se requiere en el plan de calidad y/o en los procedimientos documentados;*
- b) retener el producto hasta que hayan sido terminadas la inspección y pruebas requeridas o se haya recibido y verificado los informes necesarios, excepto cuando el producto sea liberado con procedimientos de recuperación claramente establecidos. La liberación con estos procedimientos no debe impedir las actividades definidas en el inciso anterior.”<sup>13</sup>*

Durante esta inspección se busca detectar las no conformidades en la etapa más temprana del proceso, por tanto su objetivo es impedir que se fabriquen productos que no cumplan con las especificaciones.

Por medio de este tipo de inspección se puede obtener información para la toma de decisiones acerca del producto, ya que de encontrar inconformidades, puede ser posible rectificar el producto no conforme y ajustar el proceso.

### 2.3.2.3 Producto terminado

*"La empresa debe llevar a cabo todas las inspecciones y pruebas finales de acuerdo con el plan de calidad y/o los procedimientos documentados para completar la evidencia de conformidad del producto terminado con los requisitos especificados.*

*El plan de calidad y/o los procedimientos documentados para la inspección y prueba final, deben establecer que todas las inspecciones y pruebas especificadas, incluyendo aquellas especificadas tanto en la recepción del producto como en el proceso, se han llevado a cabo y que los resultados cumplen con los requisitos especificados.*

*Ningún producto debe ser despachado hasta que todas las actividades especificadas en el plan de calidad y/o los procedimientos documentados hayan sido concluidas satisfactoriamente y los datos y la documentación asociada estén disponibles y autorizados." <sup>13</sup>*

Se considera producto terminado cuando el artículo o producto cumple con las especificaciones y puede ser utilizado.

Se exige la verificación de las características del producto, antes de ser enviado al cliente, por lo tanto permite evitar que se envíe a los clientes productos no conformes.

Se puede decir, que ésta inspección es la actividad más importante del aseguramiento de calidad, porque es la última oportunidad para que el productor verifique la conformidad general del producto con los requisitos establecidos por el cliente.

### 2.3.3 Tipos de pruebas

Ya que se conocen los puntos en donde se realizará la inspección, el paso siguiente será definir que tipo de pruebas se realizaran, así como las características a evaluar.

Los diferentes tipos de pruebas permiten la determinación de una o más características de algún producto, además de indicar si cumple o no con las especificaciones para el producto. Para determinar las diferentes características del producto es conveniente seleccionar el (los) tipo(s) de prueba(s) a utilizar, dependiendo de las características del producto que deseen conocer. En la figura 2.11 se muestran los tipos de pruebas utilizados en el análisis productos.

Tipo de pruebas	Microbiológicas	Sensoriales	Físico-químicas
Características	Permite conocer la calidad microbiológica.	Proporciona información de las características sensoriales del producto.	Proporciona información de las características físicas y/o químicas del producto.
Información que proporciona la prueba.	<ul style="list-style-type: none"> <li>↻ Valorar las normas de higiene utilizadas en la elaboración y manipulación del producto.</li> <li>↻ Conocer las posibles fuentes de contaminación</li> <li>↻ Detectar la posible presencia de flora patógena que suponga un riesgo para la salud del consumidor.</li> <li>↻ Establecer en que momento se producen fenómenos de alteración en los diferentes productos, con el fin de determinar su periodo de conservación.</li> </ul>	Evaluar las características de un producto, las cuales son percibidas por los sentidos humanos, pueden ser: <ul style="list-style-type: none"> <li>↻ Apariencia: color, tamaño, forma.</li> <li>↻ Olor: compuestos volátiles.</li> <li>↻ Gusto: dulce, amargo, salado y ácido.</li> <li>↻ Textura: dureza, viscosidad, granulosisidad.</li> <li>↻ Sonido: crujido, efervescencia.</li> </ul>	Verificar que las características físico-químicas más importantes cumplen con las especificaciones establecidas. Las cuales pueden ser: <ul style="list-style-type: none"> <li>↻ Pureza de un compuesto o producto,</li> <li>↻ Composición,</li> <li>↻ Color,</li> <li>↻ Dureza, viscosidad, etcétera.</li> <li>↻ Verificar si el producto cumple con lo establecido en normas nacionales o internacionales</li> <li>↻ Conocer las posibles fuentes o causas de contaminación o adulteración.</li> </ul>

Figura 2.11 Tipos de pruebas empleados.

Pero además del tipo de prueba a utilizar, es importante que los métodos analíticos que se elijan para analizar el producto sean recomendados por organizaciones internacionales relevantes o por una norma oficial.<sup>23</sup> Los métodos pueden ser:

- Métodos estándar:

Están desarrollados por organizaciones de prestigio como ASTM (American Society for Testing and Materials), la AOAC (Association of Oficial Analytical Chemists).<sup>24</sup> Son métodos de probada exactitud y precisión. Estos métodos han sido sometidos a numerosos ensayos por un gran número de analistas y laboratorios. Por lo tanto puede prescindirse de su validación por parte del laboratorio, a menos que se hayan efectuado algunas modificaciones o se apliquen a matrices diferentes para las que fueron desarrolladas.<sup>22</sup>

La validación de un método tiene como objetivo demostrar estadísticamente que un método es preciso, reproducible, exacto, lineal, específico y selectivo.

- ♦ **Métodos oficiales:**

Son métodos cuyo uso es exigido por organismos gubernamentales como la Dirección General de Normas (DGN) para satisfacer la regulación nacional. Estos métodos han sido previamente validados, es decir, que se ha demostrado formalmente que poseen características analíticas definidas en términos de exactitud, precisión, sensibilidad, selectividad, rango de linealidad y robustez.<sup>23</sup>

- ♦ **Métodos de revistas analíticas o libros:**

En el caso de estos métodos analíticos, se deberán someter a estudios de validación previa a su uso en el laboratorio,<sup>23</sup> además de que los resultados de la validación deberán ser comparados con los resultados de un método estándar.

#### **2.3.4 Análisis físico-químicos**

Los análisis físico-químicos permiten conocer cualitativa y/o cuantitativamente los constituyentes presentes en los alimentos. La determinación de alguno de los constituyentes dependerá de la relevancia que represente su análisis para la empresa.

Al mismo tiempo, la utilización de alguno de los análisis físico-químicos dependerá de las especificaciones con las que deba cumplir el producto a analizar, así como de los recursos con los que cuente el Laboratorio de Control de Calidad (LCC).

Entre los análisis físico-químicos utilizados frecuentemente en el LCC, se encuentran aquellos que proporcionan información de los componentes mayoritarios presentes en los alimentos, como las determinaciones de: humedad, cenizas, pH, azúcares reductores directos y totales, proteína y grasa. Además, también se pueden determinar aquellos componentes que solo deben encontrarse en una cantidad específica como son: aditivos o contaminantes.

En la figura 2.12 se muestran los análisis físico-químicos que pueden ser usados con mayor frecuencia en los LCC de las empresas del sector alimentario.

Determinación	¿Qué se determina?	Función de los compuestos a determinar	Métodos de determinación
Humedad <sup>29, 30, 32, 33, 34</sup>	Cantidad de agua en un producto.	<ul style="list-style-type: none"> <li>⊕ Infiere en la estructura, aspecto y sabor de los productos.</li> <li>⊕ Sirve como reactivo y medio de reacción<sup>29, 32</sup></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>⊕ Gravimétrico: pérdida de peso por la evaporación del agua.</li> <li>⊕ Volumétrico: destilación y condensación del agua presente.</li> <li>⊕ Químico: titulación de la cantidad de agua (Karl Fisher)</li> <li>⊕ Instrumentales como el análisis térmico gravimétrico.</li> </ul>
Cenizas <sup>29, 31, 36</sup>	Residuo inorgánico (minerales) que queda después de incinerar la materia orgánica (500-550°C)	<ul style="list-style-type: none"> <li>⊕ Controladores del pH</li> <li>⊕ Retención de agua</li> <li>⊕ Sirve como indicador de calidad o grado en algunos productos.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>⊕ Gravimétricos: Incineración de la materia orgánica</li> <li>⊕ Instrumentales: conductividad eléctrica</li> </ul>
Acidez y pH <sup>29, 32, 38</sup>	Contenido total de ácido que puede titularse. La concentración de iones hidrógeno presentes.	<ul style="list-style-type: none"> <li>⊕ Control de procesos de fabricación o de insumos, ya que:</li> <li>⊕ puede servir como inhibidor del desarrollo microbiano o para prevenir que se afecten diversas propiedades de los alimentos</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>⊕ Volumétricos (indicador de color): por medio de titulaciones ácido base, utilizando indicadores que cambian de color a valores de pH específicos o se puede determinar con facilidad utilizando papel pH</li> <li>⊕ Instrumentales: métodos potenciométricos</li> </ul>
Azúcares reductores <sup>29, 32, 33, 41</sup>	La cantidad de azúcares (carbohidratos) reductores	<ul style="list-style-type: none"> <li>⊕ Tienen la capacidad de retener agua</li> <li>⊕ Disminuyen la actividad acuosa</li> <li>⊕ Pueden llegar a inhibir el crecimiento microbiano</li> <li>⊕ Sirven como edulcorantes</li> <li>⊕ Propician las reacciones de oscurecimiento y las fermentaciones</li> <li>⊕ Ayudan a la fijación de los colores y a la producción de los componentes volátiles del aroma.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>⊕ Cromatografía: en papel, de capa fina, gas-líquido, líquida de alta precisión.</li> <li>⊕ Volumétricos</li> <li>⊕ Gravimétricos</li> <li>⊕ Refractometría</li> <li>⊕ Polarimetría</li> <li>⊕ Reacciones coloridas.</li> </ul>
Cloruro de sodio <sup>33, 40</sup>	Contenido de cloruros totales expresados como cloruro de sodio.	<ul style="list-style-type: none"> <li>⊕ Agente antimicrobiano</li> <li>⊕ Disminuye la actividad acuosa</li> <li>⊕ Intensifica o mejora el sabor</li> <li>⊕ En productos cárnicos favorece la emulsificación de los ingredientes y mejora el color.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>⊕ Volumétricos (con nitrato de plata)</li> <li>⊕ Potenciométricos</li> </ul>
Fosfatos <sup>29, 39,</sup>	Contenido de fosfatos simples, pirofosfatos, tripolifosfatos, polifosfatos y metafosfatos.	<ul style="list-style-type: none"> <li>⊕ Amortiguador de pH</li> <li>⊕ Dispersante</li> <li>⊕ Emulsificante</li> <li>⊕ Antiaglomerante</li> <li>⊕ Conservador</li> <li>⊕ En productos cárnicos se utiliza para retener agua, para mejorar y estabilizar el color de los productos curados</li> <li>⊕ Ejercen un efecto secuestrador de iones.</li> <li>⊕ El contenido de fosfatos es un indicador útil para estimar el contenido de frutas en bebidas hechas a base de frutas</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>⊕ Volumétricos: por precipitación de fosfato como un fosfomolibdato y posteriormente la titulación.</li> <li>⊕ Reacciones coloridas con: Ácido molibídico y ácido vanádico. Molibdato de amonio y algún agente reductor (hidroquinona, dióxido de azufre, sulfato de hidracina)</li> </ul>
Proteína <sup>29, 31, 42</sup>	Contenido de proteína total.	<ul style="list-style-type: none"> <li>⊕ Es un nutriente muy importante</li> <li>⊕ Proporciona aminoácidos esenciales para el hombre.</li> <li>⊕ Retienen agua</li> <li>⊕ Tienen capacidad emulsionante, gelificante, estabilizante.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>⊕ Colorimétricos: Biuret, Lowry</li> <li>⊕ Espectrofotométricos: absorción UV</li> <li>⊕ Volumétricos: Kjeldahl</li> </ul>

Figura 2.12 Análisis físico-químicos utilizados en el LCC.

Determinación	¿Qué se determina?	Función de los compuestos a determinar	Métodos de determinación
Grasa <sup>29, 31</sup>	Contenido de grasa	<ul style="list-style-type: none"> <li>⊕ Fuente energética importante.</li> <li>⊕ Proporciona ácidos grasos esenciales para el hombre</li> <li>⊕ Contribuyen a la textura y en general a las propiedades generales de los alimentos.</li> <li>⊕ Tienen diferentes funciones: vitaminas, hormonas, pigmentos.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>⊕ Extracción directa: Soxhlet</li> <li>⊕ Extracción por solubilización: Rose-Gottlieb</li> <li>⊕ Métodos volumétricos: Gerber</li> </ul>

Figura 2.12 Análisis físico-químicos utilizados en el LCC. (continuación)

## 2.4 Implantación

Una parte importante del SAC es la fase de implantación (o implementación). Dicha fase trata de asegurar que las actividades realizadas en la empresa se llevan a cabo de acuerdo a lo que se ha establecido en los diferentes documentos del sistema de aseguramiento de la calidad.

En el momento de la implantación, la empresa tiene la oportunidad de: detectar los problemas relacionados con el desarrollo o cumplimiento de las actividades especificadas en los diferentes documentos. Además se puede conocer la magnitud de dichos problemas, de esta manera se pueden tomar las medidas necesarias para corregirlos y/o prevenirlos antes de aplicación del documento. Durante la implantación se pueden llevar a cabo pasos como los que se muestran en figura 2.13.

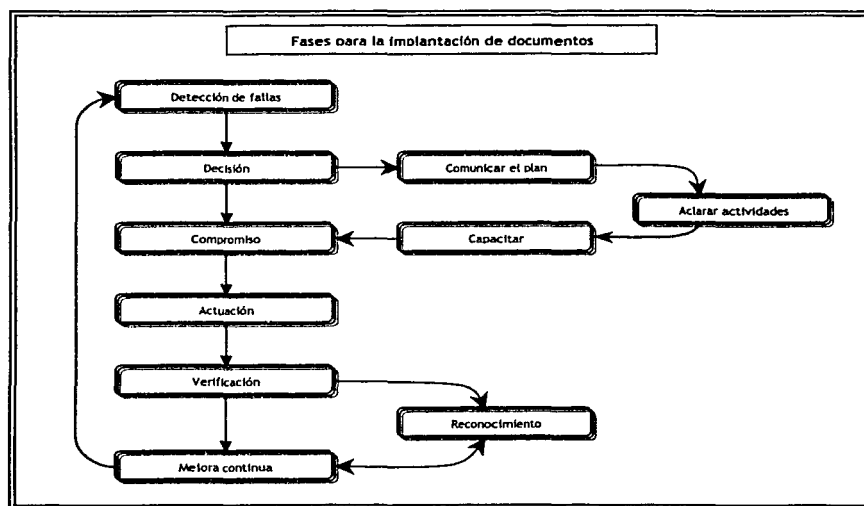


Figura 2.13 Diagrama de flujo, fases para la implantación de un SAC

## Fases para la implantación:

1. Detección de fallas: El personal debe detectar y aceptar comentarios acerca de las fallas o errores en las actividades que realizan<sup>25</sup>, ya que si no se dan cuenta de su(s) error(es) pueden llegar a pensar que lo que realizan es lo correcto. De esta manera se toman las medidas correctivas apropiadas para que la implantación se realice de manera adecuada.
2. Decisión: Se toma la decisión de poner en marcha un programa, es decir, «que vamos a hacer» y «donde nos encontramos»<sup>25</sup> por lo tanto, es necesario:

Comunicar el plan: de esta manera sé asegura que las personas que se verán afectadas conozcan el documento y la razón por la cual se implantará.<sup>26</sup>

Aclarar actividades de trabajo. Es útil que sé de información acerca de cómo se efectúa o debe efectuarse el trabajo, lo que incluye las acciones y decisiones requeridas para realizar adecuadamente las actividades documentadas.

Capacitar: la capacitación del personal tiene como objetivo el adiestramiento técnico del personal, además se puede llegar a proporcionar los conocimientos y aptitudes para asegurar que determinadas actividades se lleven a cabo de manera satisfactoria.

3. Compromiso: es la obligación voluntaria de trabajar respetando las normas de trabajo que describen los documentos.
4. Actuación: es el paso durante el cual el compromiso tomado anteriormente pasa a la práctica, por lo tanto las instrucciones de trabajo deben seguirse tal como lo establece el documento a seguir.
5. Verificación: Se verifica que los objetivos se cumplan según lo estipulado, además se pretende asegurar que el procedimiento implantado se emplea correctamente.<sup>9</sup> Es decir:
  - ◊ Se implementó lo planeado.<sup>27</sup>
  - ◊ Se informó y capacitó al personal para realizar, comprender y utilizar los instructivos. <sup>27</sup>
  - ◊ Se comenzó a ejecutar las actividades de acuerdo a lo establecido en los instructivos.<sup>27</sup>
6. Mejora continua: Si el plan de implantación esta logrando los resultados deseados, es por que el plan fue el adecuado, sin embargo deben realizarse revisiones periódicas al SAC. Si no se



están logrando los resultados deseados entonces hay que determinar las causas y hacer los ajustes necesarios para la mejora del sistema.

Reconocimiento: reconocer y recompensar toda aportación que realice una persona para mejorar el proceso de calidad. De esta manera la empresa fomenta la participación activa de sus empleados al desempeñar correctamente sus actividades.

## **2.5 Auditoría interna**

En muchas ocasiones la implantación de un SAC puede no ser suficiente, ya que a veces solo se puede estar seguro de que las actividades mencionadas en los documentos de trabajo se realizan únicamente cuando se inspecciona y verifica al personal que las lleva a cabo.

Por medio de las auditorías se puede establecer que los diferentes elementos dentro de un sistema de calidad son los efectivos y apropiados para alcanzar los objetivos de calidad establecidos. Además las auditorías proveen evidencias objetivas concernientes a la necesidad de reducir, eliminar y, especialmente, prevenir las no conformidades, ya que los resultados de las auditorías pueden ser utilizados para mejorar el desempeño de la organización.<sup>28</sup>

Las auditorías internas están contempladas en la norma ISO 9001:1994 en el punto 4.17 en donde se menciona que *"El proveedor debe establecer y mantener procedimientos documentados para planear y llevar a cabo auditorías de calidad internas para determinar si las actividades de calidad y los resultados relativos a ésta cumplen con los acuerdos planeados y para determinar la efectividad del sistema de calidad."*<sup>13</sup> De esta forma es posible identificar los problemas y a su vez dar los pasos y propuestas necesarias para remediarlos lo más pronto posible.

En las auditorías de calidad se encuentran: a) la auditoría de adecuación que se enfoca a validar la conformidad que tiene el manual de calidad con la norma adoptada, así como la conformidad existente entre el manual de calidad y el manual de procedimientos, y b) la auditoría de cumplimiento, que tiene como propósito verificar si en la organización se cumplen los propósitos que se están auditando, de esta manera puede asegurarse que se alcanzan las metas y objetivos trazados.

Para obtener resultados que proporcionen datos para mejorar continuamente en el sistema de calidad es necesario que las auditorias se lleven a cabo en tres fases como:

1. Planificación: en esta fase es necesario prepara la auditoria determinando los objetivos, actividades, recursos y personal para realizar la auditoria, así como tener a la mano los procedimientos documentados y sus actividades a evaluar.
2. Ejecución: en esta fase es necesario recabar las evidencias de alguna no conformidad entre lo que el auditado hace y lo que debería hacer de acuerdo al manual de procedimientos e instrucciones de trabajo, así como comunicar al auditado, las posibles no conformidades encontradas. También en esta fase se debe asegurar que los documentos validos estén disponibles en los lugares de su empleo, así como verificar que las actividades realizadas son adecuadas y efectivas para el aseguramiento de calidad y además se llevan a cabo de acuerdo con lo documentado.
3. Evaluación: se presenta el informe detallado de las no conformidades encontradas, si el auditado esta de acuerdo con el informe de la auditoria debe firmar el informe que se le ha presentado, de esta manera el auditado toman las medidas necesarias para realizar las acciones correctivas y preventivas, para evitar la ocurrencia posterior no conformidades.
4. Seguimiento: el personal auditado debe cumplir con la acción correctiva. El auditor a su vez debe observar la eficacia de la acción correctiva, ya que se debe prevenir la repetición de la no conformidad observada. La frecuencia con la que se realicen las auditorias (re-auditorias) dependerá del tipo e importancia a de las no conformidades encontradas, de modo que las áreas donde se realizo una implantación recientemente o las áreas con problemas deben ser auditadas con una mayor frecuencia.

Con las auditorias internas se obtiene información sobre donde deben asignarse los recursos para el cumplimiento de los objetivos definidos de calidad. Con esto se logra la mejora continua, siempre y cuando se use la información de las auditorias de manera adecuada y no con la intención de utilizarlas como un medio para detectar errores y castigar a culpables.

### **3. Metodología**

El presente trabajo se ha realizado en la compañía Noris S.A. de C.V., la cual es una empresa mexicana con más de 50 años de vida. A lo largo de estos años, ha llegado a ser una empresa de gran relevancia como proveedora de materias primas para la industria cárnica, botanas y quesos. Sus actividades están dedicadas principalmente a la producción y comercialización de aditivos y condimentos para las industrias mencionadas.

Noris S.A. de C.V. es una empresa comprometida con sus clientes y para brindarles una mayor seguridad a adoptado uno de los Sistemas de Aseguramiento de Calidad más conocidos, ISO 9000:1994. En donde la norma que se adapta a las necesidades de la empresa es la 9002, ya que es un modelo para el aseguramiento de la calidad en la producción, instalación y servicio.

Como se ha mencionado en los antecedentes, para cumplir con los requerimientos que marca esta norma, es necesaria la documentación e implantación de todas aquellas actividades que puedan afectar la calidad de un producto o servicio. Por tanto, Noris S.A. de C.V. se da al cumplimiento de éstas actividades en cada una de las áreas que la conforman.

El área de Control de Calidad es una parte importante de la empresa, ya que está a cargo de la inspección y verificación de todos aquellos productos que son recibidos, producidos y comercializados. De esta manera solo se aceptan los productos que cumplan con las características requeridas por los clientes, así como también de Noris S.A. de C.V.

Este trabajo presenta la documentación de los análisis físico-químicos que son realizados habitualmente en el Laboratorio de Control de Calidad de la empresa Noris S.A. de C.V. Como ya se ha mencionado éstos son una parte importante en la estructura del Sistema de Aseguramiento de la Calidad y es esencial para la generación de información concerniente a las características físico-químicas de los productos adquiridos o producidos por la empresa.

Este trabajo se ha realizado en tres fases, las que se presentan en la figura 3.1

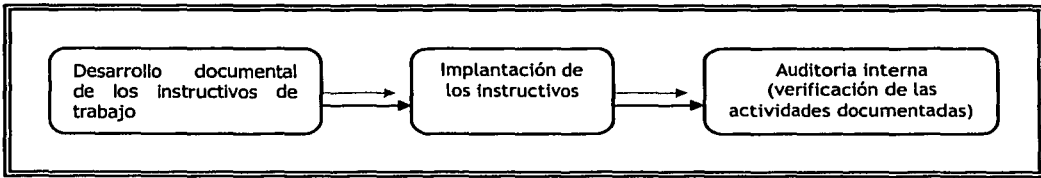


Figura 3.1 Fases generales del trabajo.

Así mismo, en cada una de las fases se han realizado una serie de pasos, estos se presentan a en la figura 3.2

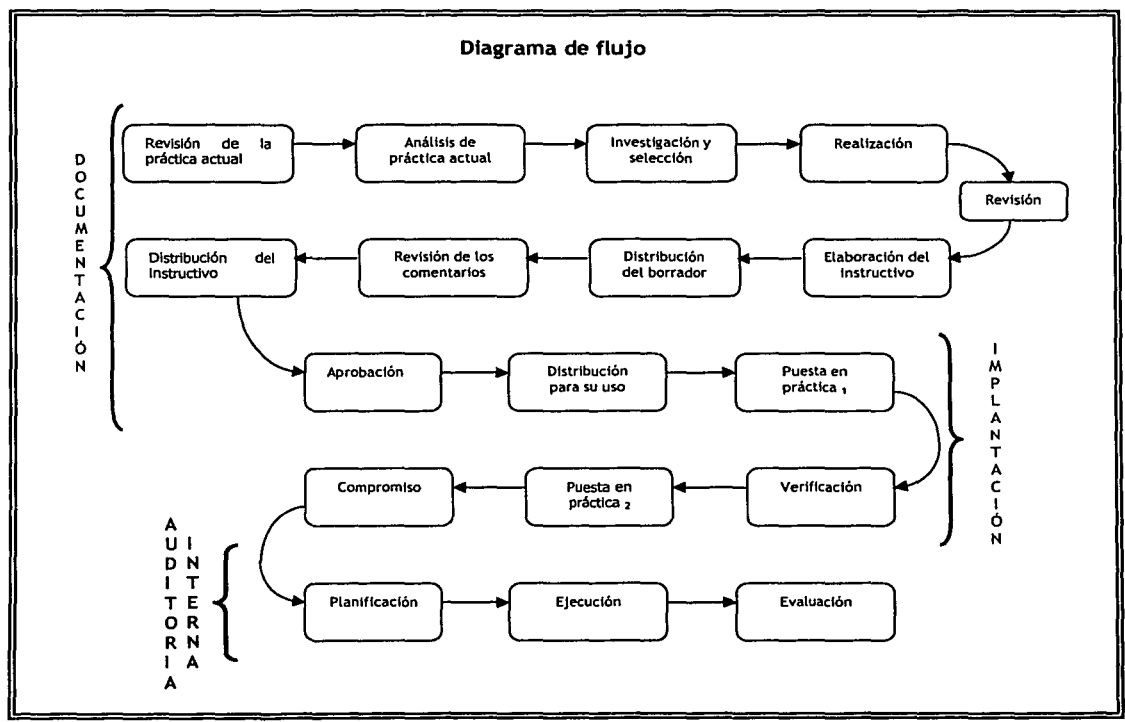


Figura 3.2 Diagrama de flujo general

### 3.1 Documentación

La documentación de los instructivos de trabajo es la base del Sistema de Aseguramiento de Calidad, ya que como su nombre lo indica, en ellos se describen las actividades que debe realizar el personal.

En este trabajo, sólo se mencionan aquellos análisis físico-químicos que son utilizados rutinariamente por parte del personal de Control de Calidad. Para llevar a cabo la documentación de los instructivos se siguieron los pasos y actividades que se presentan en la figura 3.3

Fase	Pasos	Descripción de actividad
Documentación	Revisión de la practica actual	<ul style="list-style-type: none"> <li>Revisión de las instrucciones existentes.</li> </ul>
	Análisis de la práctica actual	<ul style="list-style-type: none"> <li>Verificación del cumplimiento de las actividades documentadas.</li> </ul>
	Investigación y selección	<ul style="list-style-type: none"> <li>Investigación sobre la metodología estándar o de organismos gubernamentales.</li> <li>Selección del método, de acuerdo al equipo, material y reactivos con el que se cuente en el laboratorio.</li> <li>Si alguna de las metodologías estándar es modificada es necesario realizar la validación de la metodología.</li> </ul>
	Realización	<ul style="list-style-type: none"> <li>Realización de la metodología seleccionada.</li> <li>Comparación entre los resultados obtenidos con la nueva metodología, las especificaciones y los resultados de la metodología anterior.</li> </ul>
	Revisión	<ul style="list-style-type: none"> <li>Revisión de los resultados obtenidos por parte del Gerente de Control de calidad.                             <ul style="list-style-type: none"> <li>Si se considera adecuada la metodología y los resultados que se proporcionan se procede a la elaboración del instructivo.</li> <li>Si no se consideran adecuados se debe regresar al paso de investigación y selección de metodología.</li> </ul> </li> </ul>
	Elaboración del instructivo	<ul style="list-style-type: none"> <li>Elaboración del instructivo de acuerdo al procedimiento de elaboración de documentos de Noris S.A. de C.V.</li> <li>Se evita mencionar pasos o aspectos que puedan provocar confusión al personal.</li> <li>Se menciona al responsable de cada actividad.</li> <li>Se incluyen notas precautorias, con el fin de evitar accidentes relacionados con la utilización de reactivos.</li> </ul>
	Distribución del borrador	<ul style="list-style-type: none"> <li>Distribución del borrador al personal de control de calidad, con el fin de recibir sus comentarios.</li> </ul>
	Revisión de los comentarios	<ul style="list-style-type: none"> <li>Se hace la revisión de los comentarios y/o correcciones recibidas.</li> <li>Se determina que comentarios hay que incluir en el instructivo y sobre cual hay que proporcionar una mayor información en el propio instructivo u otro tipo de documento.</li> <li>Se incluye la información y comentarios necesarios.</li> </ul>
	Distribución del instructivo	<ul style="list-style-type: none"> <li>Distribución del instructivo al Jefe de Laboratorio y al Gerente de Control de Calidad, para la aceptación de instructivo.</li> </ul>

Figura 3.3 Documentación

Para llevar a la práctica las metodologías, es necesario que en el laboratorio se cuente con el equipo, material y reactivos necesarios para la correcta realización de cada uno los métodos de análisis.

Las metodologías que se utilizan rutinariamente y que por lo tanto se seleccionaron para la realización de los diferentes instructivos son:

- ⊕ Determinación de humedad por el método de secado en estufa
- ⊕ Determinación de cenizas totales
- ⊕ Determinación de pH por el método potenciométrico
- ⊕ Determinación de fosfatos como  $P_2O_5$ . Método colorimétrico de vanadato-molibdato
- ⊕ Determinación de azúcares reductores directos y totales
- ⊕ Determinación de cloruro de sodio
- ⊕ Determinación de proteína por el método micro-Kjeldhal

### **3.2 Implantación**

En esta fase se debe asegurar que los instructivos elaborados se conocen, comprenden y se realizan por parte de los analistas. Además en esta fase se pretende detectar problemas o inconvenientes, de manera que posteriormente se eviten o prevengan.

En la tabla 3.4, se presentan los pasos a utilizar durante la implantación y los pasos que se tiene en común con el desarrollo de documentos.

Fase	Pasos	Descripción de actividad
Documentación e implantación	Aprobación	<ul style="list-style-type: none"> <li>♦ Se verifica por parte del personal (Gerente y Jefe de Control de Calidad):               <ul style="list-style-type: none"> <li>♦ Si están de acuerdo con lo estipulado en el instructivo se procede a las firmas de aprobación del documento.</li> <li>♦ Si no se remite al paso que se crea conveniente.</li> </ul> </li> </ul>
	Distribución para su uso	<ul style="list-style-type: none"> <li>♦ Se reúne al personal de laboratorio para la distribución del instructivo.</li> <li>♦ Se menciona la razón por la cual se implementará la nueva metodología.</li> <li>♦ Aclaración de actividades a efectuar.</li> <li>♦ Capacitación del personal cuando se considero necesario.</li> </ul>
	Puesta en práctica	<ul style="list-style-type: none"> <li>♦ Se realizan las actividades mencionadas en el instructivo.</li> <li>♦ Se verifica que las actividades realizadas se lleven a cabo de acuerdo a lo mencionado en el instructivo.</li> <li>♦ Se realizan preguntas al analista, con el fin de verificar la comprensión de las instrucciones.</li> </ul>
Implantación	Compromiso	<ul style="list-style-type: none"> <li>♦ El personal de control de calidad, se compromete a realizar las actividades de trabajo tal y como se menciona en el instructivo.</li> </ul>
	Puesta en práctica	<ul style="list-style-type: none"> <li>♦ El personal lleva a cabo las instrucciones que se comprometió a realizar.</li> </ul>
	Verificación	<ul style="list-style-type: none"> <li>♦ Se verifica que las actividades se cumplan según se indica en el instructivo.</li> </ul>

Tabla 3.4 Puntos en común de la fase de documentación e implementación

NOTA:  Puntos en común del desarrollo documental y la implementación de los instructivos

### 3.3 Auditoria interna

En este trabajo la auditoria interna sólo se utilizo como un medio para la verificación de las actividades documentadas en los diversos instructivos y no para la verificación general del Sistema de Calidad del área de Laboratorio de Control de Calidad. Por lo tanto, el propósito de está fase fue asegurar que la implementación de los instructivos se había realizado de manera correcta.

En esta última fase se realizan los pasos indicados en la tabla 3.5

Fase	Pasos	Descripción de actividad
<b>Auditoria interna</b>	<b>Planificación</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>♦ Se identifica y conoce el contenido del instructivo</li> <li>♦ Se define el propósito de la auditoria (Identificar que las actividades se llevan a cabo de manera adecuada y sin modificaciones por parte del analista)</li> <li>♦ Identificación de los elementos o actividades mencionadas en los instructivos, que serán examinadas con mayor detenimiento para evitar ser la causa de no conformidades.</li> <li>♦ Realización de la lista de verificación, indicando; la persona a evaluar, la fecha, instructivo a seguir, las actividades, etc.</li> </ul>
	<b>Ejecución</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>♦ Se confirma con el auditado el propósito de la auditoria</li> <li>♦ Se verifica que los instructivos se encuentran en un lugar adecuado para su consulta.</li> <li>♦ Verificación de que las actividades se desarrollan según lo documentado, así como también actividades relacionadas con las buenas practicas de laboratorio.</li> <li>♦ Realización de preguntas acerca de las instrucciones de trabajo.</li> <li>♦ Se registran en la lista de verificación las observaciones y/o no conformidades encontradas.</li> </ul>
	<b>Evaluación</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>♦ Se analizan las no conformidades encontradas y se determina si son validas</li> <li>♦ Se lleva a cabo la revisión de hallazgos encontrados con el Gerente de Control de Calidad, para que este ultimo tome las medidas necesarias para la prevención de no conformidades.</li> <li>♦ Se informa al analista cual o cuales han sido las no conformidades en las que se incurrieron.</li> </ul>
	<b>Seguimiento</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>♦ Se realizan re-auditorias para verificar que se han realizado y son cumplidas las acciones correctivas.</li> </ul>

Tabla 3.5 Fase de auditoria interna



## **4. Resultados y discusión**

### **4.1 RESULTADOS**

En esta sección se presentará el formato general y la metodología como resultados durante la fase de documentación; así como los comentarios y observaciones que se obtuvieron durante las fases de implementación y auditoría interna.

#### **4.1.1 Documentación**

En lo que se refiere al formato para la presentación de los diferentes documentos para el SAC, la serie ISO 9000:1994, no establece algún criterio para su presentación. Por lo tanto, para la presentación de los instructivos en la empresa se consideran aspectos como el área y el personal a los que va dirigido el documento.

La metodología que se documentó en los diferentes instructivos, se presenta con el formato de la figura 4.1, en el se incluye la explicación general que debe contener cada uno de los puntos que se encuentran en la parte central del documento.

Debido a que los instructivos que se elaboraron, son documentos controlados para la compañía, no es posible que en este trabajo se presente toda la información que estos contienen. Por lo que sólo se presentarán las referencias, definiciones y actividades (a excepción del equipo, material y reactivos que se menciona en el apéndice II y la preparación de reactivos).

Inicio de vigencia: --/--/--

Clave: IC-AC-xxx

Revisión: x

Pagina 1 de n

**1.0 Objetivo**

- 1.1 Asegurar que la metodología documentada se realice de una manera estandarizada y correcta en la empresa, de manera que se proporcione información sobre la calidad de los materiales analizados.

**2.0 Alcance**

- 2.1 Se especifica que la presente metodología se puede aplicar a cierto material como insumos, producto en proceso o terminado, para el que sea relevante al determinación como parámetro de calidad. Por lo regular para que el analista conozca cuales son los productos a los que se les realiza la prueba, se les remite a ver anexo.

**3.0 Responsabilidades**

- 3.1 Se indica que le Jefe de Laboratorio de Control de Calidad es el responsable de asegurar que se cumpla el objetivo del instructivo en todas las actividades generadas e incluidas bajo el alcance de dicho documento.
- 3.2 Los puestos asignados como responsable en la columna correspondiente de dicho documento, son responsables de realizar correcta y oportunamente las actividades documentadas.

**4.0 Referencias**

- 4.1 Se mencionan las referencias bibliográficas o documentos de apoyo utilizados durante la documentación del instructivo, los cuales son de utilidad para que el analista los consulte en caso de dudas.

**5.0 Definiciones \***
**6.0 Actividades\***

- 6.1 Fundamento
- 6.2 Equipo
- 6.3 Material
- 6.4 Reactivos
- 6.5 Procedimiento
- 6.6 Cálculos

**7.0 Formatos y anexos**

- 7.1 Se incluye la preparación de los reactivos,\* así como la lista de productos a los que se les realiza la prueba (clave del producto, cantidades a utilizar y especificaciones con las que debe cumplir).

**8.0 Autorización y emisión**

Se incluyen las firmas del personal que elaboro, reviso, autorizo y emitió el instructivo.

Archivo: IC-AC-xxx-Revisión-x

 } **PIE DE PAGINA**
**Responsable**

Jefe de  
Laboratorio de  
Control de  
Calidad

Analista

 P  
A  
R  
T  
E  
  
C  
E  
N  
T  
R  
A  
L  
  
D  
E  
L  
  
I  
N  
S  
T  
R  
U  
C  
T  
I  
V  
O

Figura 4.1 Formato de presentación de los instructivos

#### 4.1.1.1 Determinación de humedad por tratamiento térmico

##### 4. 0Referencias

- 4.1 NOM-116-SSA1-1994. Bienes y servicios. Determinación de humedad en alimentos por tratamiento térmico. Método por arena o gasa. México
- 4.2 NOM-83-1986. Determinación de humedad en productos alimenticios. DGN. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. México.

##### 5. 0Definiciones

- 5.1 Humedad: es la cantidad de agua libre presente en un alimento.

##### 6. 0Actividades

###### 6.1 Fundamento

Se basa en la pérdida de peso de la muestra debida a la evaporación de agua en el punto de ebullición o temperaturas cercanas a ella.

###### 6.2 Equipo (ver apéndice II)

###### 6.3 Material (ver apéndice II)

###### 6.4 Reactivos (ver apéndice II)

###### 6.5 Procedimiento

###### 6.5.1 Preparación de las charolas y/o pesa filtros

Para cada muestra preparar dos charolas y/o pesa filtros y las tapas en el caso de los últimos

6.5.1.1 Colocar las charolas vacías o pesa filtros con sus respectivas tapas en una estufa y secar a  $100 \pm 2^\circ\text{C}$  durante un mínimo de 2 horas para ponerlas a peso constante.

6.5.1.2 Transcurrido el tiempo de secado, introducir las charolas y/o pesa filtros en un desecador (que contenga sílica gel con indicador de humedad) y dejar enfriar a temperatura ambiente.

6.5.1.3 Pesar las cápsulas si se van a utilizar inmediatamente o bien dejarlas en el desecador hasta su utilización

NOTA: El pesa filtro sólo se utilizará cuando no haya charolas de aluminio disponibles o cuando el espacio dentro del desecador sea limitado, es decir, que haya otros materiales dentro de él.

6.5.2 Sacar la charola (o pesa filtro) del desecador y pesarla, registrar el valor en la bitácora. (masa  $M_1$ )

6.5.3 Tarar la balanza y colocar en las charolas y/o pesa filtros preparados, de 2 a 10 g de muestra, pesar y registrar la cantidad (masa  $M_2$ )

6.5.4 Colocar la charola en la estufa (previamente calentada a  $100 \pm 2^\circ\text{C}$ )

6.5.5 Secar durante 4 horas a  $100 \pm 2^\circ\text{C}$ .

6.5.6 Abrir la estufa y colocar las charolas en el desecador (que contenga sílica gel con indicador de humedad). Dejar enfriar hasta temperatura ambiente

6.5.7 Pesar y registrar el valor en la bitácora. (masa  $M_3$ )

6.5.8 Expresar la pérdida de peso de la muestra como % de humedad

Responsable

Analista

#### ***4.1.1.1 Determinación de humedad por tratamiento térmico***

##### **6.6 Cálculos**

6.6.1 El contenido de humedad en la muestra se calcula con la siguiente formula:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{(M_2 - M_3) * 100}{(M_2 - M_1)}$$

Donde:

M<sub>1</sub> = peso de la charola y/o pesa filtro (g)

M<sub>2</sub> = peso de la charola y/o pesa filtro más muestra húmeda (g)

M<sub>3</sub> = peso de la charola y/o pesa filtro más muestra seca (g)

NOTA: indicar el valor el valor medio de la determinación por duplicado con un decimal.

Responsable

Analista

## 4. 0Referencias

- 4.1 NOM-F-66-1978. "Determinación de cenizas en alimentos." Secretaria de Patrimonio y Fomento Industrial. Dirección General de Normas.
- 4.2 A.O.A.C. 1999. "Official Methods of Analysis." Association of Official Analytical Chemists International. 16<sup>th</sup> edition. Vol. II. Method 43.1.05

## 5. 0Definiciones

- 5.1 Cenizas: son los residuos inorgánicos de la incineración de materia orgánica.

## 6. 0Actividades

## 6.1 Fundamento

El contenido de cenizas esta determinada por la perdida de peso ocurrida durante la oxidación completa de la muestra a alta temperatura, hasta la volatilización del material orgánico.

## 6.2 Equipo (ver anexo II)

## 6.3 Material (ver anexo II)

## 6.4 Reactivos (ver anexo II)

## 6.5 Procedimiento

## 6.5.1 Preparación de crisol

Para cada muestra preparar dos crisoles

## 6.5.1.1 Colocar los crisoles vacíos en la mufla a 300°C hasta peso constante (aproximadamente 2 horas)

## 6.5.1.2 Colocar los crisoles en el desecador (que contenga sílica gel con indicador de humedad), dejar que se enfríen a temperatura ambiente, pesarlos si se van a utilizar inmediatamente o bien dejarlos en el desecador hasta su utilización.

6.5.2 Sacar el crisol a peso constante del desecador, pesarlo y registrar el peso en la bitácora. (masa A<sub>0</sub>)

## 6.5.3 Tarar la balanza

## 6.5.4 Colocar de 3 a 5 gramos de muestra en el crisol, pesar y registrar el valor (masa Pm)

## 6.5.5 Colocar el crisol con muestra en una parrilla y quemar lentamente el material hasta que ya no se desprendan humos, evitando que se proyecte fuera del crisol.

NOTA: Trabajar en la campana de extracción.

## 6.5.6 Llevar el crisol a una mufla y efectuar la calcinación completa de la muestra a una temperatura de 550°C (o en el caso de se que se requiera determinar cloruros la temperatura de calcinación será de 500°C), durante el tiempo necesario para que las cenizas se observen completamente blancas o de un color gris claro uniforme.

## 6.5.7 Dejar que se enfríe el crisol en la mufla, transferirlo al desecador (que contenga sílica gel con indicador de humedad) para su completo enfriamiento.

6.5.8 Pesar el crisol con las cenizas y registrar el valor en la bitácora. (masa A<sub>1</sub>)

## 6.5.9 Calcular y reportar el porcentaje de cenizas totales en base seca o en base húmeda, según se requiera.

Analista

**6.6 Cálculos**

6.6.1 Para calcular el porcentaje de cenizas totales en base húmeda se utiliza la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Cenizas base húmeda} = (A_0 - A_1) * 100 / P_m$$

Donde:

A<sub>0</sub> = Peso del crisol con cenizas (g)

A<sub>1</sub> = Peso del crisol vacío (g)

P<sub>m</sub> = Peso de la muestra (g)

6.6.2 Para calcular el porcentaje de cenizas totales en base seca se utiliza la siguiente fórmula

$$\% \text{ Cenizas base seca} = \frac{B}{(100-H)} * 100$$

Donde:

B = Contenido de cenizas totales (%)

H = Porcentaje de humedad en la muestra

NOTA: Reportar el valor medio de la determinación por duplicado

Analista

### 4.1.1.3 Determinación del pH por el método potenciométrico

#### 4. 0Referencias

- 4.1 NOM-F-317-S-1978-SCFI. Determinación de pH en alimentos. DGN. Secretaria de Comercio y Fomento Industrial.

#### 5. 0Definiciones

- 5.1 pH: Es el logaritmo negativo base 10 de la concentración de iones hidrógeno, es decir:

$$\text{pH} = - \log_{10} [ \text{H}^+ ]$$

#### 6. 0Actividades

##### 6.1 Fundamento:

El método se basa en la medición electrométrica de la actividad de los iones hidrógeno presentes en una muestra del producto mediante un aparato medidor de pH (potenciómetro).

##### 6.2 Equipo (ver anexo II)

##### 6.3 Material (ver anexo II)

##### 6.4 Reactivos (ver anexo II)

##### 6.5 Procedimiento

- 6.5.1 Pesar en un vaso de precipitados de plástico de 150ml 1 g de muestra registrar en la bitácora la cantidad de muestra que se peso

NOTA: Realizar la determinación de pH por duplicado.

- 6.5.2 Calibrar el potenciómetro según se indica en procedimiento para la utilización y calibración de este aparato.

- 6.5.3 Disolver la muestra con 100 mL de agua destilada. Checar la temperatura de la solución ya que esta debe ser de aproximadamente 20°C.

- 6.5.4 Enjuagar el electrodo con agua destilada y secarlo con papel absorbente.

- 6.5.5 Introducir el electrodo en la muestra y presionar el botón **sample** para obtener la lectura de pH de la muestra, registrar el valor obtenido en la bitácora.

- 6.5.6 Enjuagar el electrodo con agua destilada y secarlo con papel absorbente.

- 6.5.7 Dejar el electrodo en una solución tampón de pH 7 (está solución no se usa como patrón) o agua destilada.

##### 6.6 Cálculos

- 6.6.1 Se reporta el valor medio del valor de pH, a una temperatura de 20°C

Responsable

Analista

**4.1.1.4 Determinación de fosfatos como  $P_2O_5$   
por el método colorimétrico de vanadato-molibdato**

	Responsable
<p>4. 0Referencias</p> <p>4.1 NOM-F-320-S1978-SCFI. Determinación de fosfatos en embutidos. DGN. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. México.</p>	
<p>5. 0Definiciones</p> <p>5.1 Fosfatos: se denominan fosfatos al grupo de compuestos constituidos de <math>PO_4</math> tetraédrico</p> <div style="text-align: center;"><math display="block">\begin{array}{c} O \\   \\ M-O-P-O-M \\   \\ O \end{array}</math></div> <p>En donde M puede ser un hidrógeno, un metal u otro grupo fosfato.</p>	
<p>6. 0Actividades</p> <p>6.1 Fundamento: Este método se basa en la producción de un color amarillo naranja estable, debido al complejo vanadio molibdifosfórico (<math>H_3PO_4 \cdot VO_3 \cdot 11MoO_3 \cdot n H_2O</math>) que se forma al tratar una solución ácida de ortofosfatos con un reactivo ácido que contiene ácido molibdico y ácido vanádico.</p> <p>6.2 Equipo (ver anexo II)</p> <p>6.3 Material (ver anexo II)</p> <p>6.4 Reactivos (ver anexo II)</p> <p>6.4.1 Preparación de reactivos (ver apéndice III)</p>	
<p>6.5 Actividades</p> <p>6.5.1 Preparación de la curva estándar</p> <p>6.5.1.1 A una serie de matraces volumétricos de 100 ml, se añade 0, 2.5, 5, 10, 20, 30, 40 y 50 ml de la solución estándar de fosfato ( esto da soluciones que contienen 0-10 mg de <math>P_2O_5</math>).</p> <p>6.5.1.2 Se diluye cada uno a un volumen final de 50-60 ml con agua, es decir, al matraz con 0 ml de solución estándar se le agregan aproximadamente 60 ml de agua, al de 2.5 ml de solución estándar se le agregan de 47.5-57.5 ml de agua, y así sucesivamente.</p> <p>6.5.1.3 Adicionar unas gotas de <math>NH_4OH</math> 0.88 gota a gota para neutralizar.</p> <p>6.5.1.4 Se adicionan gota a gota ácido nítrico (1:2), para acidificar la solución.</p> <p>6.5.1.5 Se agregan 25 ml del reactivo de vanadato-molibdato, se diluyen hasta la marca de aforo y se mezcla.</p> <p>6.5.1.6 Se deja en reposo por 10 minutos.</p> <p>6.5.1.7 Medir la absorbancia a 470 nm, utilizando solamente celdas de cuarzo de 1 cm y procurando tocar la celda sólo por la parte esmerilada.</p> <p><b>NOTA:</b> Se recomienda elaborar de nuevo la curva estándar cuando se haga algún cambio en los reactivos utilizados, es decir, cuando se haya preparado alguno de los reactivos y se sigan utilizando los demás.</p> <p>6.5.2 Preparación de la muestra problema</p> <p>6.5.2.1 Pesar aproximadamente 1.0 g de muestra en un trozo de papel aluminio y transferirla al matraz aforado de 100ml, anotar la cantidad de muestra que se peso en la bitácora.</p> <p><b>NOTA:</b> Realizar la determinación de fosfatos por duplicado</p> <p>6.5.2.2 Agregar un poco de agua destilada y disolver la muestra, aforar a 100 ml con agua destilada.</p> <p>6.5.2.3 Tomar 10 ml de la solución con una pipeta volumétrica.</p>	Analista



**4.1.1.4 Determinación de fosfatos como P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>  
por el método colorimétrico de vanadato-molibdato**

	Responsable
<p>6.5.2.4 Transferir los 10ml de la solución a un matraz Erlenmeyer de 250ml, agregar 80ml de agua destilada y 10ml de ácido clorhídrico 5 N. Adicionalmente se tendrá que correr un blanco de reactivos, es decir, en un matraz en lugar de la muestra problema se adiciona agua, dicho blanco debe de llevar los mismos tratamientos que la muestra problema.            NOTA: Se recomienda trabajar en la campana de extracción. El ácido clorhídrico se agrega al agua lentamente, haciéndolo resbalar por las paredes del matraz.</p> <p>6.5.2.5 Introducir el termómetro y tapar la boca del matraz con papel aluminio.</p> <p>6.5.2.6 Calentar la muestra a ebullición (90-92°C) de 10 a 20 minutos</p> <p>6.5.2.7 Enfriar y tomar con una pipeta volumétrica 10ml de la solución.</p> <p>6.5.2.8 Transferir los 10 ml de la solución a un matraz aforado de 100 ml</p> <p>6.5.2.9 Neutralizar agregando hidróxido de amonio (NH<sub>4</sub>OH 0.88) gota a gota y agregar agua, el volumen debe ser entre 50 y 60ml.</p> <p>6.5.2.10 Acidificar ligeramente con ácido nítrico (1:2), utilizando papel indicador de pH.</p> <p>6.5.2.11 Adicionar 25 ml del reactivo de vanadato-molibdato.</p> <p>6.5.2.12 Diluir hasta la marca de aforo, tapar y agitar.</p> <p>6.5.2.13 Dejar reposar durante 10 minutos.</p> <p>6.5.2.14 Leer la densidad óptica a 470 nm utilizando celdas de cuarzo de 1 cm, procurando tocar la celda sólo por la parte esmerilada.            NOTA: El blanco de reactivos se utilizará para ajustar a cero de absorbancia el espectrofotómetro.</p> <p>6.5.2.15 Calcular el contenido de fosfatos como % de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></p>	<p>Analista</p>
<p>6.6 Cálculos</p> <p>6.6.1 Hacer la regresión lineal (o estimación lineal) con los datos de la curva patrón y calcular los miligramos de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> en la muestra problema (Ver apéndice IV).</p> <p>6.6.2 Reportar el contenido de fosfatos como % P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de acuerdo a la siguiente formula:</p> $\% P_2O_5 = \frac{mg P_2O_5 * 10}{P_m}$ <p>Donde:            P<sub>m</sub> = peso de la muestra            mg = miligramos de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></p> <p>NOTA: Reportar el valor medio de la determinación por duplicado.</p>	<p>Analista</p>

### 4.1.1.5 Determinación de azúcares reductores directos y totales

#### 4. 0Referencias

- 4.1 NOM-F-312-1976-SCFI. Determinación de reductores directos y totales en alimentos.

#### 5. 0Definiciones

- 5.1 Azúcares: es el nombre genérico de una numerosa clase de sustancias orgánicas, los carbohidratos. Se emplea para designar generalmente a los mono y oligosacáridos.
- 5.2 Monosacárido: son los carbohidratos simples y no pueden hidrolizarse en otros más simples, como la glucosa, la fructosa, etcétera.
- 5.3 Oligosacáridos: son carbohidratos formados de 2-10 monosacáridos, como la sacarosa, lactosa, etc.
- 5.4 Azúcar reductor: es un agente(azúcar) capaz de reducir a un agente oxidante

#### 6. 0Actividades

##### 6.1 Fundamento

El método descrito es el volumétrico de Lane-Eynon que se basa en la determinación del volumen de una disolución de la muestra, que se requiere para reducir completamente en volumen conocido del reactivo alcalino de cobre. El punto final de la determinación se determina por el uso de un indicador interno, azul de metileno, el cual es reducido a blanco de metileno por exceso de azúcar reductor.

##### 6.2 Equipo (ver apéndice II)

##### 6.3 Material (ver apéndice II)

##### 6.4 Reactivos (ver apéndice II)

##### 6.4.1 Preparación de reactivos (ver apéndice IV)

##### 6.5 Actividades

##### 6.5.1 *Determinación de azúcares reductores directos*

- 6.5.1.1 Pesar de 5 – 10g de muestra en un trozo de papel aluminio, registrar la cantidad en la bitácora.

NOTA: realizar la determinación por duplicado.

- 6.5.1.2 Transferir la muestra a un matraz volumétrico de 250ml.

- 6.5.1.3 Añadir aproximadamente 100ml de agua, agitar hasta que la muestra quede disuelta.

- 6.5.1.4 Añadir de 2 a 10ml de disolución saturada de acetato neutro de plomo, agitar y dejar enfriar.

- 6.5.1.5 Añadir poco a poco oxalato de sodio o potasio hasta la total precipitación del acetato de plomo.

- 6.5.1.6 Completar el volumen con agua y agitar.

- 6.5.1.7 Filtrar utilizando papel Whatman No. 1. Recoger en un vaso de precipitados aproximadamente de 50 – 100 ml de solución.

- 6.5.1.8 Transferir el filtrado obtenido a una bureta y titular como se indica en el punto 6.5.2

- 6.5.1.9 Calcular la cantidad de azúcares reductores directos expresado como D-glucosa

##### 6.5.2 *Titulación de las soluciones de Fehling*

- 6.5.2.1 En un matraz Erlenmeyer de 250ml se adicionan 5ml de la solución A, 5 ml de la solución B de Fehling y 50 ml de agua en ebullición

- 6.5.2.2 El matraz debe mantenerse en la parrilla de calentamiento.

Responsables

Analista

### 4.1.1.5 Determinación de azúcares reductores directos y totales

Responsable  
Analista

- 6.5.2.3 Titular la mezcla de Fehling con la solución de azúcares reductores hasta un poco antes de la reducción total del cobre lo cual se observa cuando la solución toma un color verde
- 6.5.2.4 Agregar 1ml de la solución de azul de metileno.
- 6.5.2.5 Completar la titulación hasta la decoloración del indicador y la formación de un color rojo ladrillo.  
NOTA: La titulación debe efectuarse en aproximadamente 3 minutos.
- 6.5.2.6 Registrar en la bitácora los mililitros gastados de la solución de azúcares reductores. El rango de mililitros gastados deberá estar entre los 15 -45ml, de lo contrario hacer los ajustes correspondientes.
- 6.5.2.7 Calcular la cantidad de azúcares reductores directos según se indica en el punto 6.1  
NOTA: En el caso de la titulación de las soluciones de Fehling con alguna de las soluciones estándar el título de la disolución (T) debe ser de 0.0505 a 0.0525 gramos de azúcar estándar

#### 6.5.3 Determinación de azúcares reductores totales.

- 6.5.3.1 Pesar de 5 a 10 g de muestra, registrar la cantidad en la bitácora.  
NOTA: realizar la determinación por duplicado
- 6.5.3.2 Transferir la muestra a un matraz Erlenmeyer de 250ml, añadir 100ml de agua y agitar.
- 6.5.3.3 Añadir de 2 a 10ml de disolución saturada de acetato neutro de plomo, agitar y dejar enfriar.
- 6.5.3.4 Añadir poco a poco oxalato de sodio o potasio hasta la total precipitación del acetato de plomo.
- 6.5.3.5 Filtrar utilizando papel Whatman No. 1 y recoger en un matraz volumétrico de 250ml .
- 6.5.3.6 Lavar tres veces el matraz Erlenmeyer y el filtro con 20ml de agua
- 6.5.3.7 Adicionar 10 ml de ácido clorhídrico concentrado al matraz volumétrico que contiene el filtrado y mezclar.  
NOTA: Se recomienda trabajar en la campana de extracción.
- 6.5.3.8 Colocar el matraz en un baño de agua a 65° C durante 15 minutos exactos.
- 6.5.3.9 Después de transcurrido dicho tiempo enfriar la solución, colocando el matraz en un baño de agua fría
- 6.5.3.10 Agregar 3 gotas de fenolftaleína y neutralizar con la solución de hidróxido de sodio al 50%, el fin de la neutralización se detecta cuando la solución pasa de incoloro a un color rosa.
- 6.5.3.11 Completar el volumen con agua y agitar.
- 6.5.3.12 Transferir la solución a una bureta.
- 6.5.3.13 Realizar la titulación de la solución de Fehling como se menciona en el punto 6.5.2
- 6.5.3.14 Calcular la cantidad de azúcares reductores totales expresado como azúcar invertido.

#### 6.6 Cálculos

##### 6.6.1 Azúcares reductores directos

6.6.1.1 La fórmula para determinar azúcares reductores directos es la siguiente:

$$\text{\% azúcares reductores directos expresados como D-glucosa} = \frac{25000 * T}{V * Pm}$$

Analista

#### 4.1.1.5 Determinación de azúcares reductores directos y totales

Responsable

Analista

Donde:

T = Titulo de la disolución estándar

T = (ml solución estándar) \* Concentración en g/ml solución estándar

V = volumen gastado de la solución problema

Pm = peso de la muestra en gramos.

#### 6.6.2 Azúcares reductores totales

6.6.2.1 La formula para determinar azúcares reductores totales expresado como azúcar invertido es la misma que en el punto 6.6.1, lo único que cambia es el valor de T y serán los mililitros gastados de solución estándar de azúcar invertido para reducir la solución de Fehling.

6.6.2.2 La formula para determinar azúcares reductores totales expresado como D-glucosa es la misma que se menciona en el punto 6.6.1.

6.6.3 En caso de que se requiera expresar el % de sacarosa, se utilizará la siguiente formula:

$$\% \text{ Sacarosa} = [ \% \text{ azúcares totales} - \% \text{ azúcares directos} ] * 0.95$$

Donde:

0.95 = factor de la sacarosa

6.6.4 Reportar el valor medio del valor de azúcares reductores que se hayan determinando.

#### 4.1.1.6 Determinación de cloruro de sodio

	Responsables
4. 0Referencias	
4.1 NOM-F-150-S-1981-SCFI. Determinación de cloruro de sodio en salmueras. DGN. Secretaría de Comercio y Fomento industrial.	
5. 0Definiciones	
5.1 Cloruros: son compuestos que contiene al ión cloruro y a un ión metálico. Por ejemplo el cloruro de sodio, el cloruro de potasio, etcétera.	
6. 0Actividades	
6.1 Fundamento	
Este método se basa en la titulación de una muestra de salmuera, donde se valoran los cloruros contenidos en ella, con una solución valorada de nitrato de plata, empleando cromato de potasio como indicador, según el método de Mohr.	
6.2 Equipo (ver apéndice II)	
6.3 Material (ver apéndice II)	
6.4 Reactivos (ver apéndice II)	
6.4.1 Preparación de reactivos (apéndice V)	
6.5 Procedimiento	Analista
6.5.1 Pesar de 0.15 a 0.17 g de muestra y registrar la cantidad en la bitácora.	
NOTA: Realizar la determinación de cloruros por duplicado	
6.5.2 Transferir la muestra a un matraz erlenmeyer de 250ml.	
6.5.3 Adicionar en el matraz erlenmeyer 75 ml de agua destilada hirviendo y agitar hasta la disolución total de la muestra.	
6.5.4 Dejar reposar la muestra de 5 a 10 minutos aproximadamente, agitar manualmente de vez en cuando mientras la solución alcanza una temperatura de 50 a 55° C. (Temperatura de valoración).	
6.5.5 Añadir 1 ml de solución indicadora de cromato de potasio al 5% y agitar	
6.5.6 Titular la muestra con la solución de nitrato de plata 0.1 N, hasta la aparición de un color pardo naranja, el color debe ser permanente.	
NOTA : el color formado en la titulación de algunas muestras puede ser durazno, no necesariamente naranja.	
6.5.7 Hacer un blanco o testigo de reactivos, el cual se prepara añadiendo en un matraz erlenmeyer de 250 ml, 75 ml de agua destilada, y 1 ml de solución indicadora de cromato de potasio al 5%; y se efectúa la titulación de acuerdo al punto 6.5.6	
6.5.8 Registrar los mililitros de la solución de nitrato de plata 0.1 N gastados en la titulación de la muestra problema y del blanco.	
6.6 Cálculos	Analista
6.6.1 El contenido de cloruro de sodio se determina con la siguiente formula	
$\% \text{ NaCl} = \frac{(V_1 - V_0) * N * 5.85}{P_m}$	
El factor 5.85 es 0.0585 (miliequivalentes de cloruro sódico) x 100	
Donde:	
V <sub>1</sub> = ml de solución de nitrato de plata 0.1 N gastados en la titulación de la muestra problema.	
V <sub>0</sub> = ml de solución de nitrato de plata 0.1 N gastados en la titulación del blanco de reactivos.	
N = normalidad de la solución de nitrato de plata (0.1N).	
P = peso de la muestra problema.	
NOTA: indicar el valor el valor medio de la determinación por duplicado.	

### 4.1.1.7 Determinación de proteína por el método micro-Kjeldahl

#### 4. 0Referencias

- 4.1 AOAC. 1999. "Official Methods of Analysis". Association of official Analytical Chemists. 16<sup>th</sup>. Vol. I. Method 12.1.07
- 4.2 NOM-F-68-S-1980. "Alimentos – Determinación de proteínas." Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. Dirección General de Normas.
- 4.3 SSA. 2000. "Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos". Tomo I. Séptima edición. México.

#### 5. 0Definiciones

- 5.1 Proteína: Son sustancias que forman un grupo de compuestos de gran diversidad estructural y funcional. Son moléculas compuestas por 20 aminoácidos distintos, que están en ellas con un orden y proporción definidos genéticamente para cada proteína.

#### 6. 0Actividades

##### 6.1 Fundamento

Este método se basa en la descomposición de los compuestos de nitrógeno orgánico por ebullición con ácido sulfúrico. El hidrógeno y el carbón de la materia orgánica se oxidan para formar agua y bióxido de carbono. El ácido sulfúrico se transforma en SO<sub>2</sub>, el cual reduce el material nitrogenado a sulfato de amonio. El amoniaco se libera después de la adición de solución alcalina y se destila recibiendo en una disolución de ácido bórico. Se titula el nitrógeno amoniacal con una disolución valorada de ácido.

##### 6.2 Equipo (ver apéndice II)

##### 6.3 Material (ver apéndice II)

##### 6.4 Reactivos (ver apéndice II)

##### 6.4.1 Preparación de reactivos (apéndice VI)

##### 6.5 Procedimiento

6.5.1 Pesar en un papel delgado de 50 a 100mg de muestra y registrar el peso de la muestra en la bitácora. Transferir el papel con la muestra al matraz micro-Kjeldahl de 100mL, NOTA: realizar la determinación por duplicado.

6.5.2 Adicionar 1.9±0.1g de sulfato de potasio, 40±10mg de óxido de mercurio, y 2.0±0.1 mL de ácido sulfúrico. Si el peso de la muestra es mayor de 15mg adicionar aparte de la cantidad antes mencionada 0.1ml de ácido sulfúrico por cada 10mg de materia orgánica seca.

6.5.3 Adicionar 2-3 perlas de ebullición.

NOTA: Realizar paralelamente el blanco o testigo de reactivos, es decir en un matraz micro-Kjeldahl se coloca el papel delgado y los demás reactivos, así como también las perlas de ebullición.

6.5.4 Colocar el matraz en el digestor, accionar la campana de extracción y calentar, girar el matraz eventualmente durante el calentamiento.

6.5.5 El calentamiento se suspende cuando el contenido del matraz no contenga residuos negros y el color de la solución sea entre verde y azul.

6.5.6 Dejar enfriar el matraz completamente.

6.5.7 Adicionar el mínimo volumen de agua para disolver el residuo del matraz micro-Kjeldahl, poner una ligera capa de vaselina en la orilla del matraz.

6.5.8 Transferir la muestra digerida al aparato de destilación.

6.5.9 Enjuagar el matraz con 5-6 porciones de 1-2mL de agua.

Responsables

Analista

Analista

## **Determinación de proteína por el método micro-Kjeldahl**

	Responsable	
6.5.10 A la salida del condensador se coloca un vaso de precipitados de 100 mL que contiene 5 mL de ácido bórico, 2-4 gotas de solución indicadora, la punta del destilador debe estar dentro de la solución.	Analista	
6.5.11 Adicionar en la copa del destilador de 8-10ml de la solución de hidróxido de sodio-tiosulfato de sodio y con mucho cuidado y precaución se abre la llave de adición para que se comience a liberar el amoníaco de la muestra.		
6.5.12 Colectar 15mL del destilado, enjuagar con un poco de agua la punta del destilador y retirar el vaso.		
6.5.13 Transferir el destilado a un matraz Erlenmeyer de 250 ml, enjuagar el vaso con un poco de agua y transferir el agua de lavado al matraz.		
6.5.14 Diluir hasta 50mL.		
6.5.15 Titular el destilado con ácido clorhídrico 0.01 N.		
6.5.16 Tomar la lectura de los mililitros gastados en la muestra titulada.		
6.5.17 Calcular el porcentaje de proteína en la muestra analizada.		
6.6 Cálculos		Analista
6.6.1 Calcular el % de nitrógeno utilizando la siguiente formula:		
$\%N = \frac{(V_m - V_b) * N * 1.4}{P_m}$		
Donde:		
V <sub>m</sub> = ml de HCl gastado en la muestra		
V <sub>b</sub> = ml de HCl gastado en el blanco		
N = normalidad del HCL		
P <sub>m</sub> = peso de la muestra expresado en gramos		
6.6.2 El contenido de proteína de calcula de la siguiente forma:		
$\%Proteína = \%N \times F$		
Donde:		
F = Factor para el cálculo de proteínas ( ver Anexo VI o en caso de no estar incluido multiplicar por el factor general de 6.25)		
NOTA: Reportar el valor medio de la determinación por duplicado.		

NOTA: En el caso de la determinación de fosfatos se tuvo que hacer una serie de experimentos para demostrar que la metodología es útil en la determinación de fosfatos. Los resultados se presentan en el apéndice III.

### 4.1.2 Implantación

Durante la fase de implantación se corroboró que las diferentes metodologías documentadas se realizan como se indica en los instructivos, es decir, se verifica que los analistas conocen, comprenden y realizan las actividades señaladas en estos instructivos de trabajo.

Los comentarios generados en esta fase, se presentan en la figura 4.2

Prueba	¿Problemas durante el desarrollo o la implementación?	Comentarios
<i>Determinación de humedad por tratamiento térmico</i>	Si	• No se contaba con un desecador con la capacidad adecuada para el número de muestras que se analizan.
<i>Determinación de cenizas totales</i>	No	• La temperatura recomendada para determinar cenizas es de 550°C, excepto cuando se requiera evitar la pérdida de cloruros, en donde la determinación se realizará a 500°C.
<i>Determinación del pH por el método potenciométrico</i>	Si	• La temperatura a la que se debe determinar el pH es de 20°C.
<i>Determinación de fosfatos como P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Método colorimétrico de vanado-molibdato.</i>	Si	• Se requirió incluir información para la realización de una gráfica y regresión lineal utilizando el programa Excel.
<i>Determinación de cloruros como cloruro de sodio</i>	Si	
<i>Determinación de azúcares reductores directos y totales</i>	Si	• Los analistas no controlan la temperatura y el tiempo de hidrólisis en la determinación de azúcares reductores totales.
<i>Determinación de proteína por el método micro-Kjeldahl</i>	Si	• Los analistas no llevan a cabo el blanco o testigo para esta determinación.

Figura 4.2 Comentarios durante la fase de implementación

La información anterior sirvió para que el Gerente de Control de Calidad conociera en que temas se tenía que proporcionar más información al personal de laboratorio, uno de ellos fue proporcionarles cursos relacionados con la calidad, así con información acerca de los métodos de prueba documentados.



En lo que se refiere a la implementación de los instructivos, se tuvo que convencer a los analistas de que la metodología propuesta es la más conveniente, ya que son:

- ♦ Propuestas por organismos oficiales,
- No son procedimientos muy laboriosos y el tiempo para realizarlos era el mismo o incluso menor en comparación con la metodología utilizada anteriormente. La metodología antes utilizada era la propuesta en algunos libros de análisis de alimentos, y por lo tanto no coincidían con las técnicas oficiales.

Al mismo tiempo en esta fase se les dio a conocer a los analistas las no conformidades en las que incurrieron, de este modo los analistas trataron de corregir, prevenir y apegarse a lo descrito en los instructivos de trabajo.

#### **4.1.3 Auditoria interna**

En esta fase se verifico que la metodología implementada se realizara según lo establecido en los instructivos, por tanto, a partir de este tipo de auditoria se pretendió detectar las no conformidades antes de la auditoria interna por parte de personal externo al área de control de calidad.

Para la preparación de la auditoria interna no se siguieron los métodos habituales de informar con anticipación al personal auditado cuando se llevaría a cabo, ya que el propósito era verificar que se cumplieran los objetivos y las actividades descritas en los instructivos implantados, debido a que son actividades de trabajo que se realizan diariamente y por lo tanto se debían estar llevando a la practica.

En figura 4.3, se presenta la lista de las observaciones y no conformidades encontradas durante la auditoria interna

Instructivo de referencia	No conformidades
<i>Determinación de humedad por tratamiento térmico</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• No se realiza el duplicado</li> <li>• Las muestras no se transferían al desecador después de terminado el tiempo de secado.</li> </ul>
<i>Determinación de cenizas totales</i>	
<i>Determinación del pH por el método potenciométrico</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• No se realiza el duplicado</li> </ul>
<i>Determinación de fosfatos como P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Método colorimétrico de vanado-molibdato.</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• No se realiza el duplicado</li> </ul>
<i>Determinación de cloruros como cloruro de sodio</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• No se realiza el registro de la cantidad de muestra pesada</li> <li>• No se realiza el duplicado</li> <li>• No se realiza el blanco o testigo</li> </ul>
<i>Determinación de azúcares reductores directos y totales</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• No se realiza el registro de la muestra pesada</li> <li>• No se realiza el duplicado</li> </ul>
<i>Determinación de proteína por el método micro-Kjedalh</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• No se realiza el blanco o testigo</li> </ul>

Tabla 4.3 Resultados de la auditoría interna

## 4.2 DISCUSIÓN

La documentación e implantación de las diferentes actividades que realiza una empresa son parte fundamental para cumplir con los requerimientos que marca la norma ISO 9002:1994. Las actividades realizadas en este trabajo permiten asegurarle a la empresa que los análisis físico-químicos utilizados como instructivos le permitirán cumplir con los requerimientos que marca la norma.

Al mismo tiempo que las actividades y la información generada a través de estos análisis formaran parte integral en la calidad del producto y en la satisfacción del cliente.

Por otro lado, al exponer los diferentes pasos que se llevaron a cabo en este trabajo se pretende servir como apoyo para aquellas empresas y personas que están involucradas en el desarrollo e implantación de análisis de laboratorio. Pues aquí se plasman conceptos y pasos prácticos para llevar a cabo las actividades mencionadas.

### 4.2.1 Documentación

Las metodologías se documentaron de acuerdo a las normas que se tomaron como referencia, dichas normas son las propuestas por organismos nacionales ( como la DGN y la SSA) o internacionales (como la AOAC) y son metodologías con una reconocida validez. Dado que son

metodologías validadas, un punto importante durante la realización práctica de cada una de las metodologías fue la repetibilidad de los resultados.

La documentación de las diferentes metodologías o instructivos de trabajo describen paso a paso las actividades que deben realizarse. En su redacción se ha utilizado un vocabulario sencillo para evitar dudas o confusión de los analistas durante la realización de las pruebas y como consecuencia la obtención de resultados erróneos y poco confiables.

El motivo por el cual no se documentó la norma oficial para la determinación de fosfatos, fue debido a que es una técnica engorrosa. Por lo que fue necesario eliminar algunos pasos y verificar que aun cuando se eliminen pasos, la técnica sigue siendo útil. Se pudo comprobar que la metodología se ajusta a las necesidades requeridas en el laboratorio, ya que genera datos confiables en cuanto a exactitud y precisión.

Para corroborar la información generada a través esta metodología se sugiere a la empresa la validación de dicha metodología, ya que es necesario contar con información que demuestre y explique la utilización de una metodología que no esta reconocida por organismos oficiales.

Un punto que se omitió durante esta fase fue anexar diagramas de flujo de las técnicas, pues se consideró que este tipo de presentación no era necesario. Sin embargo, la utilización de los diagramas ayudaran a que la información escrita sea comprendida fácil y rápidamente por el personal, de modo que así se disminuirá el tiempo de aprendizaje en la fase de implantación.

Así mismo, es importante incluir la fecha de fin de vigencia del documento, ya que debe tener en cuenta la continua actualización de las metodologías utilizadas.

#### 4.2.2 Implantación

En la fase de implantación un factor fundamental son los recursos humanos, ya que cada persona debe estar conciente de la información que genera por medio de los análisis, dado que ésta puede afectar no sólo a un área sino a toda la empresa, por ello es necesario que en esta fase se comprometan a cumplir con lo estipulado en los instructivos de trabajo. Además a través de participación se puede conocer la información que debe incluirse, ampliarse o corregirse en los instructivos e incluso si el personal requiere de capacitación.

Es necesario que se programe el lapso de tiempo necesario para que se implante cada uno de los instructivos, ya que hay que evitar que el personal se sienta presionado por la carga de trabajo, lo que implica la poca participación del personal durante la implantación.

La fase de implantación permite dar a conocer tanto a los analistas como a sus superiores las observaciones surgidas en esta fase, lo que conduce a tomar acciones correctivas y preventivas para evitar la ocurrencia de no conformidades en la fase de auditoria interna.

#### 4.2.3 Auditoria interna

La fase de auditoria interna se añadió como un medio para la verificación del cumplimiento del Sistema de Calidad en lo relativo a los instructivos implantados. A través de la auditoria interna se pudo conocer los puntos en los cuales había que poner una mayor atención para evitar la ocurrencia de no conformidades.

Esta auditoria interna permitió comprobar la correcta implantación de los instructivos en el área de Control de Calidad de la compañía Noris-Westphalia, con lo cual se cumple con una pequeña parte del Sistema de Calidad para lograr cumplir con "la satisfacción del cliente y la competitividad de la empresa.

## 5. Conclusión

La documentación e implantación de actividades que puedan afectar la calidad del producto es una parte básica en la estructura del Sistema de Aseguramiento de Calidad de la norma ISO 9002:1994, ya que durante la certificación es necesario comprobar que todas las actividades están enfocadas a lograr la satisfacción del cliente.

El desarrollo documental e implantación de los principales análisis fisicoquímicos, es una parte imprescindible para el área de Laboratorio de Control de Calidad.

Los análisis fisicoquímicos se encuentran documentados e implantados de acuerdo a las necesidades de la empresa y a partir de ellos se genera información confiable sobre características de calidad como: humedad, cenizas, pH, fosfatos, cloruros, azúcares reductores directos y totales y proteína.

Es importante que durante la documentación de cualquier instructivo o procedimiento se incluya la fecha de fin de vigencia del documento, pues el personal debe tener en cuenta que la metodología utilizada debe actualizarse con el propósito de evitar cometer una no conformidad durante alguna auditoria interna o externa. Además es útil anexar diagramas de flujo para hacer más fácil la comprensión de la metodología descrita en los instructivos de trabajo.

Es necesario que el personal administrativo del área de Control de Calidad tome en cuenta que para optimizar la implementación de cualquier actividad es necesario: Programar el lapso de tiempo que se crea conveniente para que sean realizadas las nuevas metodologías de análisis; Evitar que el personal se sientan presionado por la carga de trabajo rutinario, ya que de lo contrario el personal se enfocara como es obvio a su trabajo de rutina y esto a su vez afectara la fase de implantación; Y lo más importante contar con la participación activa del personal.

Con la auditoria interna se logra cumplir y asegurar que las actividades documentadas e implantadas se llevan a cabo de acuerdo con lo descrito en los diferentes instructivos de trabajo, además de permitir la mejora continua ya que se tomaron medidas correctivas para evitar proporcionar información que afecte la satisfacción del cliente.

## 6. Bibliografía

1. Gomis Cerón, Juan y J. L. Valero Sánchez-Pastor. "La gestión de la calidad en las PYME." Manuales IMPI 29. España. Capítulo I. Pág. 7
2. James, Paul. 1998 "Gestión de la calidad total. Un texto introductorio" pág. 40.
3. Evans, James R., Lindsay, William M. "Administración y control de la calidad" pág. 10,11
4. Juran, J.M., Gryna, F.M. 1994. "Análisis y planeación de la calidad" ". Tercera edición. Editorial Mc-Graw Hill. pág. 3
5. NMX-CC-1-1995 IMNC. "Administración de la calidad y aseguramiento de la calidad – Vocabulario". Edita el Instituto Mexicano de Normalización y Certificación. México.
6. Ishikawa, Kaoru. 1986. "Qué es el control de calidad? La modalidad japonesa. Editorial NORMA. Colombia. pág. 61
7. Remes Quiroga, Alfredo. 1997. "Sistema integrador del aseguramiento de calidad de los alimentos". AGT Editor. México. pág. xvii
8. Surak, John G. 1999. "International organization for standardization. ISO 9000 and related standards". Pre-impresión para ser publicada en Food Safety. Estados Unidos de Norteamérica.
9. Buch Jensen, Poul. 1996. "Gestión de la calidad. ISO 900. Guía y comentarios". Segunda edición. Editorial AENOR. España. pág. 16-17.
10. Dirección General de Normas. 2000. "Manual de bienvenida" Edita la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. México. pág. 13-14.
11. <http://www.secofi.gob.mx/dgn> Esta dirección estuvo funcionando hasta el año 2001.
12. Draft International Standard. 1999. ISO/DIS 9001. "Quality management systems- Requirement." ISO. Suiza.
13. NMX-CC-004:1995-IMNC. "Sistema de calidad. Modelo para el aseguramiento de calidad en producción, instalación y servicio." Edita el Instituto Mexicano de Normalización y Certificación. México.

14. NMX-CC-018:1996-IMNC. "Directrices para desarrollar manuales de calidad". Edita el Instituto Mexicano de Normalización y Certificación. México. pág. 3/14, 10/14.
15. Enciclopedia Encarta. 2000. Microsoft.
16. Stebbing, Lionel. 1996. "Aseguramiento de la calidad. El camino a la eficiencia y la competitividad." Editorial CECSA. México. pág. 95
17. Hoyle, David. 1995. "ISO 9000. Manual de sistemas de calidad". 3ra. Edición. Editorial Paraninfo. Madrid, España. pág. 105
18. Proyecto de norma NMX-CC-002/2:1998-IMNC. "Administración de la calidad y aseguramiento de la calidad. Parte 2: Directrices generales para la aplicación de NMX-CC-003, NMX-CC-004 y NMX-CC-005." Edita el Instituto Mexicano de Normalización y Certificación. México. pág. 6/27.
19. NORIS S.A. de C.V. 1999. "PA-AC-014. Desarrollo de procedimientos e instructivos." Noris S.A. de C.V. México.
20. NOM-CC-013-1992. Criterios generales para la operación de laboratorios de pruebas." Dirección General de Normas. México. pág. 3/21.
21. NMX-CC-019-1997:IMNC. "Aseguramiento de la calidad. Directrices para planes de calidad." Instituto Mexicano de Normalización y Certificación. México. pág. 8/18
22. Sandholm, Lennar. 1995. "Control total de la calidad." Editorial TRILLAS. México. pág. 86
23. CIEMAT. 1996. "Garantía de calidad y control de calidad en química analítica." Editorial CIEMAT. España. pág. 12.4
24. Valcareel, A. P. "La calidad en los laboratorios analíticos." Editorial REVERTE. España. pág. 161-162
25. Selle, Andrés, Villar, Joan. 1997. "ISO 9000 en empresas de servicio." Segunda edición. Ediciones Gestión 2000. España.
26. Kelly, Michael R. 1992. "Manual de solución de problemas. Para el mejoramiento de la calidad." Panorama editorial. México.

27. Huerta Espinoza, Isabel Doria, Martínez Vásquez, Silvia. 1995. "Tesis. Implantación y certificación de un sistema de aseguramiento de la calidad en una empresa de instrumentación bajo la normativa ISO 9000 (NMX-CC)." IPN-UPIICSA. México.
28. NMX-CC-7/1-1993-SCFI. "Directrices para auditar sistemas de calidad – Parte 1 – Auditorias". Dirección General de Normas. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. México.
29. Egan, H., Kirk, R.S., Sawyer, R. 1996. "Composición y análisis de alimentos de Pearson." Segunda edición. Editorial CECSA. México.
30. Pearson, D. 1986. "Técnicas de laboratorio para el análisis de alimentos." Editorial ACRIBIA. España
31. Badui Dergal, Salvador. 1999. . "Química de los alimentos." Tercera edición. Editorial Addison Wesley Longman. México.
32. Fennema, Owen R. 1993. "Química de los alimentos." Editorial ACRIBIA. España.
33. Coultate, T. P. 1998. "Manual de química y bioquímica de los alimentos." Segunda edición. Editorial ACRIBIA. España.
34. NOM-116-SSA1-1994. Bienes y servicios. Determinación de humedad en alimentos por tratamiento térmico. Método por arena o gasa. Edita la Secretaría de Salud y Asistencia. México
35. NOM-83-1986. Determinación de humedad en productos alimenticios. Edita la Dirección General de Normas. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. México.
36. NOM-F-66-1978. "Determinación de cenizas en alimentos." Edita la Dirección General de Normas. Secretaria de Patrimonio y Fomento Industrial. México
37. A.O.A.C. 1999. "Official Methods of Analysis." Association of Official Analytical Chemists International. 16<sup>th</sup> edition. Vol. I. Method 12.1.07 and Vol. II. Method 43.1.05
38. NOM-F-317-S-1978-SCFI. Determinación de pH en alimentos. DGN. Secretaria de Comercio y Fomento Industrial.
39. NOM-F-320-S1978-SCFI. Determinación de fosfatos en embutidos. Edita la Dirección General de Normas. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. México



40. NOM-F-150-S-1981-SCFI. Determinación de cloruro de sodio en salmueras. Edita la Dirección General de Normas. Secretaría de Comercio y Fomento industrial.
41. NOM-F-312-1976-SCFI. Determinación de reductores directos y totales en alimentos. Edita la Dirección General de Normas. Secretaría de Comercio y Fomento industrial.
42. NOM-F-68-S-1980. "Alimentos – Determinación de proteínas." Edita la Dirección General de Normas. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. México.
43. SSA. 2000. "Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos". Tomo I. Séptima edición. México.

## Apéndice I.

### Requerimientos de ISO 9002:1994 e ISO 9001:2000.

ISO 9002:1994 Sistemas de calidad-modelo para el aseguramiento de la calidad en desarrollo, producción, instalación y servicio	ISO 9001:2000 Requerimientos del sistema de administración de calidad
1. Objetivo y campo de aplicación.	1. Alcance. 1.1 Generalidades 1.2 Exclusión permisible.
2. Normas de referencia.	2. Normas de referencia.
3. Definiciones.	3. Términos y definiciones.
4. Requisitos del sistema de calidad.	4. Sistema de administración de calidad.
4.1 Responsabilidad de la dirección.	4.1 Requerimientos generales. 4.2 Requerimientos de administración de calidad.
4.1.1 Política de calidad.	5. Responsabilidad de la dirección.
4.1.2 Organización.	5.1 Compromiso de la dirección.
4.1.2.1 Responsabilidad y autoridad.	5.2 Enfoque del cliente.
4.1.2.2 Recursos.	5.3 Política de calidad.
4.1.2.3 Representante de la dirección.	5.4 Planeación.
4.1.3 Revisión de la dirección.	5.4.1 Objetivo de la calidad.
4.2 Sistema de calidad.	5.4.2 Planeación de la calidad.
4.2.1 Generalidades.	5.5 Dirección.
4.2.2 Procedimientos del sistema de calidad.	5.5.1 Generalidades.
4.2.3 Planeación de la calidad.	5.5.2 Responsabilidad y autoridad.
4.3 Revisión del contrato.	5.5.3 Representante de la dirección.
4.3.1 Generalidades.	5.5.4 Comunicación interna.
4.3.2 Revisión.	5.5.5 Manual de calidad.
4.3.3 Modificaciones al contrato.	5.5.6 Control de documentos.
4.3.4 Registros.	5.5.7 Control de registros de calidad.
4.4 Control de diseño. (No aplica)	5.6 Revisión de la dirección.
4.4.1 Generalidades.	5.6.1 Generalidades.
4.4.2 Planeación del diseño y desarrollo.	5.6.2 Revisión de insumos.
4.4.3 Interrelaciones organizacionales y técnicas.	5.6.3 Revisión de proceso.
4.4.4 Datos de entrada del diseño.	6. Recursos de la dirección.
4.4.5 Resultados del diseño.	6.1 Provisión de recursos.
4.4.6 Revisión del diseño.	6.2 Recursos humanos.
4.4.7 Verificación del diseño.	6.2.1 Asignación de personal.
4.4.8 Validación del diseño.	6.2.2 Escolaridad, experiencia y competencia.
4.4.9 Cambios del diseño.	6.3 Facilidades
4.5 Control de documentos y datos.	6.4 Ambiente de trabajo
4.5.1 Generalidades.	7. Realización del producto.
4.5.2 Aprobación de documentos y datos.	7.1 Planeación de la realización del proceso
4.5.3 Cambios en documentos y datos.	7.2 Relación cliente-proceso.
4.6 Adquisiciones.	7.2.1 Identificación de los requerimientos del cliente.
4.6.1 Generalidades.	7.2.2 Revisión de requerimientos del producto.
4.6.2 Evaluación de subcontratistas.	7.2.3 Comunicación con el cliente
4.6.3 Datos para adquisiciones.	7.3 Diseño y/o desarrollo.
4.6.4 Verificación de los productos comprados.	7.3.1 Planeación del diseño y/o desarrollo.
4.6.4.1 Verificación del proveedor en las instalaciones del subcontratista.	7.3.2 Diseño y/o desarrollo de insumos
4.6.4.2 Verificación del cliente al producto subcontratado.	7.3.3 Diseño y/o desarrollo de proceso.
4.7 Control de productos proporcionados por el cliente.	7.3.4 Revisión de diseño y/o desarrollo.
4.8 Identificación y rastreabilidad del producto.	7.3.5 Verificación del diseño y/o desarrollo.
4.9 Control del proceso.	7.3.6 Validación del diseño y/o desarrollo.
	7.3.7 Control de diseño.

**Requerimientos de ISO 9002:1994 e ISO 9001:2000. (continuación)**

ISO 9002:1994	ISO 9001:2000
<b>Sistemas de calidad-modelo para el aseguramiento de la calidad en desarrollo, producción, instalación y servicio</b>	<b>Requerimientos del sistema de administración de calidad</b>
<p>4.10 Inspección y prueba.</p> <p>4.10.1 Generalidades.</p> <p>4.10.2 Inspección y pruebas de recibo.</p> <p>4.10.3 Inspección y prueba en proceso.</p> <p>4.10.4 Inspección y pruebas finales.</p> <p>4.10.5 Registro de inspección y prueba.</p> <p>4.11 Control de equipo de inspección, medición y prueba.</p> <p>4.11.1 Generalidades.</p> <p>4.11.2 Procedimientos de control.</p> <p>4.12 Estado de inspección y prueba</p> <p>4.13 Control de producto no conforme</p> <p>4.13.1 Generalidades.</p> <p>4.13.2 Revisión y disposición de productos no conformes.</p> <p>4.14 Acción correctiva y preventiva.</p> <p>4.15 Manejo, almacenamiento, empaque, conservación y entrega.</p> <p>4.15.1 Generalidades.</p> <p>4.15.2 Manejo.</p> <p>4.15.3 Almacenamiento.</p> <p>4.15.4 Empaque.</p> <p>4.15.5 Conservación.</p> <p>4.15.6 Entrega</p> <p>4.16 Control de registros de calidad.</p> <p>4.17 Auditorías de calidad.</p> <p>4.18 Capacitación.</p> <p>4.19 Servicio.</p> <p>4.20 Técnicas estadísticas.</p> <p>4.20.1 Identificación de necesidades.</p> <p>4.20.2 Procedimientos.</p>	<p>7.4 Compras.</p> <p>7.4.1 Control de compras.</p> <p>7.4.2 Información de compras.</p> <p>7.4.3 Verificación de compra de productos.</p> <p>7.5 Producción y operación de servicio.</p> <p>7.5.1 Operaciones de control.</p> <p>7.5.2 Identificación y trazabilidad.</p> <p>7.5.3 Propiedad del cliente.</p> <p>7.5.4 Conservación de producto.</p> <p>7.6 Control de mediciones y planes de monitoreo</p> <p><b>8. Medición, análisis y mejora.</b></p> <p>1.1 Planeación.</p> <p>1.2 Medición y monitoreo.</p> <p>1.2.1 Satisfacción del cliente.</p> <p>1.2.2 Auditoría interna.</p> <p>1.2.3 Medición y monitoreo de proceso.</p> <p>1.2.4 Medición y monitoreo de producto.</p> <p>1.3 Control de no conformidades.</p> <p>1.4 Análisis de datos.</p> <p>1.5 Mejora.</p> <p>1.5.1 Planeación de mejora continua.</p> <p>1.5.2 Acción correctiva.</p> <p>1.5.3 Acción preventiva</p>

## Correspondencia entre ISO 9001:1994 e ISO/DIS 9001:2000

ISO 9001:1994 Sistemas de calidad-modelo para el aseguramiento de la calidad en desarrollo, producción, instalación y servicio	ISO 9001:2000 Requerimientos del sistema de administración de calidad
1. Objetivo y campo de aplicación.	1
2. Normas de referencia.	2
3. Definiciones.	3
4. Requisitos del sistema de calidad.	
4.1 Responsabilidad de la dirección.	
4.1.1 Política de calidad.	5.1 + 5.3 + 5.4.1
4.1.2 Organización.	5.5.2
4.1.2.1 Responsabilidad y autoridad.	5.5.2 + 6.2.1
4.1.2.2 Recursos.	5.1 + 6.1 + 6.3
4.1.2.3 Representante de la dirección.	5.5.3
4.1.3 Revisión de la dirección.	5.6
4.2 Sistema de calidad.	
4.2.1 Generalidades.	4.x + 5.1 + 5.4.1 + 5.5.5
4.2.2 Procedimientos del sistema de calidad.	4.2
4.2.3 Planeación de la calidad.	5.4.2 + 7.1
4.3 Revisión del contrato.	7.2.2
4.4 Control de diseño.	7.3
4.5 Control de documentos y datos.	5.5.6
4.6 Adquisiciones.	7.4
4.7 Control de productos proporcionados por el cliente.	7.5.3
4.8 Identificación y rastreabilidad del producto.	7.5.2
4.9 Control del proceso.	7.1 + 7.5.1 + 7.5.5
4.10 Inspección y prueba.	7.1 + 7.5.1 + 8.1 + 8.2.4
4.11 Control de equipo de inspección, medición y prueba.	7.6
4.12 Estado de inspección y prueba	7.5.1
4.13 Control de producto no conforme	8.3
4.14 Acción correctiva y preventiva.	8.4 + 8.5.2 + 8.5.3
4.15 Manejo, almacenamiento, empaque, conservación y entrega.	7.1 + 7.5.4
4.16 Control de registros de calidad.	5.5.7
4.17 Auditorías de calidad.	8.2.2
4.18 Capacitación.	6.2.2
4.19 Servicio.	7.1 + 7.5.1
4.20 Técnicas estadísticas.	8.1 + 8.2.3 + 8.2.4 + 8.4

Nota: 4x significa que incluye todos los puntos de la sección 4.

**Correspondencia entre ISO/DIS 9001:2000 e ISO 9001:1994**

ISO 9001:2000	ISO 9001:1994
<b>1. Alcance.</b>	<b>1</b>
1.1 Generalidades	
1.2 Exclusión permisible.	
<b>2. Normas de referencia.</b>	<b>2</b>
<b>3. Términos y definiciones.</b>	<b>3</b>
<b>4. Sistema de administración de calidad.</b>	
4.1 Requerimientos generales.	4.2.1
4.2 Requerimientos generales de documentación.	4.2.2
<b>5. Responsabilidad de la dirección.</b>	
5.1 Compromiso de la dirección.	4.1 + 4.1.2.2 + 4.2.1
5.2 Enfoque del cliente.	
5.3 Política de calidad.	4.1.1
5.4 Planeación.	
5.4.1 Objetivo de la calidad	4.1.1 + 4.2.1
5.4.2 Planeación de la calidad.	4.2.3
5.5 Dirección.	
5.5.1 Generalidades.	
5.5.2 Responsabilidad y autoridad.	4.1.2 + 4.1.2.1
5.5.3 Representante de la dirección.	4.1.2.3
5.5.4 Comunicación interna.	
5.5.5 Manual de calidad.	4.2.1
5.5.6 Control de documentos.	4.5
5.5.7 Control de registros de calidad.	4.16
5.6 Revisión de la dirección.	4.1.3
5.6.1 Revisión de insumos.	4.1.3
5.6.2 Revisión de proceso.	4.1.3
<b>6. Recursos de la dirección.</b>	<b>4.1.2.2</b>
6.1 Provisión de recursos.	4.1.2.2
6.2 Recursos humanos.	
6.2.1 Asignación de personal.	4.1.2.1
6.2.2 Escolaridad, experiencia y competencia.	4.18
6.3 Facilidades	4.9
6.4 Ambiente de trabajo.	4.9
<b>7. Realización del producto.</b>	
7.1 Planeación de la realización del proceso.	4.2.3 + 4.9 + 4.10 + 4.15 + 4.19
7.2 Relación cliente-proceso.	
7.2.1 Identificación de los requerimientos del cliente.	
7.2.2 Revisión de requerimientos del producto.	4.3
7.2.3 Comunicación con el cliente	
7.3 Diseño y/o desarrollo.	4.4
7.3.1 Planeación del diseño y/o desarrollo.	4.4.2 + 4.4.3
7.3.2 Diseño y/o desarrollo de insumos	4.4.4
7.3.3 Diseño y/o desarrollo de proceso.	4.4.5
7.3.4 Revisión de diseño y/o desarrollo.	4.4.6
7.3.5 Verificación del diseño y/o desarrollo.	4.4.7
7.3.6 Validación del diseño y/o desarrollo.	4.4.8
7.3.7 Control de diseño.	4.4.9

Correspondencia entre ISO/DIS 9001:2000 e ISO 9001:1994 (continuación)

ISO 9001:2000	ISO 9001:1994
7.4 Compras.	
7.4.1 Control de compras.	4.6
7.4.2 Información de compras.	4.6
7.4.3 Verificación de compra de productos.	4.6
7.5 Producción y operación de servicio.	
7.5.1 Operaciones de control.	4.9 + 4.10 + 4.12 + 4.19
7.5.2 Identificación y trazabilidad.	4.8
7.5.3 Propiedad del cliente.	4.7
7.5.4 Conservación de producto.	4.15
7.5.5 Validación de procesos.	4.9
7.6 Control de mediciones y planes de monitoreo	4.11
8. Medición, análisis y mejora.	
8.1 Planeación.	4.10 + 4.20
8.2 Medición y monitoreo.	
8.2.1 Satisfacción del cliente.	
8.2.2 Auditoría interna.	4.17
8.2.3 Medición y monitoreo de proceso.	4.20
8.2.4 Medición y monitoreo de producto.	4.10 + 4.20
8.3 Control de no conformidades.	4.13
8.4 Análisis de datos.	4.14 + 4.20
8.5 Mejora..	
8.5.1 Planeación de mejora continua.	4.1.3 + 4.9
8.5.2 Acción correctiva.	4.14
8.5.3 Acción preventiva	4.14

## Apéndice II

### Equipo, material y reactivos necesarios para la realización de la metodología seleccionada

Determinación	Equipo	Material	Reactivos
Humedad por tratamiento térmico	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Balanza analítica con <math>\pm 0.001g</math> de sensibilidad <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Estufa eléctrica con termostato <input checked="" type="checkbox"/></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Charolas de aluminio de 10 cm de diámetro</li> <li>• Pesa filtros de aluminio (5cm de diámetro y 2cm de alto) con tapas</li> <li>• Espátula</li> <li>• Desecador</li> <li>• Pinzas para crisol</li> <li>•</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Sílica gel con indicador de humedad</li> </ul>
Cenizas	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Balanza analítica con <math>\pm 0.001g</math> de sensibilidad <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Mufla con termostato <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Parrilla eléctrica</li> <li>• Campana de extracción</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Crisoles de porcelana</li> <li>• Espátula</li> <li>• Pinzas para crisol</li> <li>• Desecador</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Sílica gel con indicador de humedad</li> </ul>
pH por el método potenciométrico	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Balanza analítica con <math>\pm 0.001g</math> de sensibilidad <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Potenciómetro Orion SA 520 o equivalente <input checked="" type="checkbox"/> con su respectivo electrodo</li> <li>• Agitador magnético con imán.</li> <li>• Termómetro</li> <li>•</li> <li>•</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Espátula</li> <li>• Piseta.</li> <li>• Probetas graduadas de 100ml</li> <li>• Vasos de precipitados de 250ml</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Solución amortiguadora de pH <math>4 \pm 0.01</math></li> <li>• Solución amortiguadora de pH <math>7 \pm 0.01</math></li> <li>• Solución amortiguadora de pH <math>10 \pm 0.01</math></li> </ul>
Fosfatos como $P_2O_5$ por el método colorimétrico de vanadato-molibdato	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Balanza analítica con <math>\pm 0.001g</math> de sensibilidad <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Baño de agua</li> <li>• Campana de extracción.</li> <li>• Espectrofotómetro SPECTRONIC® 20 <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Cronometro</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Pipetas volumétricas de 1ml <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Matraces volumétricos de 100ml <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Matraces aforados de 1 litro <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Pipetas volumétricas de 10ml <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Papel aluminio</li> <li>• Espátula</li> <li>• Matraces</li> <li>• Pipetas graduadas de 5ml</li> <li>• Piseta.</li> <li>• Probetas graduadas de 100ml</li> <li>• Papel absorbente</li> <li>• Vasos de precipitados</li> <li>• Celdas de cuarzo de <math>1cm^2</math></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Fosfato monobásico de potasio</li> <li>• Ácido clorhídrico 5N</li> <li>• Molibdato de amonio</li> <li>• Vanadato de amonio</li> <li>• Hidróxido de amonio (densidad 0.88)</li> <li>• Ácido nítrico concentrado.</li> <li>• Ácido nítrico (1:2)</li> <li>• Papel pH</li> </ul>
Azúcares reductores directos y totales	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Balanza analítica con <math>\pm 0.001g</math> de sensibilidad <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Parrilla eléctrica</li> <li>• Baño de agua</li> <li>• Campana de extracción</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Buretas de 25 ml graduada en 0.1ml <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Matraces volumétricos de 250ml <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Matraces volumétricos de 500ml <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Matraces volumétricos de 100ml <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Pipetas volumétricas de 5ml <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Papel aluminio</li> <li>• Espátula</li> <li>• Matraces erlenmeyer de 250ml</li> <li>• Piseta.</li> <li>• Probetas graduadas de 100ml</li> <li>• Pinzas para bureta</li> <li>• Embudos</li> <li>• Anillos para embudos</li> <li>• Papel filtro Whatman No. 1.</li> <li>• Pertas de ebullición</li> <li>• Pipetas graduadas de 5ml</li> <li>• Pipetas graduadas de 10 ml</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Sulfato de sodio pentahidratado</li> <li>• Tartrato doble de sodio y potasio</li> <li>• Hidróxido de sodio</li> <li>• oxalato de sodio o potasio</li> <li>• acetato de plomo.</li> <li>• Ácido clorhídrico concentrado</li> <li>• Sacarosa</li> <li>• Glucosa</li> </ul> <p>Indicadores</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Azul de metileno</li> <li>• Fenolftaleína</li> </ul>

Equipo, material y reactivos necesarios para la realización de la metodología seleccionada. (continuación)

Determinación	Equipo	Material	Reactivos
Cloruro de sodio	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Balanza analítica con <math>\pm</math> 0.001g de sensibilidad <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Parrilla eléctrica</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Buretas de 25 ml graduada en 0.1ml</li> <li>• Matracas volumétricos de 100ml</li> <li>• Pipetas graduadas de 5ml</li> <li>• Espátula</li> <li>• Papel aluminio</li> <li>• Piseta.</li> <li>• Pinzas para bureta</li> <li>• Probetas graduadas de 100ml</li> <li>• Matracas erlenmeyer de 250ml</li> <li>• Vasos de precipitados de 250ml</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Cromato de Potasio</li> <li>• Cloruro de sodio</li> <li>• Nitrato de Plata 0.1 N</li> </ul>
Proteína por el método micro-Kjeldahl	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Balanza analítica con <math>\pm</math> 0.001g de sensibilidad <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Campana de extracción.</li> <li>• Equipo digestor micro-Kjeldahl</li> <li>• Equipo de digestión micro-Kjeldahl</li> <li>• Agitador magnético con imán.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Espátula</li> <li>• Piseta.</li> <li>• Buretas de 25 ml graduada en 0.1ml <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Pinzas para bureta</li> <li>• Probetas de 50ml <input checked="" type="checkbox"/></li> <li>• Papel delgado</li> <li>• Matracas micro-Kjeldahl de 100ml</li> <li>• Vasos de precipitados de 100ml</li> <li>• Matracas erlenmeyer de 250ml</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Sulfato de potasio</li> <li>• Oxido de mercurio</li> <li>• Ácido sulfúrico</li> <li>• Ácido bórico</li> <li>• Hidróxido de sodio</li> <li>• Tiosulfato de sodio</li> <li>• Ácido clorhídrico 0.01N</li> </ul> <p>Indicadores</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Rojo de metilo</li> <li>• Azul de metileno</li> <li>• Verde de bromocresol</li> </ul>
Notas	<input checked="" type="checkbox"/> Equipo que requiere de calibración y /o verificación previa	<input checked="" type="checkbox"/> Material de vidrio que requiere de calibración	Los reactivos que aquí se mencionan deben ser grado reactivo y cuando en la metodología se indique agua ésta deberá ser destilada.



**Apéndice III**  
Determinación cuantitativa de fosfatos como  $P_2O_5$   
Método colorimétrico de vanadato-molibdato

Preparación de reactivos

*Mezcla de reactivo de vanadato-molibdato.*

- ♦ Solución A: En un vaso de precipitados de 500 ml se disuelven 20.0 g de molibdato de amonio en 400 ml de agua destilada caliente ( $50^\circ C$ ) y se deja enfriar a temperatura ambiente.
- ♦ Solución B: En otro vaso de precipitados de 500 ml se disuelve 1.0g de vanadato de amonio en 300 ml de agua destilada hirviendo, se enfría y se añaden 140 de ácido concentrado, lentamente y mezclando.  
NOTA: Se recomienda trabajar en la campa a de extracción además de utilizar guantes y mascarilla, la adición del ácido nítrico a la solución de vanadato de amonio debe ser poco a poco.
- ♦ Mezclar la solución A y B con agitación y se diluye a 1 litro con agua

*Solución estándar de fosfatos.*

- ♦ El fosfato monobásico de potasio debe ser previamente secado en la estufa a una temperatura de  $105^\circ C$  durante 4 horas y la pérdida por secado no debe ser mayor al 1 por ciento de su peso.
- ♦ Se prepara una solución concentrada que contenga 3.834g de fosfato monobásico de potasio ( $KH_2PO_4$ ) por litro. Luego se diluyen 25 ml de esta solución a 250 ml con agua (**1 ml equivale a 0.2 mg de  $P_2O_5$** ).  
NOTA: La solución concentrada de fosfato se debe de guardar en un recipiente de plástico o de vidrio y por seguridad en **refrigeración**. La solución es estable por más de un mes, pero se recomienda no utilizar la solución después de transcurrido un mes de su preparación.

*Solución de ácido nítrico diluido (1:2)*

- ♦ En un vaso de precipitados de 250 ml se adicionan 100 ml de agua destilada fría previamente hervida, se agrega poco a poco y resbalando por las paredes del vaso, 50 ml de ácido nítrico concentrado.  
NOTA: Se recomienda usar campana de extracción, guantes y mascarilla ya que la reacción de disolución es exotérmica. NO SE DEBE AGREGAR EL AGUA AL ÁCIDO.

*Solución de ácido clorhídrico 5 N*

- ♦ En un matraz aforado de 1000ml agregar 400ml de agua fría previamente hervida, adicionar poco a poco y por las paredes del matraz 430ml de ácido clorhídrico concentrado. Completar el volumen con agua, tapar y agitar.  
NOTA: Se recomienda usar campana de extracción, guantes y mascarilla ya que la reacción de disolución es exotérmica. NO SE DEBE AGREGAR EL AGUA AL ÁCIDO.

## Pasos a seguir para la elaboración de una regresión lineal o estimación lineal en una hoja de Excel.

1. Entrar al programa de Excel en la computadora.
2. En la primera fila colocar el nombre de la curva patrón que se realizó, así como el método que se utilizó y la fecha de elaboración.
3. Utilizar una columna para colocar los datos mililitros de solución estándar de fosfatos (ml solución estándar), una más para miligramos de  $P_2O_5$  (mg  $P_2O_5$ ) y por ultimo una para la lectura de Absorbancia.

Ejemplo:

Curva patrón de fosfatos. Método colorimétrico

Fecha de elaboración: 23-Enero-2000

ml solución estándar de fosfatos	mg $P_2O_5$	Absorbancia
0	0	0.000
2.5	0.5	0.027
5	1	0.072
10	2	0.151
20	4	0.298
30	6	0.454
40	8	0.600
50	10	0.750

NOTA: Para calcular los mg  $P_2O_5$  se multiplican los mililitros de solución estándar de fosfatos que se utilizaron por 0.2, de esta forma se pueden saber los mg  $P_2O_5$  utilizados.

4. Seleccionar las columnas de los datos correspondientes a mg de  $P_2O_5$  y Absorbancia.
5. Seleccionar gráficos.



6. Paso 1. Tipo de gráfico: Seleccionar XY (Dispersión) y presionar siguiente.



7. Paso 2. Rango de datos: Seleccionar columna y presionar siguiente.

8. Paso 3. Colocar los títulos correspondientes a:

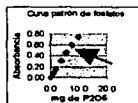
Título del gráfico: Curva patrón de fosfatos

Eje de valores X: mg de  $P_2O_5$

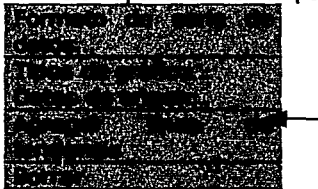
Eje de valores Y: Absorbancia

9. Paso 4. Seleccionar finalizar

10. En la pantalla aparecerá la gráfica, colocar la flecha en alguno de los puntos de la gráfica, como se muestra en la siguiente figura y presionar del lado derecho del ratón



A continuación aparecerá en la pantalla un cuadro que dice:



Seleccionar Agregar línea de tendencia

11. En tipo seleccionar lineal.

12. En Opciones marcar:

- Automática
- Presentar ecuación en la gráfica
- Presentar el valor  $R^2$  cuadrado en la gráfica

13. Seleccionar Aceptar

En la gráfica aparecerá la ecuación de la recta y los valores de la pendiente y la ordenada al origen, así como el valor del coeficiente de correlación al cuadrado ( $R^2$ ).

NOTA: La ecuación de la recta es la siguiente:

$$Y = mX + b \quad (\text{Ecuación 1})$$

Donde:

Y = Absorbancia

m = Pendiente

X = mg de  $P_2O_5$

b = Ordenada al origen

$R^2$  = coeficiente de correlación al cuadrado

$R^2$  es el coeficiente que puede tener un valor de 0 a 1. Si es 0.9900 a 1.0000, hay una buena correlación entre los datos, por lo tanto la curva patrón realizada se puede utilizar para conocer la cantidad de  $P_2O_5$  que se encuentre en la muestra problema.

NOTA: Sólo se podrán utilizar las curvas patrón que tengan un coeficiente de correlación entre 0.9900 – 1.000 en el caso contrario se tendrá que realizar nuevamente la curva patrón, verificando que el material utilizado este perfectamente limpio y seco, así como verificar que los reactivos no estén contaminados (ver si no hay formación de algún precipitado en el frasco) o caducados.

#### Calculo de los mg de $P_2O_5$ en una muestra problema.

De la ecuación de la recta se puede conocer la valor de  $P_2O_5$  que tiene la muestra problema, esto se hace despejando X de la ecuación 1 del Anexo I, de donde se obtiene lo siguiente:

$$X = (Y - b) / m$$

Donde:

X = mg de  $P_2O_5$

El valor obtenido de mg de  $P_2O_5$  sirve para conocer el porcentaje de  $P_2O_5$  que contiene la muestra problema.

## Determinación de fosfatos

### Introducción

La modificación de esta metodología esta en base a los requerimientos del Laboratorio de Control de Calidad, ya que al modificar la técnica oficial para la determinación de fosfatos, el tiempo de obtención de resultados disminuye por la eliminación del paso de calcinación de la muestra problema. La eliminación de este paso se debe a que en las muestras analizadas en el Laboratorio de Control de Calidad, es importante que la determinación de fosfatos se realice en poco tiempo ya que el contenido de estos compuestos en las muestras analizadas es primordial para la liberación de materia prima, producto en proceso o producto terminado.

Algunos de los fosfatos que se pueden encontrar en las muestras son: orto, poli, piro y hexametrafosfatos. Otros compuestos presentes en las muestras pueden ser el cloruro de sodio (componente habitual), carbohidratos y otros

### Objetivo

Determinar el tiempo optimo de hidrólisis para las muestras más representativas utilizadas durante el desarrollo de este experimento.

### Metodología

Las muestras a analizar están seleccionadas de acuerdo a su composición. La muestra patrón esta compuesta por fosfato monobásico de sodio y cloruro de sodio: las siguientes muestras se seleccionaron por el número y tipo de fosfatos que los componen.

La composición de las muestras analizadas se puede observar en la tabla 1.

Componente	Muestra			
	Patron	N-341	N-609	N-235
Azúcar		35.9	11.25	
Sal	50	28.3	43.5	
Otros componentes		0.06	11.75	
<b>Fosfatos totales %</b>	<b>50</b>	<b>35.74</b>	<b>33.5</b>	<b>100</b>
<b>Total</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>

Tabla 1. Composición de las muestras analizadas

La composición teórica de  $P_2O_5$  (pentóxido de fósforo) de las muestras analizadas se presenta en la tabla 2.

Muestra	Patron	N-341	N-609	N-236
<b>Compuesto</b>	% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
Fosfato monobásico de sodio	<b>25.7</b>			
Fosfatos tricalcico		0.137		
Hexametáfosfato de sodio			<b>7.308</b>	<b>9.744</b>
Pirofosfato ácido de sodio		0.575		
Pirofosfato tetrasódico		0.587		1.067
Polimetáfosfato potásico		1.166		
Tripolifosfato de sodio		<b>18.232</b>	<b>13.312</b>	<b>48.619</b>
<b>Total</b>	<b>25.7</b>	<b>20.697</b>	<b>20.62</b>	<b>59.43</b>

Tabla 2. Porcentaje de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> en las muestras analizadas

La metodología utilizada para la determinación de fosfatos es la que se encuentra en la sección de resultados en la sección 4.1.1.4 Determinación de fosfatos como P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> por el método colorimétrico de vanadato-molibdato.

El tiempo de ebullición para las muestras (apartado 6.5.2.6) será de 5, 10 y 20 minutos. Éste es un punto importante pues la norma NOM-F-320-S1978-SCFI (Determinación de fosfatos en embutidos). En dicha norma no se menciona el lapso de tiempo que es necesario dejar la muestra en ebullición. Por tanto, es necesario establecer el tiempo o el intervalo de tiempo óptimo para la hidrólisis de las muestras.

Las variaciones en el tiempo de hidrólisis, dependerán en gran medida de la composición de cada una de las muestras. Cada una de las muestras será analizada por triplicado y durante un periodo tres días, de esta manera se obtendrán datos confiables de exactitud y precisión.

## Resultados

En la tabla 3, se presenta los resultados promedios obtenidos durante el análisis de las muestras. Además en la tabla se puede observar el contenido teórico de fosfatos en las muestras problema.

Muestra	Patron	N-341	N-609	N-236
Contenido teórico de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	<b>25.70%</b>	<b>20.69%</b>	<b>20.62%</b>	<b>59.43%</b>
Contenido promedio de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (5 min)		16.15	9.92	50.06
Contenido promedio de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (10 min)		17.72		54.3
Contenido promedio de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (20 min)		<b>18.59</b>		<b>58.25</b>
Desviación estándar	0.2563	0.4031	0.477	0.9122
Porcentaje de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> determinado	98.2	89.86	96.95	98
Diferencia% (valor teórico y práctico)	<b>1.71</b>	<b>10.16</b>	<b>3.06</b>	<b>1.00</b>

Tabla 3. Resultados de la determinación de fosfatos en las muestras que se analizan con mayor frecuencia en el LCC de Noris S.A. de C.V.

En la tabla 3 se observan el resultado promedio obtenido en tres ensayos durante tres diferentes días. El termino (5 min, 10 min o 20 min) se refiere al periodo de tiempo en minutos que es necesario dejar la muestra en ebullición.

### **Discusión**

Con respecto a los datos de la tabla 2, se puede observar que en cada una de las muestras hay uno o dos compuestos de fosfatos que se encuentran en mayor cantidad. En el caso de la muestra patrón y la muestra N-609 se puede observar que están compuestas por uno y dos compuestos de fosfatos respectivamente. Así mismo, con estas muestras se obtiene el contenido de  $P_2O_5$  con un menor tiempo de hidrólisis, 5 minutos.

Las muestras N-341 y N-235 están compuestas por más de dos compuestos de fosfatos, cinco y tres respectivamente, siendo el contenido de  $P_2O_5$  del N-235 superior al 50%) y el tiempo para hidrolizar los fosfatos que componen a dichas muestras es mayor en comparación con las otras muestras. Para estas muestras con un tiempo de hidrólisis de 5 y 10 minutos el resultado esta entre el 10 y 15% por debajo del resultado teórico. Sin embargo, con un tiempo de hidrólisis de 20 minutos, ambas muestras presentan un porcentaje de  $P_2O_5$  total, cercano al que se encuentra en la tabla 2.

En las muestras N-341 y N-235, el tiempo de hidrólisis es de 15 minutos más en comparación con las muestras patrón y N-609. El aumento en el tiempo de hidrólisis puede deberse a que al haber una diversidad de fosfatos haya interacciones entre ellos, lo que provoca que sea mayor el tiempo de hidrólisis. El resultado esta dado aparentemente por los compuestos mayoritarios que conforman a cada una de las muestras, como por ejemplo el tripolifosfato. Ya que éste compuesto se encuentra como componente mayoritario en las muestras problema.

También, en la tabla 3 se presenta la diferencia porcentual que hay entre el valor teórico de  $P_2O_5$  y el obtenido al realizar el ensayo. Tal diferencia va desde 1.71% hasta el 10.15%. Dicha variación se da en gran medida por la pureza de los compuestos. Por ejemplo, la menor diferencia se da en la muestra patrón (1.71%) y el porcentaje de  $P_2O_5$  determinado es de 98.2%, este último porcentaje

se encuentra cerca del valor reportado por el proveedor del fosfato monobásico de sodio es de 99%.

### **Conclusión**

Esta metodología permite conocer el contenido de  $P_2O_5$  presente en las muestras con un tiempo de hidrólisis de 5 y 20 minutos. El tiempo dependerá principalmente de la composición de la muestra, para aquellas muestras compuestas por 1 y 2 compuestos de fosfatos; y 20 minutos para aquellas muestras con 3 o más.

La metodología aquí expuesta proporciona resultados cercanos al valor teórico de cada una de las muestras analizadas. La diferencia entre el valor teórico y el práctico esta dado por la composición y por la pureza de los fosfatos presentes en las muestras.

Esta metodología puede aplicarse a otras muestras que sean analizadas en Noris S.A. de C.V., así mismo los resultados que proporciona esta metodología deben someterse a una validación, para lo que se le recomienda a la empresa Noris S.A. de C.V. realizar dicha actividad. Ya que de esta manera les puede proporcionar resultados confiables a sus clientes, así como también a ella misma durante el análisis de sus muestras. De igual manera se recomienda la evaluación de cada una de las muestras a las que es necesaria la determinación de fosfatos, de esta manera se optimizara la determinación de este componente.

## Apéndice IV

### Determinación de azúcares reductores directos y totales.

#### Preparación de reactivos

- ♦ *Solución de Azul de Metileno al 1%.*  
Pesar con precisión  $1 \pm 0.1$ g de azul de metileno, disolverlos en agua destilada, y llevar al aforo de 100 ml.
  
- ♦ *Solución de hidróxido de sodio al 50%.*  
Pesar  $50 \pm 0.01$ g de hidróxido de sodio, en un vaso de precipitados de 200ml se colocan 50ml de agua destilada, se agregan poco a poco las hojuelas del hidróxido de sodio y se agita con una varilla de vidrio hasta la completa disolución del hidróxido.  
NOTA: El hidróxido de sodio debe agregarse poco a poco al agua ya que la reacción es exotérmica (es decir, desprende calor), por lo cual se recomienda trabajar con guantes y en la campana de extracción.
  
- ♦ *Solución indicadora de fenoltaleína al 1%*  
Pesar  $1.0 \pm 0.01$ g de fenoltaleína, transferirla a un matraz aforado de 100ml, disolver y llevar al aforo
  
- ♦ *Soluciones de Fehling.*  
Preparar cantidades iguales de las soluciones A y B. Las soluciones deben mantenerse separadas y en botellas ámbar, se deben mezclar el mismo día de la determinación.
  - Solución A.- Pesar  $34.6 \pm 0.1$ g de sulfato cúprico pentahidratado ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), disolverlos en agua destilada, y llevar al aforo de 500 ml.
  - Solución B.- Pesar  $173 \pm 0.1$ g de tartrato sódico potásico ( $\text{C}_4\text{H}_4\text{KNaO}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ),  $50 \text{ g} \pm 0.1$  g de hidróxido de sodio (NaOH), disolverlos en agua destilada, y llevar al aforo de 500 ml. Dejar reposar dos días y después filtrar utilizando de asbesto.
  
- ♦ *Solución estándar de azúcar invertido al 1%*  
Pesar 9.5 g de sacarosa y disolver en 50ml de agua, añadir 5ml de ácido clorhídrico concentrado y diluir con agua a 100ml, guardar algunos días a temperatura ambiente (o durante 15 minutos a  $65^\circ\text{C}$ ), después de esta inversión se completa el volumen a 1000ml. La disolución al 1% de azúcar invertido, puede guardarse aproximadamente siete días a la temperatura de  $12$  a  $15^\circ\text{C}$  o 3 días a  $20$  a  $25^\circ\text{C}$ .  
Titular la mezcla de soluciones de Fehling con la solución estándar de azúcar invertido, como se indica en el punto 6.5.2
  
- ♦ Solución estándar de glucosa.  
Disolver 10 g de glucosa en un poco de agua, completar con agua hasta los 1000ml y mezclar. La disolución al 1% de glucosa puede guardarse aproximadamente por 3 días si se encuentra en refrigeración.  
Titular la mezcla de soluciones de Fehling con la solución estándar de glucosa, como se indica en el punto 6.5.2



## Apéndice V

### Determinación cloruro de sodio

#### Preparación de reactivos

##### PREPARACIÓN DE REACTIVOS.

- ♦ Solución de Cromato de Potasio ( $K_2CrO_4$ ) al 5%.  
Pesar con precisión  $5\text{ g} \pm 0.1\text{g}$  de cromato de potasio ( $K_2CrO_4$ ), disolverlos en agua y llevar al aforo de 100 ml.
- ♦ Solución de Nitrato de Plata ( $AgNO_3$ ) 0.1 N valorada.  
En el caso de que la solución de nitrato de plata se prepare en el laboratorio, procédase como se indica a continuación.

##### PREPARACIÓN Y NORMALIZACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE NITRATO DE PLATA 0.1 N

En el caso de que se tenga que preparar la solución de nitrato de plata en el laboratorio se recomienda seguir los pasos señalados a continuación.

- ♦ *Reactivos*  
Nitrato de plata ( $AgNO_3$ ) grado analítico secado durante una hora a  $150^\circ\text{C}$ .  
Cloruro de sodio grado analítico, previamente secado a  $110^\circ\text{C}$  durante 2 horas.
- ♦ *Preparación de reactivos.*
- \* Nitrato de plata 0.1N: Pesar 16.99g de nitrato de plata, transferirlo a un matraz volumétrico de 1 litro, disolver y llevar al aforo con agua destilada fría, la cual ha sido previamente hervida, guardar la solución en un frasco de vidrio color ámbar o recipiente de vidrio forrado con papel obscuro.
- ♦ *Normalización:*
  - En un matraz erlenmeyer de 250ml pesar 200mg de cloruro de sodio exactamente pesado, (Se recomienda hacer la determinación de la normalización por triplicado).
  - Disolver el cloruro de sodio con 35ml de agua destilada y adicionar 1ml de cromato de potasio ( $K_2CrO_4$ ) al 5%.
  - Titular con la solución de nitrato de plata, hasta la aparición de un color pardo naranja.
  - Registrar los mililitros gastados durante la titulación.
  - Calcular la normalidad de la solución de nitrato de plata.
- ♦ *Cálculos:*  
Para calcular la normalidad del nitrato de plata se utiliza la siguiente formula:

$$\text{Normalidad} = (\text{g de NaCl} * 1000) / (\text{ml } AgNO_3 * 58.44)$$

Donde:

g de NaCl = gramos de cloruro de sodio.

ml  $AgNO_3$  = mililitros de nitrato de plata gastados durante la titulación.

58.44 = peso del equivalente químico, cloruro de sodio.

1000 = 1000 mililitros hay en 1 litro.

## Apéndice VI

### Determinación de proteína por el método micro-Kjendahl

#### Preparación de reactivos

- ♦ *Solución de hidróxido de sodio-tiosulfato de sodio:*  
Disolver 60g de NaOH y 5g de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  en agua y diluir a 100 mL o adicionar 25 mL de una solución de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  al 25% a 100 mL de NaOH al 50%.
- ♦ *Solución de ácido bórico:*  
Preparar una solución saturada de ácido bórico.
- ♦ Solución indicadora:
  - (1) *Rojo de metilo-azul de metileno:* mezclar 2 partes de solución alcohólica de rojo de metilo al 0.2% con 1 parte de solución alcohólica de azul de metileno al 0.2% o
  - (2) *Solución de rojo de metilo-verde de bromocresol:* mezclar 1 parte de solución alcohólica de rojo de metilo al 0.2% en 5 partes de solución alcohólica de verde de bromocresol al 0.2%.
- ♦ *Solución de ácido clorhídrico 0.01 N*  
Diluir 8.6 ml de ácido clorhídrico al 36.5-38 % en 10 litros de agua destilada.

#### Factores para el calculo de proteína

Producto	Factor
Ajonjolí	5.30
Albúmina de huevo	6.70
Arroz	5.95
Avena	5.83
Caseína	6.38
Centeno	5.83
Cocoa	6.25
Gelatina	5.55
Germen, salvado y aceite	5.70
Harina de trigo y sémola	5.70
Huevo	6.68
Leche y derivados	6.38
Levadura	6.25
Maíz	6.25
Malta	6.25
Nuez	5.30
Pastas de trigo	5.76
Soya	6.25
Factor general	6.25

## **Determinación de la eficiencia de la destilación**

- ♦ *Reactivos:*  
Hemoglobina o triptofano grado analítico
- ♦ *Procedimiento:*  
Seguir el procedimiento que se marca en los pasos 6.5.1 al 6.5.17 de la determinación de proteína por el método micro-Kjendahl.
- ♦ *Cálculos*  
Determinar el contenido de proteína igual que en la sección 6.6

La eficiencia de la destilación se calcula de la siguiente manera:

$$\text{Eficiencia} = [ ( P_T - P_P ) / P_T ] * 100$$

Donde:

$P_T$  = Porcentaje de proteína teórico (cantidad marcada en el envase de la proteína grado analítico)

$P_P$  = Porcentaje de proteína práctico (cantidad de proteína obtenida de la determinación realizada en el laboratorio)

NOTA: Se recomienda que la determinación de la eficiencia del equipo de destilación se realice aproximadamente cada seis meses.

Conservar una lista con las fechas en las que se ha realizado la determinación de la eficiencia.

- ♦ Si la eficiencia de la destilación es menor a 95% se recomienda consultar el manual de uso del equipo.