

ESTANDARIZACIÓN Y VALIDACIÓN DE TÉCNICAS ANALÍTICAS PARA LA DETERMINACIÓN DE HUMEDAD, DE LAS MATERIAS PRIMAS, POLVO Y GRANULARES EN EL LABORATORIO DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS DE CONTROL DE CALIDAD, EN LA COMPAÑÍA NACIONAL DE LEVADURAS “LEVAPAN” S.A. PLANTA TULUÁ.



**UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS Y TECNOLÓGICAS
PROGRAMA DE QUÍMICA
ARMENIA QUINDÍO
2008**

ESTANDARIZACIÓN Y VALIDACIÓN DE TÉCNICAS ANALÍTICAS PARA LA DETERMINACIÓN DE HUMEDAD, DE LAS MATERIAS PRIMAS, POLVO Y GRANULARES EN EL LABORATORIO DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS DE CONTROL DE CALIDAD, EN LA COMPAÑÍA NACIONAL DE LEVADURAS “LEVAPAN” S.A. PLANTA TULUÁ.

CHARLES USIEL MARTÍNEZ MUÑOZ

**Trabajo de grado para optar al título de
Químico**



**UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS Y TECNOLÓGICAS
PROGRAMA DE QUÍMICA
ARMENIA QUINDÍO
2008**

Nota de aceptación

Director de Trabajo de Grado

Jurado

Jurado

Armenia, Febrero 25 de 2008

*Muere lentamente quien no viaja, dice Neruda,
Y después de este largo viaje me siento más vivo que nunca,
A mi madre,
Que sencillamente lo ha dado todo por mí.*

TABLA DE CONTENIDO

| | pág. |
|----------------------------------------------------------------------------------|------|
| Agradecimientos | 1 |
| Índice de figuras | 3 |
| 1. GLOSARIO | 5 |
| 2. RESUMEN | 9 |
| 3. INTRODUCCIÓN | 11 |
| 4. OBJETIVOS | 14 |
| 4.1. Objetivo General | 14 |
| 4.2. Objetivos Específicos | 14 |
| 5. ANTECEDENTES | 16 |
| 5.1. Principal red internacional de acreditación | 16 |
| 5.1.1. Organización Internacional para la Estandarización (ISO) | 16 |
| 5.1.2. Comisión internacional electrotécnica (IEC) | 17 |
| 5.1.3. Cooperación internacional de acreditación de laboratorios (ILAC) | 17 |
| 5.1.4. Foro de acreditación internacional (IAF) | 18 |
| 5.1.5. Cooperación interamericana de acreditación (IACC) | 18 |
| 5.2. Principal red nacional de acreditación en Colombia | 19 |
| 5.2.1. Circular única del SIC | 19 |
| 5.2.2. Instituto nacional de vigilancia de medicamentos y alimentos (INVIMA). | 20 |
| 5.2.3. Instituto Colombiano de normas técnicas y acreditación (ICONTEC) | 20 |
| 5.2.4. Instituto de estudios ambientales y meteorológicos (IDEAM) | 20 |
| 5.3. Norma NTC ISO-IEC 17025 2005 | 21 |
| 5.4. La acreditación en Colombia | 23 |
| 5.4.1. Selección de los métodos | 27 |
| 5.4.2. Métodos desarrollados por el laboratorio | 27 |
| 5.4.3. Métodos no normalizados | 28 |
| 5.5. Por que estandarizar y validar | 28 |

| | |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 5.6. Parámetros estadísticos | 30 |
| 6. COMPAÑÍA NACIONAL DE LEVADURAS LEVAPAN S.A TULUÁ | 31 |
| 6.1. Un poco de historia | 31 |
| 6.2. Situación actual de la compañía | 32 |
| 6.3. Sistema de calidad del laboratorio | 33 |
| 7. ADOPCIÓN DE LA NORMA NTC ISO-IEC 17025 2005 PARA EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD | 35 |
| 7.1. Análisis de los resultados del diagnóstico | 35 |
| 8. RESUMEN DE PASANTÍA EN LA COMPAÑÍA NACIONAL DE LEVADURAS LEVAPAN S.A TULUÁ | 36 |
| 8.1. Breve descripción de la compañía | 36 |
| 8.2. Breve descripción del laboratorio de Control de Calidad para análisis fisicoquímicos. | 37 |
| 8.2.1. Cuarto de Balanzas | 40 |
| 8.2.2. Cuarto de muestras | 40 |
| 8.2.3. Panadería | 41 |
| 8.2.4. Oficina del jefe de Control de Calidad | 42 |
| 8.2.5. Oficina de la secretaria | 42 |
| 8.2.6. Área de análisis fisicoquímico | 42 |
| 8.2.7. Zona de destiladores | 42 |
| 8.2.8. Zona de estufas | 43 |
| 8.2.9. Mesones centrales | 44 |
| 8.2.10. Zona de Campanas de extracción | 46 |
| 8.2.11. Lavaderos | 47 |
| 8.2.12. Laboratorio de bacteriología | 47 |
| 8.2.13. Cuarto de siembra | 48 |
| 8.2.14. Área de lectura e incubación | 48 |
| 8.2.15. Oficina de bacteriología | 49 |
| 8.2.16. Área de esterilización | 49 |
| 9. ANÁLISIS DE MATERIAS PRIMAS | 50 |
| 9.1. Análisis de material de empaque | 51 |

| | |
|--------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 9.2. Análisis de producto en proceso | 51 |
| 10. ¿QUÉ ES LA HUMEDAD? | 53 |
| 10.1. Tipos de enlazamiento de la humedad | 53 |
| 10.2. ¿Para que se mide el contenido de humedad o agua? | 54 |
| 10.3. Elección del método de medida apropiado | 55 |
| 11. MÉTODOS PARA DETERMINAR EL CONTENIDO DE HUMEDAD | 57 |
| 11.1. Procedimientos Termo gravimétricos | 57 |
| 11.1.1. Desecación por infrarrojo | 58 |
| 11.1.2. Desecación por halógeno | 59 |
| 11.1.3. Desecación por microondas | 59 |
| 11.1.4. Método del pentóxido de fosforo | 60 |
| 11.2. Procedimientos químicos | 60 |
| 11.2.1. Valoraciones Karl Fischer | 60 |
| 11.2.2. Procedimiento del carburo cálcico | 61 |
| 11.3. Métodos espectroscópicos | 61 |
| 11.3.1. Espectroscopia infrarroja para la determinación de la humedad superficial | 61 |
| 11.3.2. Espectroscopia de microondas para la determinación de la humedad total | 62 |
| 11.3.3. Espectroscopia de resonancia magnética nuclear (RMN) | 63 |
| 12. PUNTOS FUERTES Y DÉBILES DE LOS MÉTODOS | 64 |
| 12.1. Tabla 1 Puntos Fuertes y Débiles de los Métodos | 64 |
| 13. CONCEPTOS DE MANEJO PARA LA BALANZA HALÓGENO HR73 | 65 |
| 13.1. Historia | 65 |
| 13.2. Como funcionan las lámparas de halógeno | 65 |
| 13.3. ¿Para que sirve el analizador halógeno de humedad? | 66 |
| 13.4. Elementos de indicación, mando y conexión | 67 |
| 13.5. Elección del programa de desecación | 70 |
| 13.6. Ajuste de la temperatura de desecación | 71 |
| 13.7. Elección del criterio de desconexión | 72 |
| 13.8. Elección del tipo de indicación | 73 |

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 13.9. Fijación del intervalo de impresión | 74 |
| 13.10. Realización de la medición | 75 |
| 13.11. Detalles sobre el informe de medida | 75 |
| 14. CALIBRACIÓN DE LA BALANZA HALÓGENO HR73 | 76 |
| 15. PATRONES SECUNDARIOS CERTIFICADOS | 77 |
| 15.1. Disodio tartrato dihidratado | 77 |
| 15.2. Cloruro de sodio | 77 |
| 16. ELECCIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS PARA EL PROCESO DE ESTANDARIZACIÓN Y VALIDACIÓN | 79 |
| 16.1. Origen y características de las materias primas a analizar | 79 |
| 16.1.1. Torta de soya | 79 |
| 16.1.2. Urea industrial | 81 |
| 16.1.3. Sal refisal | 83 |
| 17. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO DE REFERENCIA PARA DETERMINAR HUMEDAD | 85 |
| 17.1. Equipo estufa eléctrica | 85 |
| 17.2. Comparación con el método de referencia | 87 |
| 18. SECCIÓN EXPERIMENTAL | 88 |
| 18.1. Procedimiento plan de muestreo de materias primas, polvos y granulares. | 88 |
| 18.2. TABLA 2. Plan de muestreo. | 88 |
| 18.3. TABLA 3 Esquema de muestreo para más de 100 sacos o bultos | 89 |
| 19. PROTOCOLO DE ESTANDARIZACIÓN Y VALIDACIÓN, PARA LA IMPLEMENTACIÓN DEL MÉTODO PROPUESTO (BALANZA HALÓGENO) EN LA DETERMINACIÓN DEL % HUMEDAD PARA LAS MATERIAS PRIMAS: TORTA DE SOYA, UREA INDUSTRIAL Y SAL REFISAL. | 91 |
| 20. PLANTEAMIENTO DE CADA UNA DE LAS METODOLOGÍAS (ESTANDARIZACIÓN) | 93 |
| 20.1. Para torta de soya | 93 |
| 20.1.1. Tabla 4. DISODIO TARTRATO DIHIDRATO. LOTE PATRÓN 1.06664.0100. BALANZA HALÓGENO HR73 A 150 °C. | 94 |

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 20.1.2. Tabla 5. DISODIO TARTRATO DIHIDRATO, LOTE PATRÓN 1.06664.0100 BALANZA HALÓGENO HR73 A 100 °C. | 95 |
| 20.1.3. Tabla 6. Torta de soya. Resultados por estufa de 100 °C a 16 horas. Método de referencia. LOTE 6210. | 97 |
| 20.1.4. Tabla 7. Torta de soya. Resultados por estufa de 100 ° C a 16 horas. Método de referencia. LOTE 6476. | 98 |
| 20.1.5. Tabla 8. Torta de soya. Resultados por estufa de 100 ° C a 16 horas. Método de referencia. LOTE 6519. | 99 |
| 20.1.6. Tabla 9. Tabla 9. Torta de soya. Resultados por estufa de 100 °C a 16 horas. Método de referencia. LOTE 6621. | 100 |
| 20.1.7. TABLA 10. Simplificación de los resultados de cada uno de los lotes de torta de soya, analizados por el método de referencia a 100 °C. | 100 |
| 20.1.8. Tabla 11. Torta de soya. Balanza halógeno HR73 a 100 °C. Método propuesto. LOTE 6210. | 101 |
| 20.1.9. Tabla 12. Torta de soya. Balanza halógeno HR73 a 100 °C. Método propuesto. LOTE 6476. | 102 |
| 20.1.10. Tabla 13. Torta de soya. Balanza halógeno HR73 a 100 °C. Método propuesto. LOTE 6519. | 103 |
| 20.1.11. Tabla 14. Torta de soya. Balanza halógeno HR73 a 100 °C. Método propuesto. LOTE 6621. | 104 |
| 20.1.12. TABLA 15. Simplificación de los resultados de cada uno de los lotes de torta de soya, analizados por el método propuesto a 100 °C. | 104 |
| 20.1.13. TABLA 16. Comparación de resultados por cada uno de los métodos, para los distintos lotes de torta de soya. | 105 |
| 20.1.14. TABLA 17. Torta de soya. Balanza halógeno HR73 a 105 °C. Método propuesto. LOTE 6210. | 106 |
| 20.1.15. TABLA 18. Torta de soya. Balanza halógeno HR73 a 105 °C. Método propuesto. LOTE 6476. | 107 |
| 20.1.16. TABLA 19. Torta de soya. Balanza halógeno HR73 a 105 °C. Método propuesto. LOTE 6519. | 108 |
| 20.1.17. TABLA 20. Torta de soya. Balanza halógeno HR73 a 105 °C. | |

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Método propuesto. LOTE 6621. | 109 |
| 20.1.18. TABLA 21. Simplificación de los resultados de cada uno de los lotes de torta de soya, analizados por el método propuesto. Mejora en la temperatura (105 °C) y en el tiempo (25 minutos). | 109 |
| 20.1.19. TABLA 22. Comparación de resultados por cada uno de los métodos, para los distintos lotes de torta de soya. | 110 |
| 20.2. Para urea industrial | 113 |
| 20.2.1. Tabla 23. Urea industrial. Resultados por estufa de 100 °C a 16 horas. Método de referencia. LOTE 6404. | 114 |
| 20.2.2. Tabla 24. Urea industrial. Resultados por estufa de 100 °C a 16 horas. Método de referencia. LOTE 6596 | 115 |
| 20.2.3. Tabla 25. Urea industrial. Resultados por estufa de 100 °C a 16 horas. Método de referencia. LOTE 6610 | 116 |
| 20.2.4. Tabla 26. Urea industrial. Resultados por estufa de 100 °C a 16 horas. Método de referencia. LOTE 6642 | 117 |
| 20.2.5. TABLA 27. SIMPLIFICACIÓN DE LOS RESULTADOS DE CADA UNO DE LOS LOTES DE UREA INDUSTRIAL, ANALIZADOS POR EL MÉTODO DE REFERENCIA A 100 °C. | 117 |
| 20.2.6. Tabla 28. Urea industrial. Balanza halógeno HR73 a 105 °C. Método propuesto. LOTE 6404 | 120 |
| 20.2.7. Tabla 29. Urea industrial. Balanza halógeno HR73 a 105 °C. Método propuesto. LOTE 6596 | 121 |
| 20.2.8. Tabla 30. Urea industrial. Balanza halógeno HR73 a 105 °C. Método propuesto. LOTE 6610 | 122 |
| 20.2.9. Tabla 31. Urea industrial. Balanza halógeno HR73 a 105 °C. Método propuesto. LOTE 6642 | 123 |
| 20.2.10. TABLA 32. SIMPLIFICACIÓN DE LOS RESULTADOS DE CADA UNO DE LOS LOTES DE UREA INDUSTRIAL, ANALIZADOS POR EL MÉTODO PROPUESTO A 105 °C. | 123 |
| 20.2.11. TABLA 33. COMPARACIÓN DE RESULTADOS POR CADA UNO | |

| | |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| DE LOS MÉTODOS, PARA LOS DISTINTOS LOTES DE UREA INDUSTRIAL | 124 |
| 20.3. Materia prima, Sal refisal | 125 |
| 20.3.1. Tabla 34. CLORURO DE SODIO, LOTE PATRÓN 1.02406 BALANZA HALÓGENO HR73 A 100 °C | 125 |
| 20.3.2. Tabla 35. Sal refisal. Resultados por estufa de 100 °C a 16 horas. Método de referencia. LOTE 6577 | 127 |
| 20.3.3. Tabla 36. Sal refisal. Resultados por estufa de 100 °C a 16 horas. Método de referencia. LOTE 6647 | 128 |
| 20.3.4. Tabla 37. Sal refisal. Resultados por estufa de 100 °C a 16 horas. Método de referencia. LOTE 6696 | 129 |
| 20.3.5. Tabla 38. Sal refisal. Resultados por estufa de 100 °C a 16 horas. Método de referencia. LOTE 6707 | 130 |
| 20.3.6. Tabla 39. SIMPLIFICACIÓN DE LOS RESULTADOS DE CADA UNO DE LOS LOTES DE SAL REFISAL, ANALIZADOS POR EL MÉTODO DE REFERENCIA. | 130 |
| 20.3.7. Tabla 40. Sal refisal. Balanza halógeno HR73 a 105 °C. Método propuesto. LOTE 6577 | 131 |
| 20.3.8. Tabla 41. Sal refisal. Balanza halógeno HR73 a 105 °C. Método propuesto. LOTE 6647 | 132 |
| 20.3.9. Tabla 42. Sal refisal. Balanza halógeno HR73 a 105 °C. Método propuesto. LOTE 6696 | 133 |
| 20.3.10. Tabla 43. Sal refisal. Balanza halógeno HR73 a 105 °C. Método propuesto. LOTE 6707 | 134 |
| 20.3.11. Tabla 44. SIMPLIFICACIÓN DE LOS RESULTADOS DE CADA UNO DE LOS LOTES DE SAL REFISAL, ANALIZADOS POR EL MÉTODO PROPUESTO A 105 °C | 134 |
| 20.3.12. Tabla 45. COMPARACIÓN DE RESULTADOS POR CADA UNO DE LOS MÉTODOS, PARA LOS DISTINTOS LOTES DE SAL REFISAL | 135 |
| 20.3.13. Tabla 46. Sal refisal. Balanza halógeno HR73 a 105 °C a | |

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 2 minutos. Método propuesto. LOTE 6577 | 136 |
| 20.3.14. Tabla 47. Sal refisal. Balanza halógeno HR73 a 105 °C a 2 minutos. Método propuesto. LOTE 6647 | 137 |
| 20.3.15. Tabla 48. Sal refisal. Balanza halógeno HR73 a 105 °C a 2 minutos. Método propuesto. LOTE 6696 | 138 |
| 20.3.16. Tabla 49. Sal refisal. Balanza halógeno HR73 a 105 °C a 2 minutos. Método propuesto. LOTE 6707 | 139 |
| 20.3.17. Tabla 50. SIMPLIFICACIÓN DE LOS RESULTADOS DE CADA UNO DE LOS LOTES DE SAL REFISAL, ANALIZADOS POR EL MÉTODO PROPUESTO | 139 |
| 20.3.18. Tabla 51. Comparación de resultados por cada uno de los métodos, para los distintos lotes de sal refisal. | 140 |
| 21. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE CADA UNA DE LAS METODOLOGÍAS PROPUESTAS | 141 |
| 21.1. Criterio de Chauvenet | 141 |
| 21.1.1. Tabla 52. Torta de soya. Criterio de Chauvenet. | 143 |
| 21.1.2. Tabla 53. Urea industrial. Criterio de Chauvenet | 144 |
| 21.1.3. Tabla 54. Sal refisal. Criterio de Chauvenet | 144 |
| 21.2. Comparación de las medias de dos muestras | 145 |
| 21.2.1. Tabla 55. Torta de soya. Comparación de las medias de dos muestras | 146 |
| 21.2.2. Tabla 56. Urea industrial. Comparación de las medias de dos muestras | 146 |
| 21.2.3. Tabla 57. Sal refisal. Comparación de las medias de dos muestras | 146 |
| 21.3. Prueba F para la comparación de desviaciones estándar | 147 |
| 21.3.1. Tabla 58. Torta de soya. Prueba F para la comparación de desviaciones estándar | 147 |
| 21.3.2. Tabla 59. Urea industrial. Prueba F para la comparación de desviaciones estándar. | 147 |
| 21.3.3. Tabla 60. Sal refisal. Prueba F para la comparación de | |

| | |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| desviaciones estándar | 148 |
| 21.4. Exactitud | 148 |
| 21.4.1. Tabla 61. Torta de soya. Exactitud | 149 |
| 21.4.1. 1.Tabla 62. TORTA DE SOYA .TABLA ABREVIADA DE RESULTADOS. Exactitud | 150 |
| 21.4.2. Tabla 63. Urea industrial. Exactitud | 151 |
| 21.4.2.1. Tabla 64. UREA INDUSTRIAL .TABLA ABREVIADA DE RESULTADOS. Exactitud | 152 |
| 21.4.3. Tabla 65. Sal refisal. Exactitud | 152 |
| 21.4.3.1. Tabla 66. SAL REFISAL .TABLA ABREVIADA DE RESULTADOS. Exactitud | 154 |
| 21.5. Análisis de varianza (ANOVA) | 154 |
| 21.5.1. Tabla 67. Torta de soya. Análisis de varianza (ANOVA) | 156 |
| 21.5.1.1 TABLA 68. RESULTADOS FINALES EN CADA UNO DE LOS LOTES DE TORTA DE SOYA. ANÁLISIS DE VARIANZA (ANOVA) | 159 |
| 21.5.2. Tabla 69. Urea industrial. Análisis de varianza (ANOVA) | 160 |
| 21.5.2.1 TABLA 70. RESULTADOS FINALES EN CADA UNO DE LOS LOTES DE UREA INDUSTRIAL. ANÁLISIS DE VARIANZA (ANOVA) | 163 |
| 21.5.3. Tabla 71. Sal refisal. Análisis de varianza (ANOVA) | 164 |
| 21.5.3.1 TABLA 72. RESULTADOS FINALES DE CADA UNO DE LOS LOTES DE SAL REFISAL. ANÁLISIS DE VARIANZA (ANOVA) | 167 |
| 21.6. Precisión | 168 |
| 21.6.1. Repetibilidad | 168 |
| 21.6.1.1. Tabla 73. Torta de Soya. Precisión. Repetibilidad | 168 |
| 21.6.1.2. Tabla 74. Urea Industrial. Precisión. Repetibilidad | 168 |
| 21.6.1.3. Tabla 75. Sal Refisal. Precisión. Repetibilidad | 169 |
| 21.6.1.4. Tabla 76. Sal Refisal Codificada. Precisión. Repetibilidad | 169 |
| 21.6.2. Precisión intermedia | 170 |
| 21.6.2.1. Tabla 77. Torta de Soya. LOTE 6476 Precisión intermedia. | |
| Analista I, Fabio Sánchez. | 170 |

| | |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 21.6.2.2. Tabla 78. Torta de Soya. LOTE 6476. Precisión intermedia. Analista II, Mauricio Delatorre. | 171 |
| 21.6.2.3. Tabla 79. Torta de Soya. LOTE 6476. Precisión intermedia. Analista III, Alfonso Mejía | |
| 21.6.2.4. Tabla 80. Torta de Soya. LOTE 6476. TABLA SIMPLIFICADA DE RESULTADOS. Precisión intermedia | 172 |
| 21.6.2.5. Tabla 81. Urea industrial. LOTE 6610. Precisión intermedia. Analista I, Fabio Sánchez | 173 |
| 21.6.2.6. Tabla 82. Urea industrial. LOTE 6610. Precisión intermedia. Analista II, Mauricio Delatorre | 174 |
| 21.6.2.7. Tabla 83. Urea industrial. LOTE 6610. Precisión intermedia. Analista III, Alfonso Mejía | 175 |
| 21.6.2.8. Tabla 84. Urea industrial. LOTE 6610. TABLA SIMPLIFICADA DE RESULTADOS. Precisión intermedia | 175 |
| 21.6.2.9. Tabla 85. Sal refisal. LOTE 6707. Precisión intermedia. Analista I, Fabio Sánchez | 176 |
| 21.6.2.10. Tabla 86. Sal refisal. Precisión intermedia. LOTE 6707. Analista II, Mauricio Delatorre | 177 |
| 21.6.2.11. Tabla 87. Sal refisal. LOTE 6707. Precisión intermedia. Analista III, Alfonso Mejía | 178 |
| 21.6.2.12. Tabla 88. Sal refisal. LOTE 6610. TABLA SIMPLIFICADA DE RESULTADOS. Precisión intermedia | 178 |
| 21.7. Límites de confianza del método | 179 |
| 21.7.1. Tabla 89. Torta de soya. Límites de confianza | 180 |
| 21.7.2. Tabla 90. Urea industrial. Límites de confianza | 181 |
| 21.7.3. Tabla 91. Sal refisal. Límites de confianza | 181 |
| 22. ANÁLISIS DE RESULTADOS | 182 |
| 23. CONCLUSIONES | 190 |
| 24. RECOMENDACIONES | 193 |
| 25. BIBLIOGRAFÍA | 194 |
| 26. ANEXOS | 197 |

