



**Estandarización de método alternativo para la determinación de humedad en  
pastas alimenticias secas**

**Alexandra Peña Cueto**

Universidad Nacional Abierta y a Distancia  
CEAD Barranquilla  
Escuela de Ciencias Básicas Tecnología e Ingeniería  
Barranquilla, Colombia

2019

**Estandarización de método alternativo para la determinación de humedad en  
pastas alimenticias secas**

**Alexandra Peña Cueto**

Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar al título de:  
**Ingeniera de Alimentos**

Director (a):  
Msc. Bibiana del Carmen Ávila García.

Universidad Nacional Abierta y a Distancia  
CCAV Puerto Colombia  
Escuela de Ciencia Básicas Tecnología e Ingeniería  
Puerto Colombia, Colombia

2019

## *Dedicatoria*

Este proyecto lo dedico a:

Mi hija Salma, tu llegada se convirtió en la más poderosa motivación para la culminación de esta etapa y el trazo de nuevas metas.

## **Agradecimientos**

A Dios y la vida, por la oportunidad de seguir luchando por mis sueños.

A mi madre y mi esposo por su colaboración, acompañamiento y paciencia en este proceso.

A la tía Gladys por cuidar amorosamente de Salma mientras mamá estudia y trabaja.

A la profesora Bibiana Ávila por todo su apoyo e insistencia en los momentos en que pensé abandonar.

A la UNAD por brindarme la oportunidad de formarme como profesional y como ser humano.

**Resumen:**

El objetivo de este proyecto es estandarizar una metodología alterna para determinar el contenido de humedad en pastas alimenticias secas elaboradas en una planta de producción ubicada en la ciudad de Barranquilla en el departamento del Atlántico.

Es un estudio de tipo cuantitativo y de corte experimental, dado que se fundamenta en una serie de comprobaciones experimentales realizadas bajo condiciones controladas con el propósito de establecer una curva de secado apropiada para la realización del análisis del contenido de humedad utilizando un equipo Analizador Halógeno, de manera que el resultado no evidencie diferencias significativas con respecto al obtenido a través de una técnica validada con anterioridad (método tradicional) que responde a lo establecido en la Norma Técnica Colombiana NTC-529 del 2014. Una vez determinadas las condiciones de trabajo apropiadas, con la ayuda de técnicas estadísticas se analizaron las tendencias arrojadas por el equipo para establecer un rango de trabajo que brinde el nivel de confianza que el proceso de liberación requiere.

**Palabras claves:** Humedad, secado, pastas alimenticias, contenido de agua, técnicas instrumentales, gravimetría.

**Abstract:**

The objective of this project is to standardize an alternative methodology to determine the moisture content in pasta produced in a production plant located in the city of Barranquilla in the department of Atlántico. It is a quantitative research of experimental type, since it is based on a series of experimental checks carried out under controlled conditions with the purpose of establishing a drying curve suitable for the analysis of moisture content using an Halogen Analyzer equipment, so that the result does not show significant differences compared to what was obtained through a previously validated technique (traditional method) that uses what is established in NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-529 of 2014. Once the appropriated working conditions are determined, with the help of statistical techniques, it will analyze the trends thrown by the machine to establish a range of work that provides the level of confidence required by the release process.

**Keywords:** Moisture content, drying, pasta, water content, instrumental techniques, gravimetric.

## TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	10
Capítulo 1. Naturaleza y Dimensión de la Investigación	13
1.1. Contexto del problema de investigación	13
1.2. Planteamiento del problema	15
1.3. Objetivos de la Investigación	16
1.3.1. Objetivo general	
1.3.2. Objetivos específicos	16
1.4. Justificación y delimitaciones de la investigación	16
1.5. Antecedentes del problema de investigación	17
Capítulo 2. Marco de Referencia.	24
2.1. Marco conceptual	24
2.2. Marco Teórico	27
Capítulo 3. Metodología de la Investigación.	39
3.1. Línea de investigación	39
3.2. Método de la investigación.	39
3.3 Población objeto de estudio	39
3.4 Tamaño de la muestra	39
3.5 Recolección y análisis de datos	40
3.6 Fases de la Investigación	41
Capítulo 4. Resultados obtenidos.	43
4.1 Comprobaciones preliminares	43
4.2 Estudios de repetibilidad con muestra patrón	44
Conclusiones	55
Discusión	57
Recomendaciones	58
Referencias	59
Anexos.	63

**INDICE DE TABLAS**

Tabla 1. Requisitos fisicoquímicos para pastas alimenticias secas.	<b>29</b>
Tabla 2. Requisitos microbiológicos para pastas alimenticias secas.	<b>31</b>
Tabla 3. Comparación de los métodos del horno de secado y del analizador de humedad halógeno para determinar el contenido de humedad de una muestra.	<b>38</b>
Tabla 4. Cronograma del proyecto.	<b>42</b>
Tabla 5. Estado de calibración de equipos	<b>43</b>
Tabla 6. Análisis estadístico del ensayo 1.	<b>45</b>
Tabla 7. Análisis Estadístico Ensayos 2 y 3	<b>47</b>
Tabla 9. Análisis estadístico del ensayo 10.	<b>51</b>



**INDICE DE GRÁFICAS**

Figura 1. Diagrama de flujo proceso de producción de pastas alimenticias secas.	<b>14</b>
Figura 2. Agua ligada, vecinal y multicapa.	<b>33</b>
Figura 3. Curva de secado horno Memmert	<b>44</b>
Figura 4. Estudio de Repetibilidad (Ensayo 1). Equipo Analizador Halógeno Mettler HR73	<b>44</b>
Figura 5. Estudio de Repetibilidad (Ensayos 2 y 3). Equipo Analizador Halógeno Mettler HR73	<b>46</b>
Figura 6. Curvas de secado (Ensayo 4,5,6 y 7). Equipo Analizador Halógeno de Humedad Mettler Toledo HR73	<b>48</b>
Figura 7. Ensayos 8 y 9 programa escalonado. Equipo Analizador Halógeno de Humedad Mettler Toledo HR73	<b>49</b>
Figura 8. Ensayos 10 y 11 programa moderado. Equipo Analizador Halógeno de Humedad Mettler Toledo HR73	<b>50</b>
Figura 9. Ensayo 12 programa moderado. Equipo Analizador Halógeno de Humedad Mettler Toledo HR73	<b>50</b>
Figura 10. Ensayo 13 programa moderado. Equipo Analizador Halógeno de Humedad Mettler Toledo HR73	<b>51</b>
Figura 11. Ensayo 14 programa moderado. Equipo Analizador Halógeno de Humedad Mettler Toledo HR73	<b>53</b>

## INTRODUCCIÓN

El secado es la etapa más compleja en el proceso de elaboración de pastas alimenticias, un adecuado secado le confiere a la pasta estabilidad, fuerza, cohesión, mejor desempeño durante la cocción, menor riesgo de crecimiento microbiológico y una vida útil prolongada; lo que convierte el contenido de humedad en una variable crítica para la liberación del producto. La principal técnica analítica utilizada para determinar contenido de humedad en alimentos es la termogravimetría, que encierra todas aquellas técnicas que usan calor para generar volatilización de sustancias, el Instituto Colombiano de Normas Técnicas es el organismo nacional de normalización en Colombia y establece como método de referencia para determinación de humedad en cereales y derivados la técnica tradicional termogravimétrica (secado lento en horno convencional); esta técnica presenta la desventaja de requerir un lapso temporal muy amplio para la obtención del resultado y el consecuente atraso en la liberación de la producción, la disposición del producto y finalmente agotados en los puntos de venta. El principal propósito de este proyecto es estandarizar una metodología alterna a la tradicional para la determinación de humedad en pastas alimenticias secas que entregue resultados rápidos, exactos y precisos. La investigación es de tipo cuantitativo y corte experimental: se basa principalmente en el diseño y reproducción de un experimento (determinación del contenido de humedad de una muestra patrón a través de una técnica rápida) realizando modificaciones en las variables independientes, que son los parámetros de operación del equipo (tamaño de muestra, temperatura, tiempo, programas de secado) , y a través de herramientas informáticas, estadísticas y matemáticas de recopilación y análisis de datos establecer un rango de trabajo que brinde el nivel de confianza que el proceso de liberación requiere. La humedad patrón

se determina a través del procesamiento de una única muestra no almacenable por la técnica tradicional de secado lento en horno de convección y en paralelo realización de estudios de repetibilidad de la misma muestra por medio de la técnica rápida de secado en determinador halógeno. El nivel de confianza requerido fue suministrado por la directiva de organización y corresponde a un 95%, al igual que la meta del intervalo de confianza (inferior a una cifra decimal). Los datos se recopilan y analizan con ayuda del software Microsoft Excel (grafica T-Student) en conjunto con medidas de tendencia central como media, varianza y desviación estándar. Como principal resultado de esta investigación se obtiene la estandarización de la metodología de análisis de determinación rápida de humedad usando un analizador halógeno, cuyos resultados son equiparables a los obtenidos por metodología tradicional. Al estandarizar esta metodología el aporte esperado es realizar los ensayos de liberación de producto usando el analizador halógeno eliminando el cuello de botella detectado en la etapa de liberación de producto como consecuencia de la disminución del tiempo de determinación del contenido de humedad del producto final en más del 97%.



## **Capítulo 1. Naturaleza y Dimensión de la Investigación**

Este capítulo contiene información determinante para el entendimiento del contexto del problema planteado, incluye algunos datos asociados a la ubicación geográfica de la compañía objeto de estudio, información administrativa, comercial y de gestión y por su puesto el tema que nos atañe que es la relación de este contexto con la pregunta problema.

### **1.1.Contexto del problema de investigación**

PASTAS COMARRICO S.A.S. es una compañía que hace parte del Grupo Nutresa desde el primero de octubre de 2005, y junto a Productos Alimenticios Doria, conforman el Negocio de Pastas del Grupo Nutresa. Es una compañía relativamente pequeña que tiene sede única en la ciudad de Barranquilla, ubicada en la zona industrial de la vía 40 con carrera 51, su parte posterior colinda con el Caño de las industrias y la rivera del rio Magdalena.

La actividad económica principal de esta compañía es la elaboración de pastas alimenticias en sus diversas formas y opera a través del modelo de maquila, lo que hace imperativo para su sostenimiento la apuesta por la productividad.

Comercialmente además de atender el mercado de la costa, a partir de febrero del año 2006 empezó a distribuir sus productos en todas las ciudades de nuestro país y actualmente es la segunda marca de pastas a nivel nacional de acuerdo con los estudios Nielsen.

En cuanto a sistemas de gestión se encuentra certificada en ISO 9001:2015, ISO 14001:2015, Sistema de seguridad BASC, BPM-INVIMA, Y se encuentra en proceso de implementación de modelos internacionales como FSMA Y FOOD DEFENSE.

La fábrica cuenta con una producción mensual promedio de 1800 Toneladas Distribuidas en 4 líneas de producción 2 de pastas cortas, una de pastas largas y 1 de especialidades. (Pastas Comarrico, comunicación personal, 2018)

El proceso de producción de las pastas alimenticias secas en Pastas Comarrico responde al siguiente esquema:



● Etapas del proceso que requieren verificación de contenido de Humedad

Figura 1. Diagrama de flujo proceso de producción de pastas alimenticias secas.

### **1.1. Planteamiento del problema.**

La etapa de liberación del producto representa un cuello de botella para el alistamiento de los vehículos, debido a que las pruebas de humedad por la técnica oficial tardan entre 6 y 8 horas para arrojar el resultado y la necesidad logística es de cargar en promedio 12 vehículos diarios para abastecer los centros de distribución con una promesa de entrega que oscila entre 24 y 72 horas. Esto se traduce en retrasos en las liberaciones de producto, mayor riesgo de error humano por la gran cantidad de manipulación que requiere la metodología tradicional, retrasos importantes en la distribución y pérdidas en agotados cuando no se logra cumplir el tiempo estipulado en la promesa de venta, debido a que el cliente no recibe y la venta se pierde. Por otro lado, la compañía cuenta con unos equipos de determinación de humedad por la técnica de lámpara halógena “analizadores halógenos”, que están en capacidad de entregar resultados entre 3 y 12 minutos dependiendo del tipo de configuración que se parametrize, sin embargo, esta técnica no entrega resultados equivalentes a la técnica tradicional. Dejando en evidencia la necesidad de estandarizar una metodología alterna a la tradicional para la determinación de humedad en pastas alimenticias secas que entregue resultados rápidos, exactos y precisos.

Para la ejecución de este proyecto se formuló la siguiente pregunta de investigación:  
¿Cómo estandarizar el método analítico alternativo para determinar la humedad en pastas alimenticias secas?

## **1.2. Objetivos de la Investigación.**

### **1.2.1. Objetivo General**

Estandarizar una metodología alterna a la tradicional para la determinación de humedad en pastas alimenticias secas.

### **1.2.2. Objetivos Específicos**

- Diagnosticar cómo se realiza el análisis de humedad actualmente y documentar la curva de secado resultante.
- Establecer la curva de secado apropiada para la determinación de humedad por método rápido, documentando la metodología establecida para la realización del análisis de humedad.

## **1.3. Justificación y Delimitación de la Investigación.**

Este estudio tiene pertinencia disciplinar y de desarrollo empresarial regional debido al impacto que tiene estandarizar una metodología alterna de determinación de humedad en pastas alimenticias secas.

Entre las ventajas que tendría está el hecho de que acorta los tiempos de espera para la liberación del producto, permitiendo mayor rapidez en la entrega y disminuyendo costos de almacenamiento; permite entregar resultados casi inmediatos, y con esto identificar y corregir oportunamente desviaciones en el proceso de secado, disminuyendo los productos no conformes y la necesidad de reprocesos.

El alcance del estudio corresponde a la etapa de liberación del parámetro de humedad en pastas alimenticias secas elaboradas en la planta de producción de Pastas Comarrico S.A.S en la ciudad de Barranquilla y analizadas por medio del analizador halógeno HR73.



#### **1.4. Antecedentes del problema de investigación.**

Este capítulo contiene un análisis de algunos artículos científicos, documentos técnicos y memorias de investigaciones de autores nacionales e internacionales asociados a procesos de secado en pastas alimenticias y técnicas alternativas para determinación de humedad en diferentes matrices alimentarias, así como estudios comparativos entre diferentes técnicas de análisis.

Gan Acosta & Sandoval Carrero (2003) realizan un estudio titulado Diseño del sistema de control del proceso de secado de pastas alimenticias, el cual es publicado en la revista colombiana de tecnologías avanzada, de la Universidad de Pamplona. El objetivo que persigue el estudio es diseñar un sistema que controle de forma automática la temperatura y el tiempo de secado, a través de la climatización variable de una zona condicionada para tal efecto; las primeras experiencias de su aplicación permitirán el perfeccionamiento del sistema influyendo de forma directa en la calidad y costos de producción. Para lograrlo, en su metodología parten de la búsqueda del modelo matemático de la planta (sistema a controlar). Este modelo surge del análisis físico del sistema, lo que conlleva a un sistema de ecuaciones diferenciales; la solución de estas ecuaciones proporciona el comportamiento o respuesta ante una entrada o estímulo. Para obtener el modelo matemático de la planta y el cálculo de las constantes del controlador PID se utiliza el método de la respuesta transitoria, en el cual se mide la máxima pendiente  $R$ , y el retardo  $L$ , de la respuesta del sistema en lazo abierto ante una entrada escalón unitario. El controlador PID en este caso digital, se configura para compensar la señal y llevarla hasta el nivel deseado. En sus resultados se destacan el diseño obtenido, que brinda una herramienta con la que se controla el proceso de secado

de pastas, sin tener una dependencia de la temperatura ambiente, es decir, el tiempo de secado es el mismo para una temperatura ambiente baja o temperatura ambiente alta.

En el “Análisis de la cinética de secado de pastas obtenidas con mezclas de harinas a partir de un modelo de evaporación” los autores D. Villa, Passamai, Bonomo & Bravo (2012) plantearon la modificación de un modelo de secado presentado previamente por Passamai & Saravia (Passamai & Saravia, 1997) y más tarde aplicado al secado solar de Pimientos (Passamai & Saravia, 1998). Las modificaciones introducidas al modelo permitirían utilizarlo para la simulación del secado de pastas alimenticias nutricionalmente mejoradas, que se elaboran con harina de trigo, soja y quinua. El proyecto fue llevado a cabo por medio de la Obtención de las curvas experimentales de secado a través de sensores de humedad y temperatura. Y el posterior Análisis del modelo de secado propuesto. La modificación del modelo de secado originalmente desarrollado para el secado solar de pimiento permitió simular el secado de pastas alimenticias obtenidas con mezcla de harina de Trigo, Soja y Quinua. Se obtuvo una excelente aproximación del modelo con los resultados reales para dicho secado de pastas. Las modificaciones introducidas con respecto al modelo se relacionaron con el uso de la humedad libre en base seca para todos los cálculos y la adecuación del término de conductancia global por tratarse de un producto muy diferente al pimiento. Los errores relativos promedio entre los datos modelados y experimentales fueron bajos comparados con otros modelos estudiados, pues no superan el 11%, lo que permitió validar aceptablemente el modelo para secado de pastas alimenticias.

Un año después Brochero Castelblanco & Castro Salcedo (2013) publicaron una investigación titulada “Diseño y Construcción de un Sistema de Cuarto de Secado para

Pastas Alimenticias” cuyo principal objetivo era diseñar e implementar un sistema automatizado de control para un cuarto de secado en una fábrica de pastas alimenticias en la ciudad de Bogotá. La metodología seleccionada para la realización de la investigación consistió en:

1. Realización de un análisis teórico a profundidad de los conceptos de fabricación de pastas alimenticias, así como de las variables físicas involucradas en su transformación.
2. Cruzar estos datos obtenidos con elementos y sistemas electrónicos estudiados con anterioridad y tecnologías más recientes.
3. A partir de los datos obtenidos, proponer un modelo para un sistema de control automatizado.

Una de las principales conclusiones de este trabajo fue que la mejor alternativa para realizar el control principal es por medio de un Controlador Lógico Programable (PLC) por su robustez y aplicabilidad en ambientes industriales; que la uniformidad en el aire que realiza el secado de los formatos es importante para un mejor resultado y que al poseer una interfaz amigable sea fácil su uso para el operario.

Más recientemente tenemos a Aguilar Guncay (2017), con su trabajo Optimización del Proceso de Secado en Pastas Alimenticias el cual busca realizar un diagnóstico de las condiciones del proceso de secado en una fábrica de pastas alimenticias en Ecuador, con el propósito de optimizar el mismo. La metodología utilizada consiste en determinar los parámetros de secado (temperatura, humedad relativa, velocidad de aire y tiempo), evaluar los parámetros de calidad y funcionalidad del producto (humedad en base seca, humedad en base húmeda, actividad acuosa); y realizar un seguimiento de la humedad de la pasta a lo largo de todo el proceso de secado, con el fin de obtener las curvas de secado y así poder recomendar el tiempo de secado óptimo.

Confirmando que el contenido de humedad y AW de las pastas alimenticias es un índice de estabilidad y calidad del producto.

Un logro relevante de este estudio fue la reducción de 20 horas en el proceso de secado de la fábrica y con ello el aumento de la humedad final en base húmeda del 9,11% hasta aproximadamente el 12%, generando un incremento en el rendimiento de las materias primas de un 6%.

En cuanto a las técnicas analíticas para validar la efectividad de los procesos de secado tenemos inicialmente a Ariza Tirado (2006), quien en su estudio “Estandarización y verificación de los métodos analíticos alternativos usados en calidad en la compañía productos Alimenticios Doria S.A.” pretende confirmar mediante un proceso de verificación y estandarización que los datos obtenidos a partir de los métodos alternativos usados para la determinación de analitos, son equivalentes a los datos obtenidos mediante los métodos de referencia implementadas para la liberación de producto en una fábrica de pastas alimenticias en la sabana de Bogotá. El estudio se apoyó en la realización de series de datos por duplicado para cada técnica utilizando matrices reales de harinas y pastas elaboradas en la fábrica objeto del estudio; estimando la repetibilidad, la reproducibilidad y diferencias significativas en la obtención de los resultados entre el método de referencia y el método alternativo para la determinación de diferentes analitos, entre estos la humedad.

Las principales conclusiones fueron: El proceso de estandarización de los métodos alternativos usados en calidad requiere utilizar Material De Referencia Certificado (CRM) en la obtención de las series de datos para establecer la exactitud y la precisión de los métodos rápidos en comparación a los métodos de referencia.

Los equipos Analizador Halógeno de Humedad HR73 METTLER pertenecientes al laboratorio de control de calidad y al área de producción no emiten resultados equivalentes al método de referencia en las condiciones y bajo los parámetros de ensayo analizados.

El equipo Analizador Halógeno de Humedad HR 73 METTLER perteneciente y al área de producción es repetible y reproducible cumpliendo lo establecido en el referente normativo ISO 711 Cereales y Productos Cereales para la determinación de humedad.

Sin embargo, tiempo después Cárdenas Moreno (2013) A través del estudio “Levantamiento de Información para la Acreditación ISO 17025 del Laboratorio de Bromatología de la FIMCP en el Parámetro Humedad” cuyo objetivo es cimentar las bases para la acreditación de dos métodos de análisis (método convencional y método rápido) para el parámetro de Humedad por medio de la estandarización de ambos procedimientos de ensayo y establecer su respectivo proceso de validación estadística mediante un análisis de varianza (ANOVA), cálculo de incertidumbre del método y diferencias estadísticas entre las medias. Logró establecer un marco de trabajo al evidenciar que las condiciones adecuadas para determinar humedad en cárnicos por termo-balanza son: temperatura 150°C y un factor de incandescencia de 40.

El análisis de varianza del método convencional y método rápido arrojó una desviación estándar de reproducibilidad máxima de 0.56 g/100g y 0.65 g/100g respectivamente. Estos valores reflejan a simple vista la alta precisión y exactitud del método y abre la puerta nuevamente hacia la búsqueda de la equivalencia entre ambas técnicas.

Así mismo, Tirado, Montero & Acevedo (2015), publican un “Estudio Comparativo de métodos empleados para la determinación de humedad de varias matrices alimentarias”,

cuya intención es evaluar el efecto de variables como el peso de la muestra y el tipo de método usado en la determinación de humedad de una matriz diversa de alimentos usando una lámpara de luz halógena para el secado de la muestra. El estudio se realizó comparando los resultados obtenidos para cada una de las matrices con determinador halógeno y las técnicas tradicionales vigentes en la normatividad colombiana.

Comprobando que la masa de la muestra es un factor influyente en la determinación de humedad por los dos métodos utilizados, y evidenciando diferencias estadísticamente significativas en algunos productos estudiados.

En el año 2015 el fabricante de analizadores halógenos Mettler Toledo publica el artículo técnico “Horno vs Analizador de humedad halógeno Guía práctica de comparación de métodos”.

El objetivo de la construcción y publicación de esta guía es encontrar la forma de validar el método del analizador halógeno de humedad y probar que los resultados son comparables con el método del horno de secado. El documento sugiere la ejecución de una serie de pasos y recomendaciones para llevar a cabo de manera exitosa estos estudios comparativos respondiendo al siguiente esquema:

1. Selección de la matriz de materiales a evaluar.
2. Medición de varias muestras duplicadas de un único lote homogéneo.
3. Comparación de resultados aplicando la prueba t- student
4. Evaluación de datos a través de la aplicación Microsoft Excel, complemento data análisis.

Y se apoya en la compilación de una serie de informes de estadísticos de estudios de diversas fuentes para llegar a las siguientes conclusiones:

- El método del horno de secado puede sustituirse por el analizador de humedad halógeno para calcular la pérdida de humedad si se demuestra la comparabilidad de ambos métodos.
- Este estudio comparativo puede realizarse con menos de 20 mediciones y mediante la evaluación de la exactitud y la precisión.

## **Capítulo 2. Marco de Referencia.**

En este capítulo se abordan los constructos teóricos de la investigación relacionados con las técnicas analíticas para determinación de humedad en alimentos y más específicamente en pastas Alimenticias, incluye definiciones de conceptos claves sobre los cuales se requiere claridad y profundidad. El propósito de este capítulo es identificar las teorías que permiten sustentar este estudio y los principales autores que han investigado sobre el tema.

### **2.1. Marco Conceptual**

**ACTIVIDAD ACUOSA:** Medida indirecta del agua disponible o libre para que se lleven a cabo las diferentes reacciones químicas y bioquímicas en el alimento (Díaz, 2010).

**AGUA LIBRE Y AGUA LIGADA:** Agua libre es el agua disponible para reaccionar con los microorganismos e interviene en la degradación de los alimentos, agua ligada hace referencia al agua que se encuentra atrapada o ligada a los hidratos de carbono y las proteínas por lo que no está en capacidad de interactuar con el medio. (Díaz, 2010).

**ANALITO:** La sustancia que se está analizando. (Gomis, 2008)

**ANALIZADOR HALÓGENO DE HUMEDAD:** Es un instrumento utilizado para determinar la humedad de una sustancia. El instrumento trabaja según el principio termogravimétrico: Al inicio de la medición el analizador de humedad determina el peso de la muestra, a continuación, la muestra se calienta rápidamente con la unidad desecadora halógena integrada y la humedad se evapora. Durante la desecación el instrumento calcula continuamente el peso de la muestra y visualiza la pérdida de humedad. Una vez concluida la desecación el equipo arroja dependiendo de cómo esté



parametrizado, el peso del residuo o en su defecto la cantidad de agua evaporada.

(Mettler Toledo, 2001)

**CONTENIDO DE HUMEDAD:** Cantidad de agua contenida en un alimento, cuando se calcula por termogravimetría corresponde al peso perdido por evaporación después de someter una muestra a condiciones preestablecidas de temperatura y tiempo.

(ICONTEC, 2009)

**COMPARABILIDAD:** Para evaluar la equivalencia de los métodos, deberían compararse su precisión y exactitud. La decisión sobre si las diferencias encontradas entre ambos métodos están dentro de un rango aceptable debe tomarse en el contexto específico de la aplicación. Un método estadístico probado para tal comparación en un contenido de humedad específico consiste en aplicar la herramienta genérica de estadística prueba t Student. (Mettler Toledo, 2015)

**DETERMINACIÓN DIRECTA E INDIRECTA:** Hace referencia al resultado del análisis que arrojan las técnicas gravimétricas, si el dato de la masa obtenido corresponde al analito hablamos de determinación directa, si el dato obtenido es el residuo y debemos realizar cálculos posteriores para determinar el analito hablamos de determinación indirecta. (Zumbado, 2004)

**ESTABILIDAD DEL ALIMENTO:** Poca o nula interacción química o biológica del alimento con el medio, de manera que sus características fisicoquímicas o microbiológicas no cambian de manera significativa. (Propio)

**EXACTITUD:** El factor más importante que influye en la exactitud del instrumento analizador de humedad es la variabilidad de la temperatura de calentamiento, es decir, las diferencias entre la temperatura objetivo-programada y la temperatura real. (Mettler Toledo 2015)

**GRAVIMETRÍA:** Es la parte de la química analítica que estudia aquellos procedimientos analíticos basados en mediciones de peso. (Riaño, 2007)

**INTERVALO DE CONFIANZA:** Rango de valores entre los que se puede mover un resultado, para un nivel de confianza estadístico (probabilidad de acierto) previamente establecido que puede ir desde 0% hasta 99%. (Triola, 2004)

**MÉTODO:** Es una aplicación específica de una técnica para resolver un problema analítico. (Gomis, 2008)

**MÉTODO DE REFERENCIA:** método de medición específico para una matriz de muestra dada. (Mettler Toledo, 2015)

**MUESTRA PATRÓN:** Es una muestra sobre la cual se conoce la composición del analito de interés con un alto grado de certidumbre y se utiliza como referente para conocer la exactitud de un resultado. Existen patrones certificados (Patrones vendidos por laboratorios oficiales que vienen acompañados de un informe que certifica el resultado del análisis y el margen de error), patrones primarios (compuestos químicos estables de alta pureza que se pueden emplear de manera directa) y patrones secundarios (productos usados como patrones cuya composición se determina de manera cuidadosa por la misma organización que los requiere). (Pickering, 1980)

**PASTAS ALIMENTICIAS:** Producto preparado mediante el secado apropiado de las figuras formadas por una masa sin fermentar, preparada con agua y los derivados del trigo u otras farináceas aptas para el consumo humano o mediante la combinación adecuada de las mismas. (ICONTEC, 2014)

**PESO CONSTANTE:** Cuando el peso de la muestra ya no cambia en un intervalo de tiempo establecido, aunque se siga sometiendo a estímulo, para las técnicas termogravimétricas el estímulo es la temperatura. (propio)

**PRECISIÓN:** Resultado del análisis estadístico al que se somete un conjunto de datos producto del análisis de una misma muestra un gran número de veces. (Pickering, 1980)

**TÉCNICA ANALÍTICA:** Una técnica es un proceso científico fundamental que ha demostrado ser útil para proporcionar información acerca de la composición de las sustancias. (Gomis, 2008)

**TERMOGRAVIMETRÍA:** Técnicas gravimétricas que usan calor para generar volatilización de sustancias.

## **2.2. Marco teórico**

### **2.2.1. Pastas Alimenticias**

El Ministerio de Salud de la república de Colombia (1991) define las pastas alimenticias como “el producto preparado mediante el secado apropiado de las figuras formadas por una masa sin fermentar, preparada con agua y los derivados del trigo u otras farináceas aptas para el consumo humano o mediante la combinación adecuada de las mismas” (p.1).

#### **2.2.1.1. Clasificación**

Según el método de fabricación se pueden distinguir las pastas alimenticias secas, a las que hace referencia en su definición la Resolución 4393 (1991) y las pastas alimenticias frescas, las cuales no han sido sometidas a procesos de secado y por tanto no cumplen con el criterio fisicoquímico del contenido de humedad máximo de 13%, requieren refrigeración para su almacenamiento y tiene un tiempo de vida útil sustancialmente menor.

Por su composición: pueden clasificarse en sencillas (derivados del trigo y agua), compuestas (se les han adicionado aditivos como soya, huevos, leche, sabores etc.),

rellenas (que contienen en su interior sustancias comestibles como carnes, quesos, vegetales entre otros). ICONTEC (2014)

Por su morfología podemos identificar pastas cortas (fideos, conchas, macarrones), largas (tallarines, spaguetti) y medias (canelones, guarguerones, lasagna) Ministerio de Salud de la república de Colombia (1991).

Por su uso: Como plato principal, ensaladas, sopas, para rellenar. Por el segmento en el que compiten: pueden ser económicas (elaboradas con trigos de menor calidad, tienen menor contenido de proteína y suelen tener procesos de cocción más rápidos con mayor rotura de almidones), regulares (elaborados con materias primas de calidad media, por lo general elaboradas a base de mezclas de trigos de diferentes calidades con un porcentaje menor de trigos duros) o Premium (elaboradas con sémola para mercados más exigentes y que soportan tiempos de cocción más largos, ideales para preparar platillos gourmet). (Pastas Comarrico, comunicación personal, 2018).

No obstante, con independencia del segmento que las compre, o del tipo de harina con el que hayan sido elaboradas, todas las pastas alimenticias secas tienen algo en común que es determinante para garantizar su calidad, inocuidad y vida útil: La regulación de sus procesos de secado, y la humedad del producto final.

#### **2.2.1.2. Especificaciones**

De acuerdo con lo especificado en la Norma Técnica Colombiana (NTC) 1055, la calidad fisicoquímica de las pastas alimenticias se determina a través de la medición de dos parámetros: Proteína y humedad (ICONTEC, 2014), la primera controlada directamente desde la selección del trigo y la tasa de extracción que se haya generado durante la molienda. Latham. (2002), la segunda (humedad) garantizada a través del adecuado desempeño de las líneas de producción en los procesos de secado,

enfriamiento y estabilización de la pasta; porcentajes de humedad en pastas alimenticias iguales o superiores a 13% potencian el riesgo de alteraciones microbiológicas. Diaz, (2010) y consecuentemente aparición de toxiinfecciones.

Las especificaciones fisicoquímicas establecidas en la NTC1055 se encuentran en la tabla 1.

Tabla 1. *Requisitos fisicoquímicos para pastas alimenticias secas.*

<b>Requisitos</b>	<b>Valores (%)</b>	
	<b>Mínimo</b>	<b>Máximo</b>
<b>Humedad</b>	-	13,0
<b>Proteína (N x 5,70) expresada en Base seca</b>	10,5	-

Tomado de Productos de molinería. Pastas alimenticias. Norma técnica colombiana ntc1055. Instituto colombiano de normas técnicas y certificación. ICONTEC (2014)

Existen además otros parámetros fisicoquímicos que tiene un carácter complementario y su cumplimiento puede ser negociable entre cliente y proveedor, estos parámetros son el porcentaje de ceniza y acidez del producto final. ICONTEC (2014)

En cuanto a su perfil microbiológico El Instituto Colombiano de Normas Técnicas (2014) identifica 5 tipos de microorganismos como riesgos potenciales: de los cuales 3 son indicadores de aplicación adecuada y eficiente de las buenas prácticas de manufactura (Coliformes Totales, E.coli, Estafilococos aureus) por lo que podrían pertenecer al perfil microbiológico de cualquier producto alimenticio. Y solo dos están estrechamente ligadas a la naturaleza del producto: Mohos, levaduras y Bacillus cereus.

A continuación, se describen estos microorganismos:

*Bacillus cereus*: es un tipo de microorganismo cuyo nicho fundamental es el suelo que tiene la habilidad de utilizar insectos como medio de transmisión de sus esporas y posteriormente generar toxiinfecciones cuando las condiciones ambientales lo permiten, se desarrolla muy bien en climas tropicales, en alimentos con pH alto (al iniciarse los procesos fermentativos en pastas aumenta su contenido de ácido láctico) y en cereales como el arroz y otros productos farináceos, todos ellos ricos en carbohidratos. (Pérez, 2012).

Mohos y levaduras: Chavarrías (2013) afirmaba que “Algunos mohos son productores de sustancias tóxicas, como las micotoxinas. Su aparición es común sobre todo en cereales y frutos secos”. Las micotoxinas más comunes en cereales y derivados son las Aflatoxinas, que en la NTC 1055 (2014) tienen una concentración máxima permisible de 10ppb ICONTEC (2014). Existe una estrecha relación entre porcentajes elevados de humedad en pastas alimenticias y crecimiento anormal de mohos y levaduras y por supuesto la generación de procesos fermentativos no deseados que afectan directamente las características sensoriales de los productos y su vida útil.

Las especificaciones microbiológicas establecidas en la NTC 1055 (2014) se encuentran en la tabla 2.

Tabla 2. Requisitos microbiológicos para pastas alimenticias secas.

<b>Microorganismo</b>	<b>n</b>	<b>m</b>	<b>M</b>	<b>C</b>
Recuento de Coliformes UFC/g	3	10	100	1
Recuento de Escherichia coli UFC/g	3	<10	-	0
Recuento de Staphylococcus áureus coagulasa positiva UFC/g	3	100	200	1
Recuento de Mohos y levaduras UFC/g	3	4000	5000	1
Recuento de Bacillus cereus UFC/g	3	10	100	1

En donde

n = Número de muestras que se van a examinar

m = valor de muestras por debajo del cual un lote no se considera peligroso

M = Valor por encima del cual se rechaza el lote

C = Número máximo de muestras permitidas con resultados entre m y M

Tomado de Productos de molinería. Pastas alimenticias. Norma técnica colombiana ntc1055. Instituto colombiano de normas técnicas y certificación. ICONTEC (2014)

## 2.2.2. Humedad

### 2.2.2.1. Definición.

“La humedad es la pérdida en masa, expresada en porcentaje al someter una muestra a unas condiciones de secado” ICONTEC, 2009 (P.1) (temperatura, tiempo de exposición, tamaño de la muestra, condiciones ambientales) establecidas o a variantes que demuestren obtener el mismo resultado. Dicho de otra forma, es la cantidad de agua contenida en un alimento.

### 2.2.2.2. Clasificación

Diaz (2010) clasifica los tipos de agua presentes en los alimentos sólidos de la siguiente manera:

**Agua Ligada:** El agua ligada se halla combinada o absorbida. Se encuentra en los alimentos como agua de cristalización (en los hidratos) o ligadas a las proteínas. Estas formas requieren para su eliminación en forma de vapor un calentamiento de distinta intensidad. El agua ligada no está disponible para actuar como disolvente o reactivo.

**Agua vecinal:** Hace referencia al agua que está próxima al agua ligada, representa menos del 0,5% del total de agua contenida en un alimento, por lo que usualmente solo se habla de agua ligada o agua libre.

**Agua libre o multicapa:** Se mantiene en la estructura del alimento por capilaridad atrapada por las capas lipídicas no se requiere aplicar mucha presión para expulsarla. Es el agua disponible para reaccionar con los microorganismos e interviene en la degradación de los alimentos. También es la razón por la que dos alimentos con contenidos de humedad iguales tengan diferente vida útil y está directamente relacionada con el concepto de  $A_w$  (Actividad acuosa) La cual es una medida indirecta



del agua disponible o libre para que se lleven a cabo las diferentes reacciones químicas y bioquímicas en el alimento (Díaz, 2010).

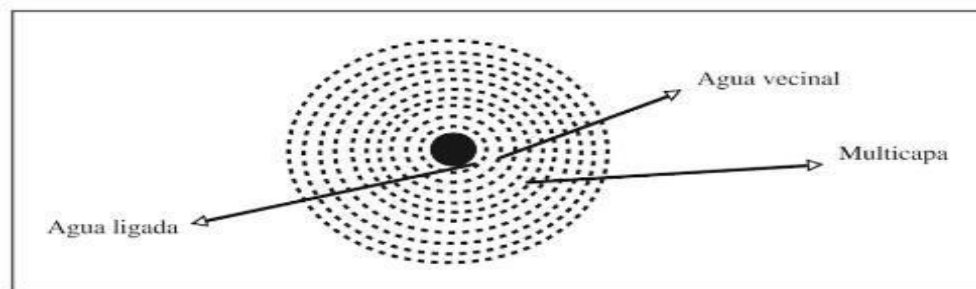


Figura 2. Agua ligada, vecinal y multicapa.

Tomado de Principios básicos de bioquímica de los alimentos. Universidad de La Serena. Chile. Díaz, L. (2010).

Con frecuencia el agua contenida en un alimento puede interferir en la estabilidad de este, “un control estricto del contenido final de agua es esencial para el mantenimiento de la calidad de numerosos alimentos, un exceso de agua de un 1 a 2% en un alimento puede causar defectos como la formación de mohos en el trigo, endurecimiento de la corteza del pan, reblandecimiento de las papas fritas, y formación de costras en sustancias higroscópicas como la sal y el azúcar”. Luna, 2014 (p.2)

### 2.2.2.3. Análisis de Humedad

La determinación del contenido de humedad en alimentos se realiza a través del cálculo de la diferencia de peso de la muestra, previa evaporación bajo condiciones controladas hasta que se alcanza peso constante. Esta forma de análisis se clasifica dentro del análisis químico como “Análisis gravimétrico”, debido a que se realiza el cálculo exacto de la masa de la sustancia que se desea determinar. Dentro del espectro de los análisis gravimétricos no solo está incluido el contenido de humedad, de hecho, muy a pesar de lo largas y laboriosas que puedan resultar este tipo de determinaciones

es muy común determinar a través de estas técnicas sustancias como cenizas, grasas y fibra dietética (Zumbado, 2004).

Zumbado (2004) separa los métodos gravimétricos en tres grandes familias:

Volatilización, extracción y precipitación

- **Volatilización o destilación:** Involucra la volatilización, evaporación o destilación de determinadas sustancias con la ayuda del calor y posteriormente la pesada del residuo. El componente a cuantificar puede ser el residuo o la sustancia volatilizada: En el primer caso si el componente a determinar es el residuo estamos ante un método de determinación directo mientras que si hablamos del componente volatilizado estamos ante un método de terminación indirecto, pues se requiere una operación matemática posterior para calcular el analito por diferencia de peso. (Zumbado, 2004).
- **Extracción:** Se realiza la separación del analito del resto de los componentes de la muestra mediante un proceso de extracción (generalmente sólido-líquido); con ayuda de solventes orgánicos que solubilicen la sustancia analizada (matriz), o con solución ácida, básica, o neutra que separe compuestos que impidan la medición directa de la sustancia que se está tratando de determinar. Por último, el compuesto requerido se cuantifica de manera directa o indirectamente por diferencia de peso. (Zumbado, 2004).
- **Precipitación:** la porción pesada de la sustancia que se estudia (matriz), se solubiliza por algún procedimiento, y luego el elemento a determinar (analito) se precipita en forma de un compuesto difícilmente soluble. El precipitado se separa por filtración, se lava a fondo, se incinera (o se seca) y se pesa con precisión. Conociendo la identidad (su fórmula) y la masa de las cenizas (o del

precipitado) puede finalmente expresarse la concentración del analito en la matriz. (Zumbado, 2004).

Existen diferentes técnicas analíticas para la determinación de humedad en alimentos:

Entre los ya citados, el más utilizado es el método indirecto por volatilización, el cual se basa en la separación del agua del alimento por secado en estufa a temperaturas superiores a 100°C, los tiempos y temperaturas varían de acuerdo a la matriz del alimento que se esté analizando. Así las cosas: para cereales y derivados tenemos que el método de rutina o referencia está basado en la norma internacional ISO 711 (1985), y consiste en “secar una porción de muestra a una temperatura de 130°C +/- 3° por 2 horas, en un horno con temperatura constante, calentado eléctricamente y que pueda alcanzar la temperatura requerida para el ensayo en menos de 30 minutos después de haber sido introducidas las muestras previamente molturadas” ICONTEC, 2009 (p.2).

El contenido de humedad se expresa en porcentaje por masa de producto analizado de acuerdo con la siguiente formula:

$$w = \left(1 - \frac{m_1}{m_0}\right) * 100$$

Donde:

$m_1 =$  peso de la muestra

$m_0 =$  peso del residuo seco

El resultado oficial es la media aritmética de dos determinaciones individuales que cumplan con los requisitos de repetibilidad establecidos en la NTC529

$$r = 0,013 m - 0.06$$

*Donde m es la media de los dos resultados de ensayo, expresada en gramos  
/100g*

Se han desarrollado otros métodos para la determinación de humedad en cereales y derivados, que cuentan con menor grado de popularidad, algunos a pesar de ser técnicas fiables requieren mayor destreza en el analista o simplemente sugieren implicaciones logísticas, locativas y/o económicas que facilitan su descarte a la hora de seleccionar un método de determinación de humedad.

**Horno microondas:** Método gravimétrico de volatilización indirecta usado para la determinación de humedad, la fuente de calor es un horno microondas y las variables a controlar son potencia del equipo y el tiempo de exposición. ICONTEC (2009)

**Eléctricos:** “Los determinadores de humedad por capacitancia, miden la constante dieléctrica de la muestra” ICONTEC, 2009 (p. 14) usualmente grano, colocada entre las dos placas de un capacitor. La constante dieléctrica está en función de la humedad.

**Destilación:** “El método consiste en colocar la muestra de alimento en un balón de destilación al cual se añade un solvente orgánico inmiscible en agua y de mayor punto de ebullición” Zumbado, 2004 (p.175); la gravedad específica del solvente debe ser menor a la del agua, como tolueno, heptano y xileno, en equipos muy sofisticados que condensan y volatilizan el agua. El agua condensada es recolectada en una probeta y el reactivo condensado retorna al frasco de ebullición. Zumbado (2004)

**Secado con desecantes:** “El contenido de humedad es determinado colocando una muestra finamente molida, de peso conocido en un recipiente cerrado, que contiene una gran cantidad de sustancia desecante (soluciones salinas saturadas, glicerol)” ICONTEC, 2009 (p. 13) hasta que el material alcanza peso constante, el tiempo del análisis promedio es de 45 días.

**Refractancia infrarrojo:** “Este método se basa en la espectrometría, la muestra es irradiada con luz de dos longitudes de onda diferentes, una de las cuales es absorbida por el agua, la otra se utiliza como referencia. Su principal limitación es que mide sobre todo la humedad superficial del material” ICONTEC, 2009 (p. 15), lo que podría conducir a errores.

**Karl Fisher:** Este método utiliza la reacción de un mol de agua con un mol de yodo. Según el tipo de matriz y el contenido de agua, se utilizan tituladores coulombimétricos o volumétricos. El reactivo utilizado consta de yodo, dióxido de azufre, imidazol y un alcohol. Este reactivo tiene una gran capacidad de deshidratación, por lo que tanto la muestra como el reactivo deben protegerse contra la humedad del aire, cualquiera que sea la técnica usada. El análisis se realiza por titulación; en su forma más simple el mismo reactivo funciona como indicador. La disolución muestra mantiene un color amarillo canario mientras haya agua, que cambia luego a amarillo cromato y después a pardo en el momento del vire. UNAM (2008)

#### **2.2.2.4. Técnicas instrumentales para el análisis de humedad:**

El análisis del contenido de humedad en alimentos se puede realizar también por medio de técnicas instrumentales, es decir técnicas en las que el analista no ejecuta propiamente el ensayo, sino que su labor va más enfocada hacia el análisis de la información ya que el análisis químico es realizado de manera casi automática por un instrumento, una máquina o un equipo.

“Existen equipos que determinan de forma automática el contenido de humedad en un gran número de matrices orgánicas e inorgánicas. Sin embargo, en el análisis de los alimentos, la propia complejidad de este tipo de matriz y la forma en que se presenta al agua en la misma, no permiten obtener resultados confiables con estos equipos para

todos los tipos de alimentos.” Zumbado, 2004 (p. 176). Lo anterior revela la necesidad de estandarizar la determinación a través de termobalanza de manera específica para cada matriz alimentaria.

La medición termogravimétrica usando un analizador de humedad halógeno proporciona una medición directa sin necesidad de cálculos por parte del analista, por lo que no requiere tanta manipulación en comparación con la metodología tradicional de secado en horno o estufa; el análisis con esta técnica se realiza de la siguiente manera: La muestra se pesa y se calienta con un radiador infrarrojo (lámpara halógena). La pérdida de peso se registra continuamente en la memoria del equipo y el secado finaliza una vez definido. Una vez alcanzado este criterio el contenido de humedad se calcula automáticamente a partir de la diferencia de peso. Mettler Toledo (2015)

La tabla 3 muestra un cuadro comparativo entre las dos técnicas termogravimétricas.

Tabla 3. Comparación de los métodos del horno de secado y del analizador de humedad halógeno para determinar el contenido de humedad de una muestra.

	<b>Horno de secado</b>	<b>Analizador de humedad halógeno</b>
<b>Principio</b>	Termogravimetría	Termogravimetría
<b>Fuente de calor</b>	Convección	Absorción de radiación infrarroja
<b>Ventajas</b>	Procedimiento de referencia habitual Se pueden procesar varias muestras al mismo tiempo	Medición rápida Instrumento compacto Medición automática, no requiere cálculos adicionales
<b>Desventajas</b>	Periodo de determinación muy largo Alto nivel de manipulación de equipos y muestras por parte del analista Requiere realización de cálculos adicionales de manera manual No apto para uso en línea Es posible evaporar sustancias distintas al agua	Es posible evaporar sustancias distintas al agua Existe poca información documentada sobre su uso

Tomado de: Horno vs Analizador de humedad halógeno. Guía práctica de comparación de métodos (Mettler Toledo,2015)

### **Capítulo 3. Metodología de la Investigación.**

En este capítulo se expone la línea y el método de la investigación, el objeto de estudio, las fases establecidas para la ejecución, plazos, técnicas de recolección y las herramientas de análisis de la información.

#### **3.1. Línea de Investigación.**

Se suscribe a la línea de investigación de Ingeniería de Procesos de Alimentos y Biomateriales.

#### **3.2. Método de la investigación.**

El tipo de estudio seleccionado fue la investigación cuantitativa de corte experimental, debido a que se requiere analizar la capacidad de repetición del experimento bajo condiciones controladas que permitan obtener un resultado previamente determinado a través de una técnica validada con anterioridad (método tradicional) y extrapolar con ayuda de técnicas estadísticas las tendencias arrojadas por el equipo para establecer un rango de trabajo que brinde el nivel de confianza que el proceso de liberación requiere.

#### **3.3. Población objeto de estudio.**

Pastas Alimenticias secas elaboradas en una línea de producción de pastas cortas en una fábrica ubicada en la ciudad de Barranquilla.

#### **3.4. Tamaño de la muestra.**

Para la ejecución de los estudios de repetibilidad es de 1 kg de pasta previamente molturado y homogenizado a través de técnicas de cuarteo y que corresponde a un batch de producción del mismo día en el que se realizan los ensayos. Estas muestras patrón solo son válidas en el intervalo de tiempo en el que se realizan los ensayos, es decir que

no se almacenan para posteriores ensayos pues durante el almacenamiento pierden humedad.

Los ensayos son realizados paralelamente en un horno de convección una única vez ingresando la misma muestra por duplicado, de acuerdo con lo especificado en la Norma Técnica Colombiana NTC 529 de 2009, para identificar el resultado objetivo y realizadas de manera consecutiva en el analizador halógeno por 5 repeticiones, con intervalos de descanso de 2 minutos entre cada ensayo, tiempo requerido para que la temperatura base de funcionamiento del equipo retorne a 50°C.

### **3.5. Recolección y análisis de datos:**

Los instrumentos de recolección utilizados fueron la entrevista y observación directa para la construcción del contexto.

El desarrollo metodológico se llevó a cabo considerando las directrices lógicas que gobiernan el proceso de validación de los métodos analíticos de laboratorios de ensayo, fundamentado en la Norma Técnica Colombiana NTC-ISO17025 del 2005; enfatizando en la determinación de las diferencias encontradas entre el método alternativo implementado y el método tradicional usado.

La principal herramienta usada para documentar los experimentos y el posterior análisis estadístico fue Microsoft Excel y dentro de este, herramientas estadísticas básicas usadas para realizar análisis de tendencias y dispersión de datos tales como: el cálculo de la desviación estándar, la media aritmética y la estimación del intervalo de confianza.

El análisis de los datos obtenidos se efectúa mediante el análisis de distribución de datos, usando diagramas de dispersión y graficas de control de proceso, calculando los



intervalos de confianza para una distribución T-student, con un nivel de confianza del 95% y una desviación estándar inferior a 0.2.

Los rangos de trabajo del equipo Analizador Halógeno de Humedad Mettler Toledo HR73, se determinan integrando el intervalo de confianza al estudio de capacidad de proceso (CPK), conocido como el índice de capacidad, que no es más que el grado de aptitud que tiene un proceso para cumplir con las especificaciones técnicas deseadas

### **3.6. Fases de la Investigación**

El estudio se desarrolla en las siguientes fases:

**La fase preliminar en donde se verifica el estado de mantenimiento de los equipos involucrados en el proyecto:**

Esta etapa se realiza por medio de una revisión documental y observación en sitio de los certificados de calibración de los equipos y los planes de mantenimiento preventivo de los mismos.

**La fase de planeación en donde se realizó la determinación de las variables de estudio:** Tamaño de la muestra, Temperatura de secado y Tiempo de secado; la determinación de técnicas de comprobación: usando la Gráfica de Control de Procesos, diagramas de dispersión; y de las herramientas de análisis estadístico de los datos para el análisis de la varianza y grafica de distribución T-student.

**La fase de ejecución 1 - Estudio de repetibilidad con muestra patrón:**

Donde se realizó el estudio de repetibilidad con muestra patrón en condiciones que usan para secar la pasta; con muestra patrón en condiciones modificadas y la estandarización de las condiciones de operación del equipo para garantizar precisión.

Se usó un método de análisis gravimétrico de secado en estufa, tomando la Norma Técnica Colombiana (NTC) 529 de 2009, calculando el porcentaje de humedad al restar 100 menos el extracto seco, el cual se obtiene de la fórmula:

$$\text{Extracto seco} = \frac{[(\text{peso de la tara} + \text{residuo}) - \text{peso de tara}] / \text{peso de la muestra} * 100\%}{100\%}$$

- Peso de tara es el peso del crisol una vez ha sido tarado.
- Peso de la muestra antes de ser desecada
- Peso de la tara más residuo es el peso del crisol con la muestra desecada.

Realizándolo por duplicado como indica la Norma Técnica Colombiana 529 de 2009

#### **Fase de ejecución 2 - Estudios comparativos con muestra certificada:**

Se realizan los estudios comparativos con Muestra certificada método convencional vs Mettler HR73, así como los estudios comparativos con muestra Certificada método convencional vs Mettler HR73 con variables de operación modificadas, ambos con la finalidad de estandarizar la metodología y posteriormente realizar el entrenamiento de analistas.

Tabla 4. *Cronograma del proyecto.*

ACTIVIDAD/ MESES	1	2	3	4	5
Fase preliminar: estado de mantenimiento y calibración de los equipos	X				
Fase de planeación: Determinación de las variables de estudio	X				
estudio de repetibilidad con muestra patrón en condiciones actuales	X				
Estudio de repetibilidad con muestra patrón en condiciones modificadas		X			
Estandarización de las condiciones de operación del equipo para garantizar precisión.		X			
Comprobaciones: Estudio comparativo de la metodología estandarizada versus laboratorio externo.			X		
Documentación de la técnica				X	
Entrenamiento de analistas				X	

## Capítulo 4. Resultados

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos en las comprobaciones preliminares y estudios de repetibilidad del proyecto de investigación, una interpretación breve de los resultados y la manera como estos se vincula a los objetivos específicos del proyecto.

### 4.1 Comprobaciones preliminares

En las fases previas a la ejecución se realizaron comprobaciones asociadas al estado de mantenimiento y calibración de los equipos que intervienen en la realización del análisis de humedad, tanto por metodología tradicional como por metodología rápida; en la tabla 5 se identifica cada uno de los equipos usados, el tipo de intervención ejecutada, los parámetros sobre los cuales se realizan las comprobaciones, verificaciones y calibraciones a las que haya lugar y algunas observaciones que dan cuenta de la calidad del mantenimiento al que son sometidos estos equipos.

Tabla 5. Estado de calibración de equipos

IDENTIFICACIÓN	TIPO DE INTERVENCIÓN	DE PARAMETROS EVALUADOS	OBSERVACIONES
<b>Horno de laboratorio MEMMERT serie C5120632</b>	Mantenimiento preventivo calibración	Temperatura y	Los equipos están incluidos en un plan de mantenimiento preventivo,
<b>Analizador Halógeno de Humedad Referencia HR73 Mettler Toledo</b>	Mantenimiento preventivo calibración	Masa y temperatura	con calibraciones semestrales ejecutadas por laboratorios de calibración
<b>Balanza analítica OHAUS</b>	Mantenimiento preventivo calibración	Masa y	certificados por la ONAC.

En esta etapa también se verifican las condiciones de trabajo del horno Memmert con el fin de obtener una representación gráfica de la curva de secado del equipo durante el análisis de humedad (metodología tradicional), La figura 3 muestra la curva de secado en condiciones ideales de trabajo mostrando el aumento gradual en la temperatura durante los primeros 20 minutos del ensayo y su posterior estabilización a los 30 minutos.

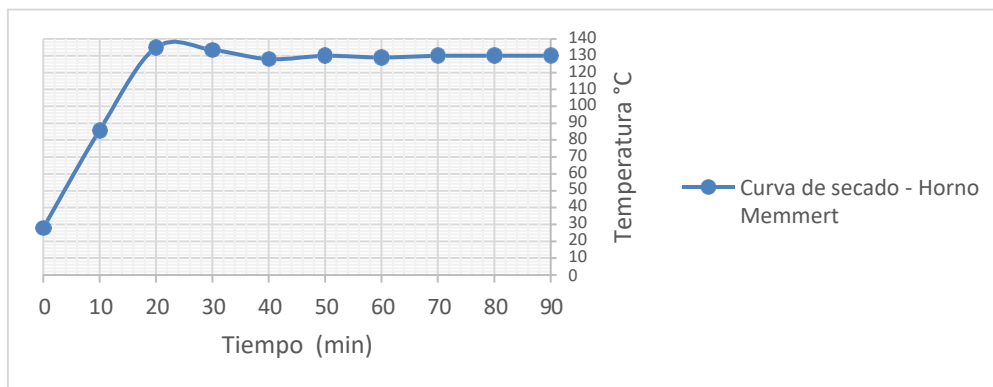


Figura 3. Curva de secado horno Memmert

## 4.2 Estudio de repetibilidad con muestra patrón:

En este aparte, se presentan los resultados obtenidos tras desarrollar la fase 1 del proyecto de investigación “estudio de repetibilidad con muestra patrón”:

### 4.2.1 Estudio de repetibilidad con muestra patrón sin modificación de variables.

La figura 4 muestra las condiciones de trabajo bajo las cuales fue efectuado el ensayo 1, las cuales son las condiciones de operación normal del equipo y los resultados del estudio de repetibilidad asociado, evidenciando una marcada distancia entre el resultado de la técnica oficial y el método rápido.

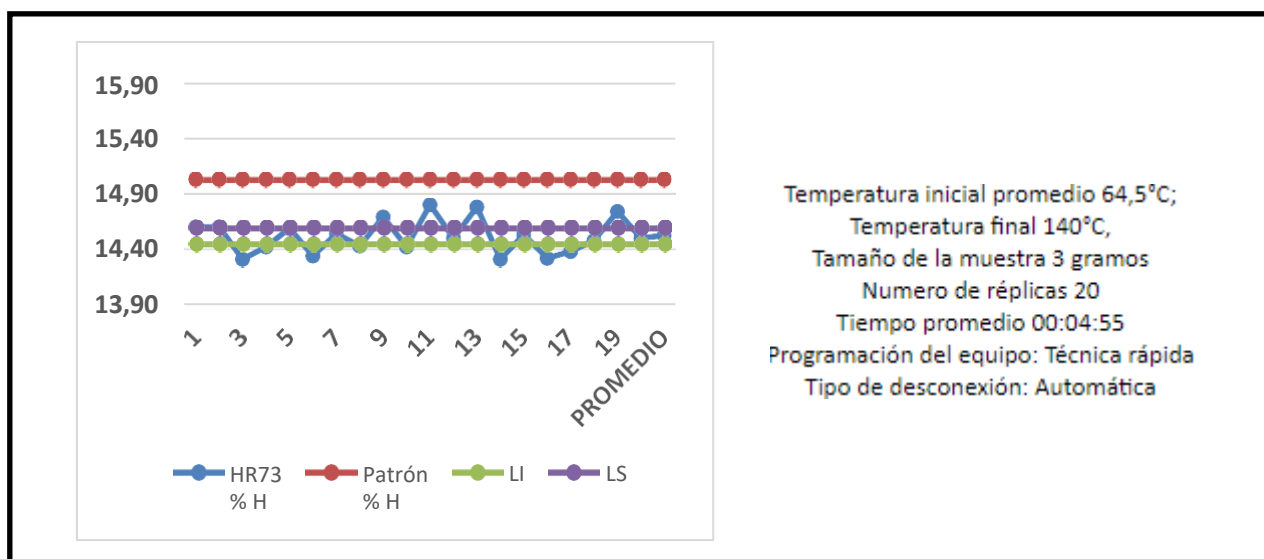


Figura 4. Estudio de Repetibilidad (Ensayo 1). Equipo Analizador Halógeno Mettler HR73

La tabla 6 muestra los resultados del análisis estadístico del ensayo 1, indicando que, aunque el intervalo de confianza del equipo y la varianza de los datos es muy bajo, existe una diferencia de más de medio punto de humedad entre el resultado de la técnica oficial y el método rápido.

Tabla 6. Análisis estadístico del ensayo 1.

Datos	Valor
Desviación estándar	0,15
Varianza	0,02
Intervalo de confianza	0,07
Límite inferior	14,44
Límite superior	14,59
Diferencia patrón/media	0,51

Adicionalmente, durante la realización del ensayo se evidencia que el equipo no tiene parametrizada la duración de la prueba, sino que se encuentra ajustado de manera que autorregula el tiempo requerido para el proceso de secado hasta llegar a peso constante en un lapso de 30 segundos, lo que dificulta la estandarización de la técnica ya que es posible que después del tiempo de desconexión establecido se sigan presentando cambios en el peso que modifiquen el resultado final del análisis.

#### 4.2.2 Resultados del estudio de repetibilidad en Ensayos 2 y 3, con modificación de variable “tamaño de la muestra”

La figura 5 muestra los resultados de los estudios de repetibilidad de los ensayos 2 y 3 y los parámetros de trabajo asociados. Estos ensayos se ejecutaron modificando la variable asociada al tamaño de la muestra.

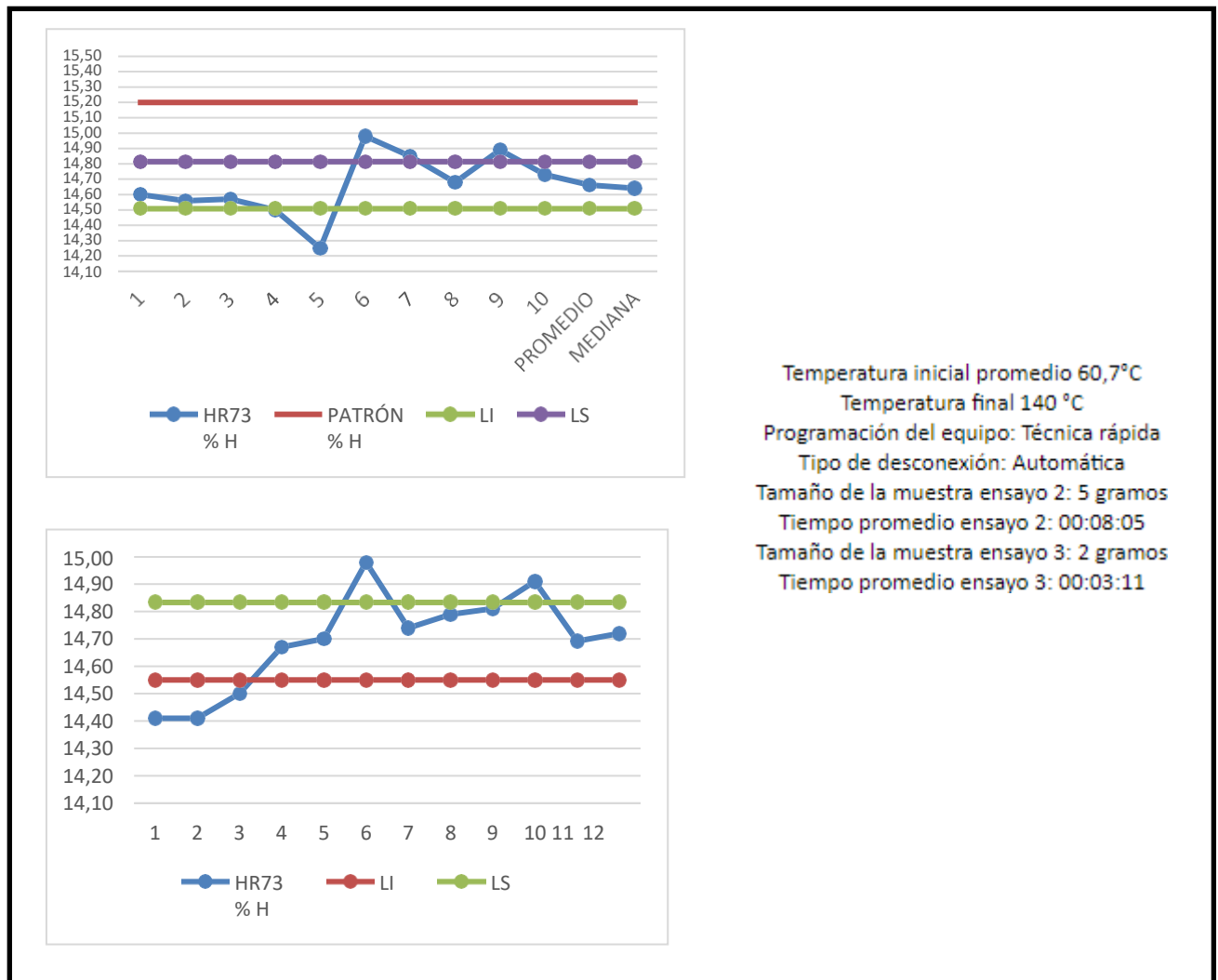


Figura 5. Estudios de Repetibilidad (Ensayos 2 y 3). Equipo Analizador Halógeno Mettler HR73

Los resultados del estudio de repetibilidad de los ensayos 2 y 3 en el equipo analizador Halógeno Mettler HR73, indican que la duración del ensayo es directamente proporcional al tamaño de la muestra, pero con ninguna de las modificaciones se evidencian mejoras significativas en la dispersión de los datos; la diferencia entre el patrón y la muestra sigue

siendo casi la misma, 5 puntos por debajo, corriendo el riesgo de catalogar como conforme producto húmedo.

Tabla 7. Análisis Estadístico Ensayos 2 Y 3

Datos	Ensayo 2	Ensayo 3
Desviación estándar	0,21	0,20
Varianza	0,04	0,04
Intervalo de confianza	0,15	0,14
Límite inferior	14,51	14,55
Límite superior	14,81	14,83
Diferencia entre patrón y media	0,54	

#### 4.2.3 Estudios de repetibilidad para determinar las curvas de secado del analizador halógeno

Para establecer la curva de secado apropiada para la determinación de humedad se realizaron estudios de repetibilidad con muestra patrón. Se estudiaron los 4 tipos de programación de secado con los que cuenta el equipo: Una rápida, una moderada, una escalonada y una estándar.

Como resultado se destaca el adecuado desempeño de las curvas moderada y escalonada por la homogénea distribución de los datos, de esta manera descartamos las otras dos funciones del equipo.

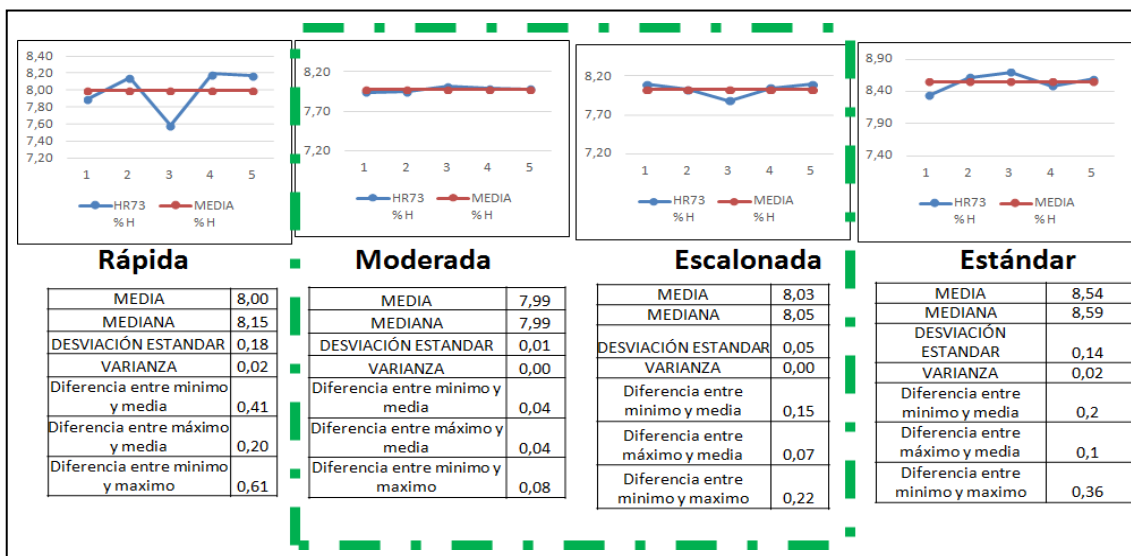


Figura 6. Curvas de secado (Ensayo 4, 5, 6 y 7). Equipo Analizador Halógeno de Humedad Mettler Toledo HR73

Posteriormente se realizaron estudios de repetibilidad exclusivamente con las curvas moderada y escalonada, con modificaciones en parámetros de operación:

Para las curvas moderada y escalonada la variable determinante es la duración de la rampa, que corresponde al tiempo que tarda el equipo en llegar a la temperatura de trabajo ( $140^{\circ}$ ). En la ejecución de este estudio se trabajó con rampas de 3 y 5 minutos; evidenciando que el análisis con curva moderada tardaba aproximadamente 15 minutos cuando se le programaban rampas de 5 minutos. Superando la capacidad de procesamiento del equipo ya que la fábrica requiere realizar un mínimo de 4 pruebas por hora y el tiempo de reposo entre una prueba y otro es de 2 minutos.

La figura 7 muestra los resultados obtenidos en los ensayos 8 y 9, en los que se analizó el comportamiento de la curva escalonada con diferentes tamaños de muestra, tiempo de secado de 11 minutos y rampas de temperatura de  $130$  y  $140$  grados. Evidenciando que a menor tamaño de muestra más cercanía con el patrón, pero disminuye la precisión de los datos y al aumentar el tamaño de muestra mejora la precisión de los datos y se aleja del patrón.



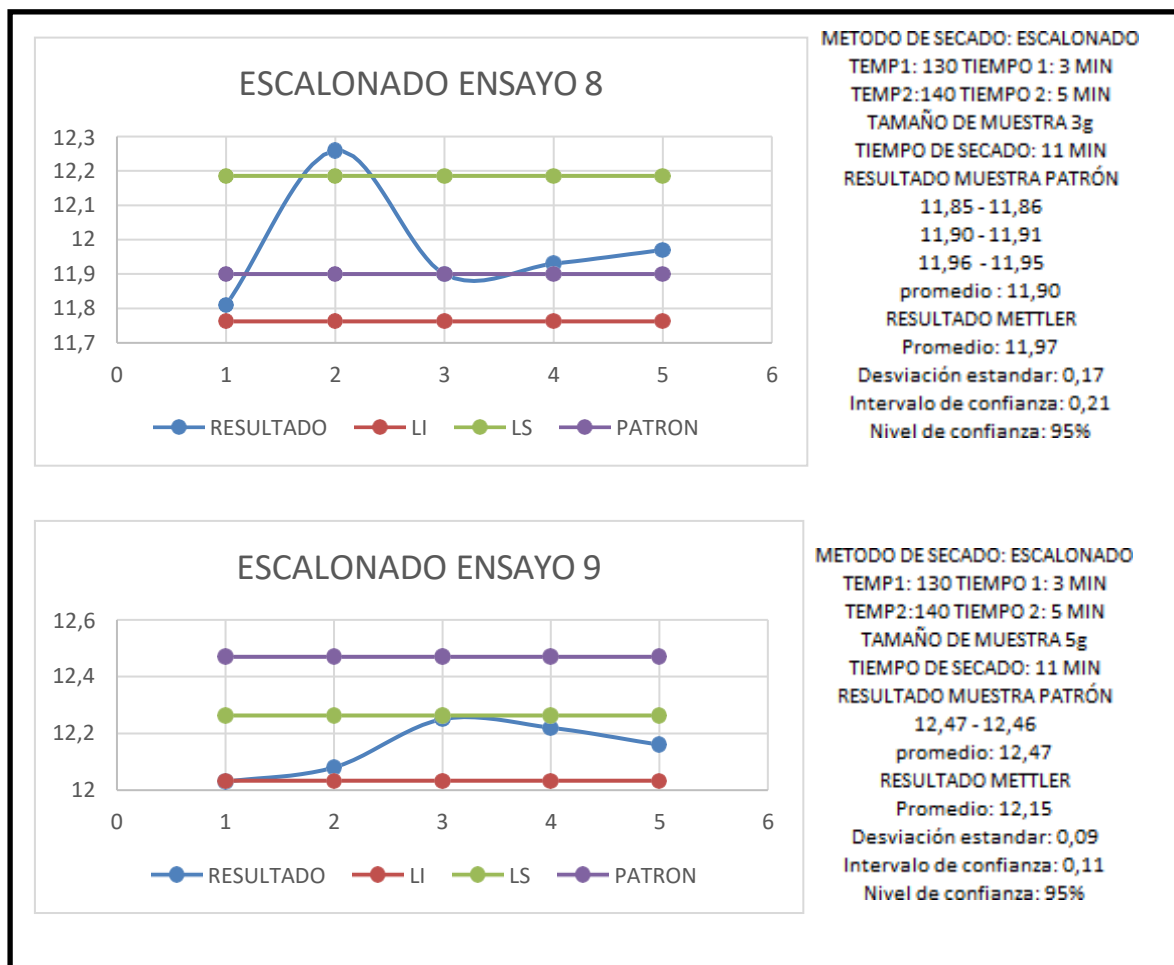


Figura 7. Ensayos 8 y 9 programa escalonado. Equipo Analizador Halógeno de Humedad Mettler Toledo HR73

La figura 8 muestra los resultados obtenidos en los ensayos 10 y 11, en los que se analizó el comportamiento de la curva moderada con diferentes tamaños de muestra, tiempo de secado de 11 minutos y rampa de temperatura de 3 minutos desde la temperatura ambiente hasta 140 grados. Evidenciando que el mejor desempeño se da con la muestra más pequeña (3g), los resultados son más cercanos al patrón y con una precisión considerablemente buena, mientras que con el tamaño de muestra mayor (5g) hay menor dispersión de los datos, pero el resultado se aleja del patrón requerido.

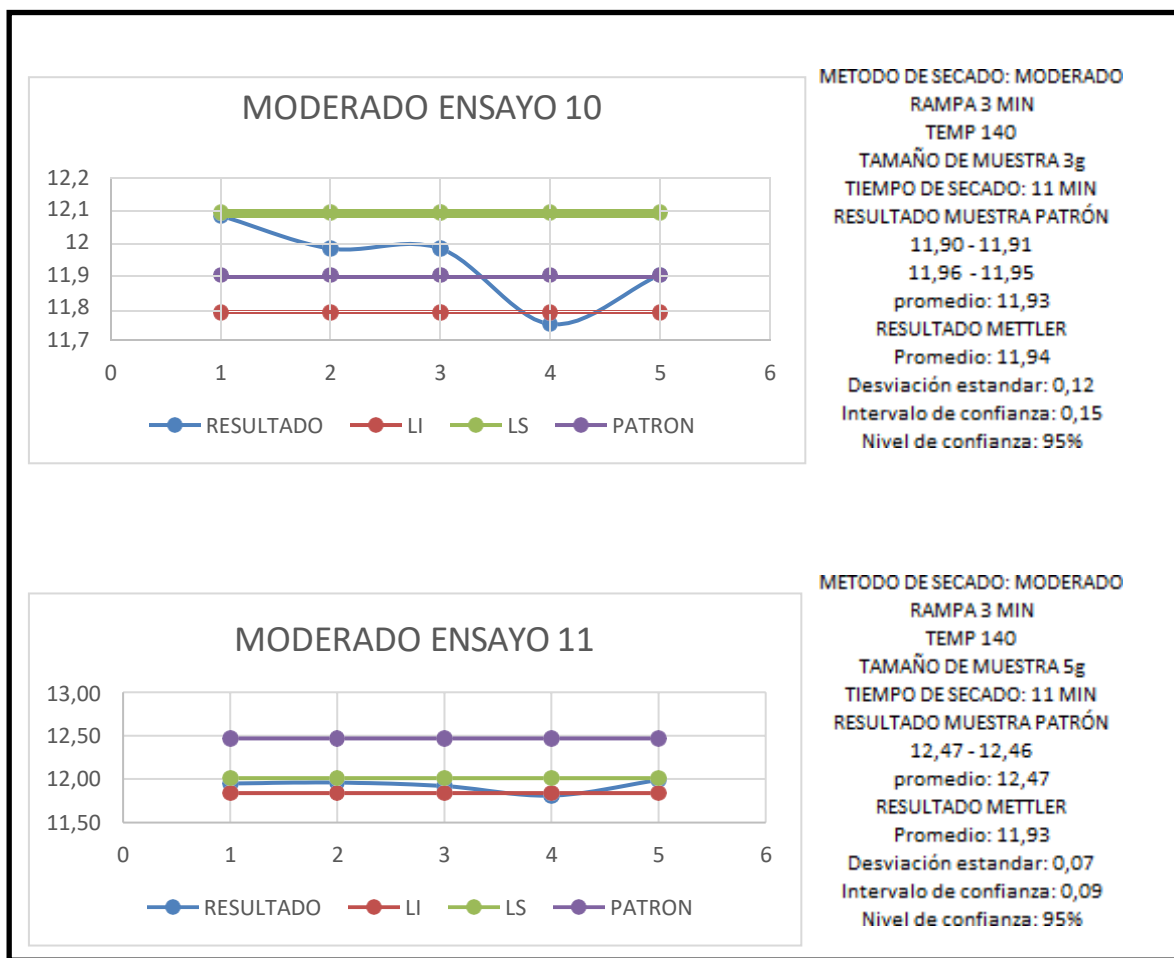


Figura 8. Ensayos 10 y 11 programa moderado. Equipo Analizador Halógeno de Humedad Mettler Toledo HR73

La figura 9 muestra los resultados del ensayo 12 en los que se busca mantener la baja dispersión de los datos obtenida con la muestra de 5 gramos en el ensayo 11 aumentando el tiempo del ensayo con el fin de acercar el resultado al patrón, si bien hay un acercamiento menor se sacrifica duración del ensayo sin que la mejora sea significativa.

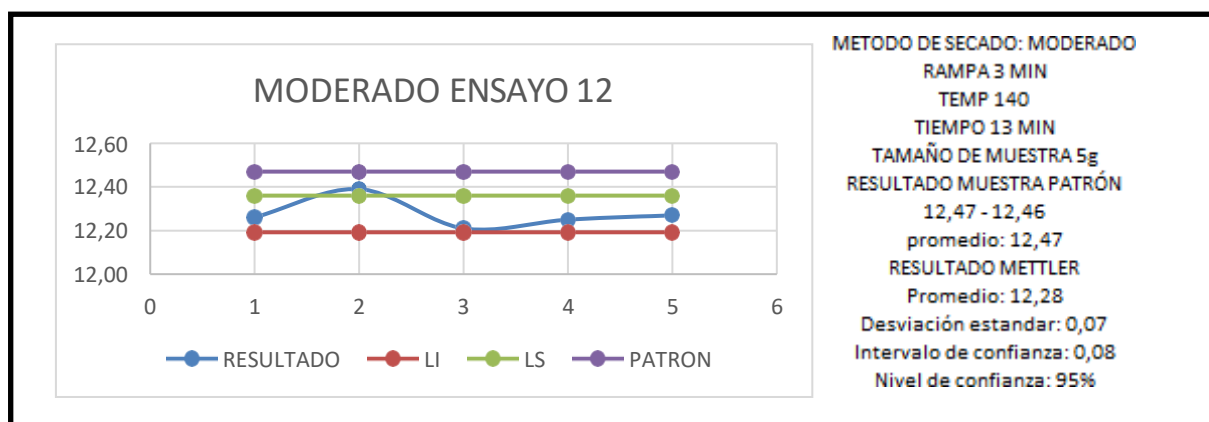


Figura 9. Ensayo 12 programa moderado. Equipo Analizador Halógeno de Humedad Mettler Toledo HR73

La figura 10 muestra los resultados del ensayo 13 en los que se busca mantener la baja dispersión de los datos obtenida con la muestra de 5 gramos en los ensayos 11 y 12 aumentando la temperatura del ensayo con el fin de acercar el resultado al patrón, sin evidenciar mejora en la exactitud del ensayo.

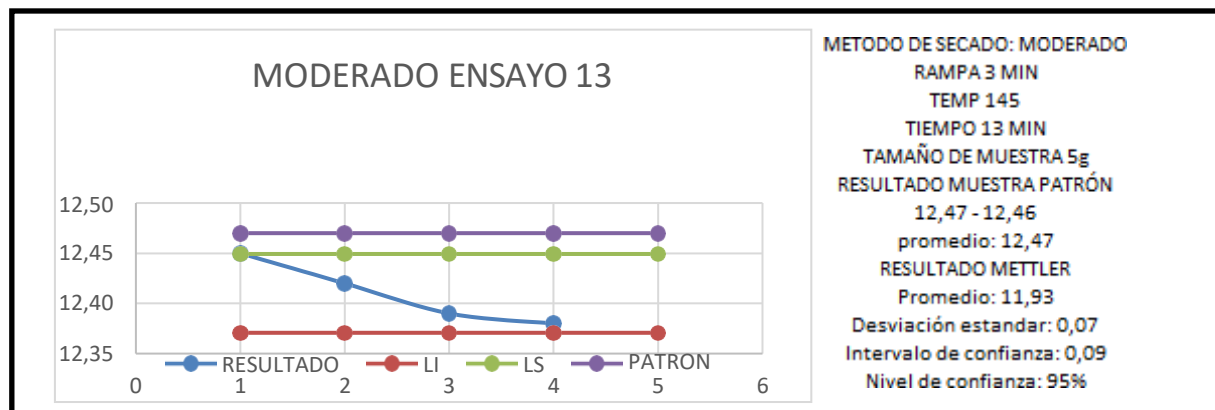


Figura 10. Ensayo 13 programa moderado. Equipo Analizador Halógeno de Humedad Mettler Toledo HR73

Analizando los desempeños de los ensayos 8 al 13 determinamos que el resultado más equilibrado en cuanto a exactitud y precisión es el ensayo 10.

La tabla 9 muestra los resultados del análisis estadístico del ensayo 10, indicando que la curva moderada operada bajo los parámetros descritos anteriormente, reportan la mayor cercanía de los datos arrojados por el equipo versus la muestra patrón, al analizar los datos en el diagrama de dispersión la línea media y la muestra patrón se encuentran muy cerca, sin desmejorar el intervalo de confianza de los datos; sin embargo aún después de determinada la curva de secado y los parámetros de operación del equipo este sigue presentando diferencias con el método oficial

Tabla 9. Análisis estadístico del ensayo 10

Datos	Valor
Desviación estándar	0,12
Varianza	0,04
Intervalo de confianza	0,15
Límite inferior	11,79
Límite superior	12,09

Por lo anterior se escala al departamento de metrología de la organización la inquietud con el fin de validar si se requiere realizar ajuste de los parámetros del equipo susceptibles de calibración (masa y temperatura) o en su defecto ajustar la especificación de humedad máxima del producto final de 13% a 12,85% con el fin de que absorba el error determinado a través del intervalo de confianza, el cual tiene un valor absoluto de 0,15.

Después de realizado el ajuste del equipo se obtienen los siguientes resultados:

- Se realiza desarme y limpieza básica del sistema de pesaje.
- Se realiza calibración del sistema de pesaje con pesa patrón Clase E2.
- Punto de ajuste 50,0 g Error de exactitud antes de ajuste - 0.006 g.
- Punto de ajuste 50,0 g Error de exactitud después de ajuste - 0.001 g.
- Se realiza calibración del sistema calefactor con termómetro patrón.
- Punto 1 de ajuste 100° C Error de exactitud antes de ajuste 5° C.
- Punto 2 de ajuste 160° C Error de exactitud antes de ajuste 4° C
- Punto 1 de ajuste 100° C Error de exactitud después de ajuste -1° C.
- Punto 2 de ajuste 160° C Error de exactitud después de ajuste 0° C

Se realiza medición después de ajustes de muestra con valor de referencia conocido obtenido por método oficial:

- Valor de referencia: m1: 12,16% m2:12,18% promedio: 12,17% Externo: 12,1%
- Resultado Balanza: 12,12% - 12,16 promedio: 12,14%
- Error: -0.01%

En la figura 11, se detallan los resultados del estudio de repetibilidad posterior al ajuste, evidenciando el menor intervalo de confianza obtenido durante toda la investigación con un nivel de confianza del 95% y menos de una decima de diferencia entre el resultado patrón y el método rápido.

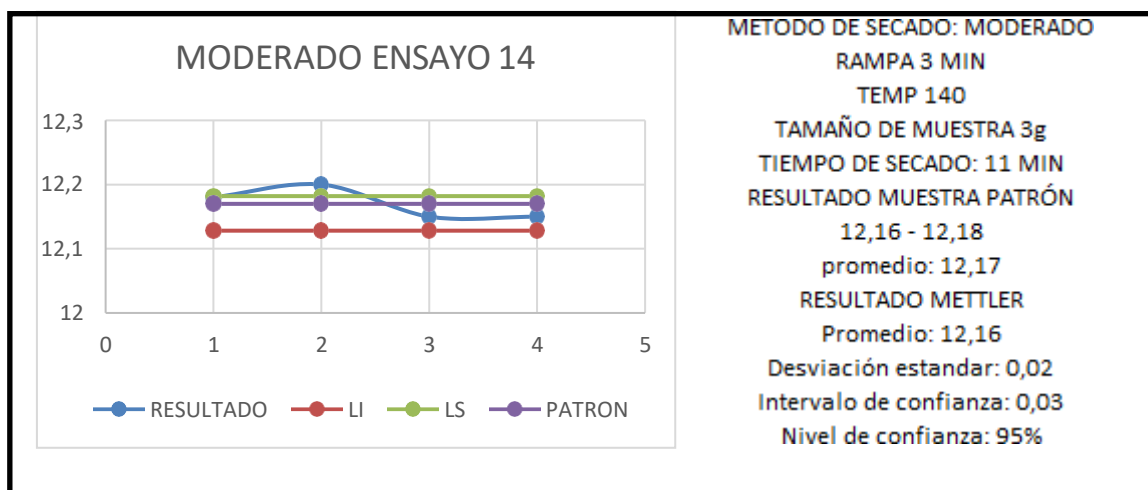


Figura 11. Ensayo 14 programa moderado. Equipo Analizador Halógeno de Humedad Mettler Toledo HR73

Los hallazgos citados a continuación requieren especial atención ya que del mantenimiento de estas condiciones depende el adecuado desempeño del equipo en exactitud y precisión de los datos:

- Durante el diagnóstico inicial del equipo Analizador Halógeno de Humedad Mettler Toledo HR73, este se encontraba parametrizado de fábrica en la curva de secado rápida y evidenciaba alta dispersión de los datos y gran diferencia con el patrón, pues tal como se manifiesta en el manual de operación del equipo esta curva de secado es ideal para muestras con un alto % de humedad y no es adecuado para un producto seco como la harina de trigo o la pasta.
- La curva de secado apropiada para la realización de las pruebas de humedad en

pastas alimenticias secas con humedades inferiores a 13% es la curva moderada.

- Se requiere someter el equipo a procedimientos de verificación y ajuste frecuente de parámetros de masa y temperatura a través de patrones confiables, lo que permitirá que las condiciones de calibración del equipo se mantengan en el tiempo y en caso de detectar desviaciones en los parámetros estas puedan ser corregidas de manera oportuna.

## Conclusiones

Esta investigación permitió estandarizar una técnica alternativa a la tradicional para la determinación de humedad en pastas alimenticias secas demostrando la viabilidad del determinador halógeno HR73 para este uso, cumpliendo al mismo tiempo con dos condiciones: Rapidez y confiabilidad.

Las conclusiones se presentan a continuación atendiendo a los objetivos planteados así:

- El primer objetivo específico consiste en **diagnosticar cómo se realiza el análisis de humedad actualmente y documentar la curva de secado resultante:** La curva de secado resultante para la técnica tradicional en horno de convección fue una curva de desecación moderada, con un aumento gradual de temperatura que se estabilizaba paulatinamente hasta llegar a la temperatura requerida de 130°C. Para el caso de la metodología rápida el equipo se encontraba parametrizado con los ajustes de fábrica en una curva de secado rápida que elevaba la temperatura de la muestra por encima de 200°C, aumentando el riesgo de desnaturalización de azúcares y volatilizandando sustancias distintas al agua contenida en el alimento, este tipo de curvas de secado suelen ser útiles para alimentos con contenido de humedad del orden del 30% y gran cantidad de agua libre en su interior, no es la curva indicada para un alimento con humedad inferior a 13% como la pasta alimenticia seca.
- **Establecer la curva de secado apropiada para la determinación de humedad por método rápido, documentando la metodología establecida para la realización del análisis de humedad:** La curva de secado apropiada para la determinación de humedad en el analizador halógeno HR73 es la curva obtenida a través del programa de desecación moderada, este programa permite parametrizar una rampa de subida de temperatura gradual de manera que no se presente el fenómeno de caramelización de almidones. El tiempo óptimo para la realización del ensayo fue de 11 minutos, que incluye una rampa de 3 minutos al comienzo de la prueba.

El aporte de este estudio a la organización fue el desarrollo de una nueva metodología de determinación de humedad que brinda resultados 97% más rápidos que la metodología tradicional sin comprometer la confiabilidad de la información, esta metodología fue incluida en el sistema de gestión documental de la compañía, y debido su buen desempeño para las liberaciones de producto terminado la alta dirección de la organización autorizó la compra de nuevos determinadores halógenos de humedad, de similares características al HR73 con interfaces más modernas.



## Discusión

En este estudio se investigaron técnicas analíticas alternativas a la metodología tradicional para la determinación de humedad en alimentos, enfocados en cereales y derivados de cereales, que tienen como característica común que son productos secos de granulometría fina y con alto contenido de azúcares susceptibles de caramelización al contacto prolongado con altas temperaturas.

Su principal aporte fue la disminución del tiempo de realización del análisis de humedad requerido para la liberación del producto terminado de 8 horas a 11 minutos.

La dificultad o limitación que se tuvo durante el desarrollo del trabajo fue: la carencia de instrumentos de calibración trazables para realizar ajustes de los parámetros de operación de los equipos en sitio, sin embargo esta dificultad se superó con la puesta a disposición de la compañía de un profesional metrologo certificado perteneciente a otra compañía del mismo grupo empresarial y la adquisición de masas patrón y termómetro de rueda diseñado específicamente para medir temperatura en determinadores halógenos, adicionalmente la compañía realizó la contratación de un aprendiz como “instrumentista” el cual se encarga de realizar verificación permanente de acuerdo a un cronograma establecido del estado de mantenimiento y calibración de los equipos que requieren control metrológico.

## Recomendaciones

De este estudio surgen las siguientes recomendaciones:

### **A la empresa:**

La contratación permanente del “instrumentista” permitirá garantizar que los equipos utilizados para el control de proceso y la liberación de producto se encuentren en óptimo estado de mantenimiento y calibración.

Mejorar condiciones ambientales y de trabajo de los equipos como (instalación de mesas antivibrantes, eliminación de corrientes de aire cercanas a los equipos, y control de las condiciones de temperatura y humedad relativa de la sala donde operan los determinadores halógenos permitirá que las condiciones de mantenimiento y calibración de los equipos sean sostenibles en el tiempo.

Trabajar los determinadores halógenos con curvas de secado más suaves y temperaturas de trabajo menos agresivas como la curva de secado moderada y escalonada permitirá que la vida útil de los equipos sea mayor.

Respetar los tiempos de descanso del equipo entre ensayos minimizará la probabilidad de error del ensayo con respecto a la técnica oficial ya que elimina el riesgo de evaporación anticipada de agua.

La realización de un estudio de control del proceso de secado con el fin de determinar la capacidad de secado de las líneas de producción podría permitirle a la compañía ajustar las metas del indicador del contenido de humedad de producto pudiendo generar mayores rendimientos en cantidad de harina utilizada por tonelada producida.

Formar a los analistas en Buenas Practicas de laboratorio puede aportar positivamente en aras de garantizar la confiabilidad de la técnica.

### **A próximos investigadores:**

La metodología desarrollada para el análisis de humedad en pastas alimenticias secas en Pastas Comarrico es aplicable bajo condiciones específicas de trabajo (temperatura ambiental, humedad relativa, habilidad del analista, interferencias como vibraciones o corrientes de aire) por lo que si se desea replicar esta metodología a condiciones distintas deben realizarse los ajustes a los que haya lugar. De igual forma las curvas de

trabajo deben ajustarse a la naturaleza de la matriz del alimento objeto del estudio, de esta manera la curva de secado aplicable a un alimento seco con alto contenido de azúcar como la harina de trigo, la pasta o la sémola será de poca utilidad para analizar un alimento con gran cantidad de agua y minerales como los productos cárnicos.

## Referencias

- Acosta, A. Sandoval, N. (2003). Diseño del sistema de control del proceso de secado de pastas alimenticias. Colombia. *Revista Colombiana de Tecnologías de Avanzada* ISSN: 1692-7257 Volumen 2 - No 2 2003.
- Aguilar, I. (2017). *Optimización del proceso de secado en pastas alimenticias*. Ecuador. Universidad de Cuenca.
- Ariza, C. (2006). Estandarización y verificación de los métodos analíticos alternativos usados en calidad en la compañía productos ALIMENTICIOS DORIA S.A. [Tesis de Pregrado ] Colombia. Universidad de La Salle. Recuperado de: <http://repository.lasalle.edu.co/bitstream/handle/10185/15709/T43.06%20A47e.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Brochero, G. Castro, R. (2013). Diseño y construcción de un sistema de cuarto de secado para pastas alimenticias. [ Tesis de Pregrado] Colombia. Universidad Católica de Colombia Recuperado de <https://www.google.com/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=3&cad=rja&uact=8&ved=2ahUKEwjx6tWu477iAhWoq1kKHXB0AWIQFjACegQIARAC&url=https%3A%2F%2Frepository.ucatolica.edu.co%2Fbitstream%2F10983%2F892%2F4%2FRAE%2520Dise%25C3%25B1o%2520y%2520Construcci%25C3%25B3n%2520de%2520un%2520Sistema%2520de%2520Cuarto%2520de%2520Secado%2520para%2520Pastas%2520Alimenticias.pdf&usg=AOvVaw3-ZrurJxYHtYT6k2nZb8co>
- Cárdenas, L. (2013). Levantamiento de Información para la Acreditación ISO 17025 del Laboratorio de Bromatología de la FIMCP en el Parámetro Humedad. [ Tesis de pregrado ] Ecuador. Escuela Superior Politécnica Del Litoral. Recuperado de: <https://www.dspace.espol.edu.ec/retrieve/89707/D-79830.pdf>
- Chavarrías, M. (2013). Mohos en alimentos, ¿beneficiosos o perjudiciales? *Revista virtual EROSKI Consumer* publicación del 13 diciembre 2013. Fundación Eroski. España. Recuperado de <http://www.consumer.es/seguridad-alimentaria/sociedad-y-consumo/2013/11/21/218661.php>
- Díaz, L. (2010). *Principios básicos de bioquímica de los alimentos*. Universidad de La Serena. Chile
- Facultad De Química, UNAM (2008). *Fundamentos y Técnicas de Análisis de Alimentos*. Universidad Nacional de México. México.
- García Martínez, EM.; Fernández Segovia, I. (2012). *Determinación de la humedad de un alimento por un método gravimétrico indirecto por desecación*. Recuperado de <http://hdl.handle.net/10251/16339>

- Gomis, V. (2008). *Introducción a las técnicas instrumentales en el análisis industrial*. Recuperado de <http://hdl.handle.net/10045/8245>
- Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC). (2009). *Cereales y Productos Cereales. Determinación del Contenido de Humedad*. Colombia
- Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC). (2014). *Productos de molinería. Pastas alimenticias. Norma Técnica Colombiana NTC 1055*. Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC). Colombia
- ISO. (1994). Norma ISO 5725:1994 Exactitud (Veracidad y precisión) de los métodos y resultados de medición. Organización Internacional de Normalización. Suiza
- Latham, M. (2002). *Nutrición humana en el mundo en desarrollo. Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación (FAO)*. Roma. Recuperado de <http://www.fao.org/3/W0073S/w0073s0u.htm>
- Luna, Zenaida. 2014. *Determinación de humedad en alimentos. Balance de materia y energía. Costos de calidad*. [Tesis de pregrado]. Universidad Nacional de San Agustín. Perú recuperado de <http://repositorio.unsa.edu.pe/bitstream/handle/UNSA/4184/IAlumuz009.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Mettler-Toledo GmbH, Laboratory & Weighing Technologies. (2001). *Instrucciones de manejo Analizador halógeno de humedad HR73 y HG53*. Mettler – Toledo. Suiza.
- Mettler-Toledo GmbH, Laboratory & Weighing Technologies. (2015). *Horno vs Analizador de Humedad Halógeno. Guía práctica de comparación de métodos*. Mettler – Toledo. Suiza.
- Mettler-Toledo GmbH, Laboratory & Weighing Technologies. (2015). Artículo técnico: Horno vs Analizador de humedad halógeno Guía práctica de comparación de métodos. Mettler – Toledo. Suiza.
- Ministerio de Salud de la República de Colombia (1991). Resolución 4393 de 1991.
- Pérez, I. (2012). Bacillus cereus y su papel en las intoxicaciones alimentarias. *Revista Cubana Salud Pública* vol.38 no.1 Ciudad de La Habana. Recuperado de [http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0864-34662012000100010](http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0864-34662012000100010)
- Pickering, W. (1980). *Química analítica moderna*. Editorial Reverté. España

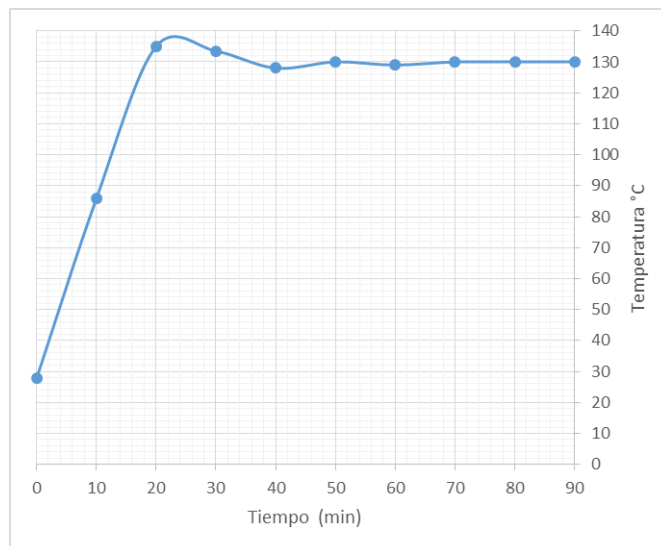
- Riaño, N. (2007). *Fundamentos de Química Analítica Básica. Análisis Cuantitativo*. Editorial Universidad de Caldas. Colombia
- Tirado, Diego F, Montero, Piedad M, & Acevedo, Diofanor. (2015). Estudio Comparativo de Métodos Empleados para la Determinación de Humedad de Varias Matrices Alimentarias. *Revista Información tecnológica*, Volumen 26(2), Chile. Recuperado de: <https://dx.doi.org/10.4067/S0718-07642015000200002>
- Triola, M. (2004). *Estadística. Pearson Educación*. México
- Villa, D. Passamai, V. Bonomo, A.& Bravo, J. (2012). Análisis de la cinética de secado de pastas obtenidas con mezclas de harinas a partir de un modelo de evaporación. Argentina. *Avances en Energías Renovables y Medio Ambiente* Vol. 16, 2012. ISSN 0329-5184
- Zumbado, F. H. (2004). *Análisis químico de los alimentos: Métodos clásicos*. Instituto de Farmacia y Alimentos Universidad de La Habana. Cuba.

## Anexos

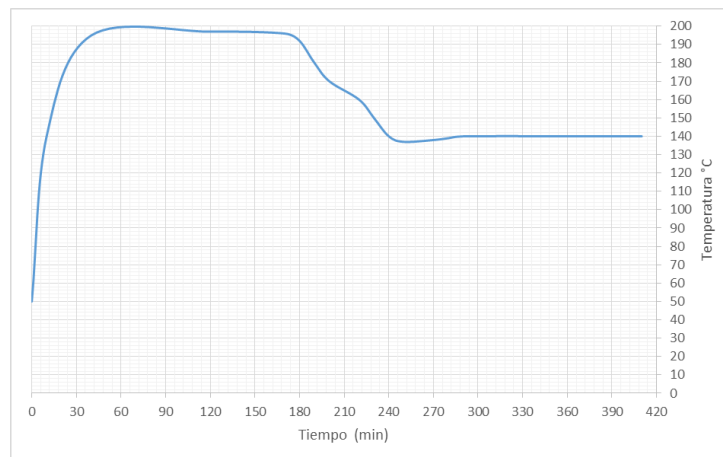
### Anexo 1. Tablas de datos y Curvas de secado

#### Curvas de secado

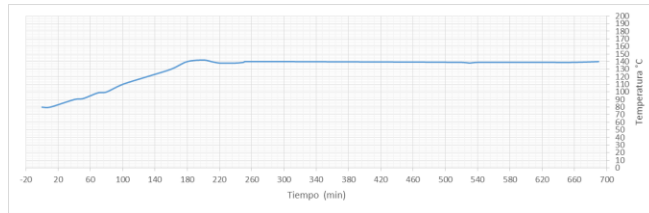
Curva de secado - Horno Memmert	
Tiempo (min)	Temperatura (°C)
0	28
10	86
20	135
30	134
40	128
50	130
60	129
70	130
80	130
90	130



Curva de secado rápido HR 73	
Tiempo (seg)	Temperatura (°C)
0	50
10	140
40	195
120	197
170	196
180	192
190	180
200	170
220	160
230	150
240	140
250	137
270	138
280	139
290	140
410	140



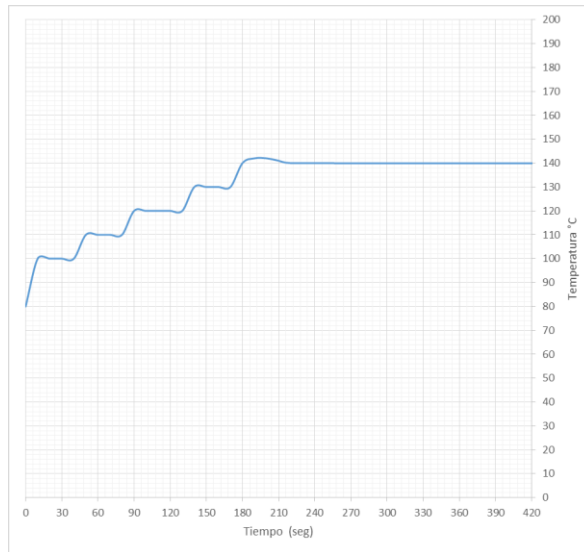
Curva de secado moderado HR 73	
Tiempo (seg)	Temperatura (°C)
0	80
10	80
40	90
50	91
60	95
70	99
80	100
100	110
130	120
160	130
180	140
200	142
210	140
220	138
230	138
240	138
250	139
251	140
260	140
270	140
280	140
290	140
300	140
520	139
530	138
540	139
610	139
630	139
660	139
690	140



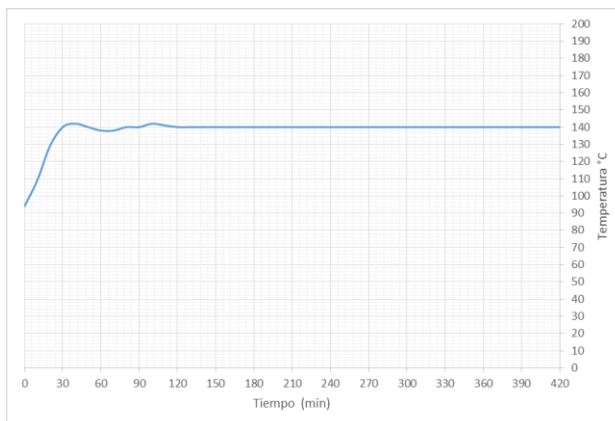


Curva de secado escalonado HR 73

Tiempo (seg)	Temperatura (°C)
0	80
10	100
20	100
30	100
40	100
50	110
60	110
70	110
80	110
90	120
100	120
110	120
120	120
130	120
140	130
150	130
160	130
170	130
180	140
190	142
200	142
210	141
220	140
680	140



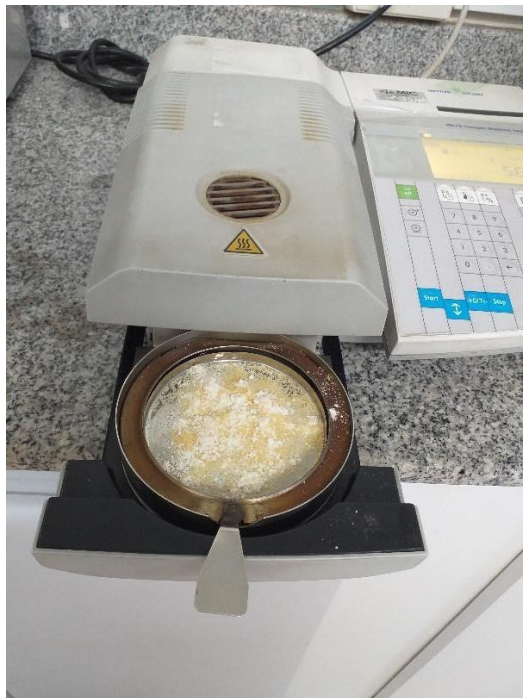
Curva de secado estándar HR 73	
Tiempo (seg)	Temperatura (°C)
0	94
10	109
20	129
30	140
40	142
50	140
60	138
70	138
80	140
90	140
100	142
110	141
120	140
130	140
140	140
570	140



## Anexo 2. Resultados comparativos

Tipo de desecación	Diagrama	Tiempo medio del ensayo	Uso recomendado
Rápida (Actual)		5:18 min	Ideal para muestras con contenido de humedad superior al 30%, la muestra alcanza temperaturas un 40% sobre la temperatura elegida para desecación
Moderada		11:30 min	Ideal para secar sustancias con tendencia a formar película superficial, la temperatura sube continuamente hasta alcanzar la temperatura elegida
Escalonada		10:46 min	Ideal para la desecación de sustancias formadas por varios componentes, es una desecación gradual.
Estándar		8:58 min	Preajustado de fábrica, sirve casi para cualquier muestra, temperatura constante

### Anexo 3. Evidencia fotográfica



## Anexo 4. Registro de Muestreo


  
**Angel Bioindustrial**
  
 A MEMBER OF **SYNLAB**

**INFORME DE LABORATORIO**  
 VERSIÓN No. 00

**EMPRESA** PRODUCTOS ALIMENTICIOS DORIA S A S  
**SUCUR/SEDE** PLANTA COMARRICO  
**CONTACTO** ALEXANDRA PEÑA CUETO  
**CARGO** COORDINADOR ASEGURAMIENTO DE CALIDAD  
**TEL/FAX** 3791427 - 3137992252  
**DIRECCIÓN** CL 39 # 51-88 (VIA 40)  
**CORREO** inspectorcalidad@pastascomarrico.com

**REFERENCIA** 218100011914  
**FECHA INGRESO** 2018/10/18  
**FECHA ANÁLISIS** 2018/10/19  
**FECHA RESULTADO** 2018/10/25

ORIGINAL

---

**LUGAR DE RECOLECCIÓN** PLANTA COMARRICO  
**MUESTRA** SPAGHETTI COMARRICO  
**MUESTREO REALIZADO POR** CLIENTE

**ASPECTO** Sólido duro quebradizo de forma alargada  
**COLOR** Amarillo  
**CLASE DE EMPAQUE** BOLSA ZIPLOC  
**CANT. MUESTRA** 613.0g

**OLOR** Característico  
**LOTE** L 280 AP2 2018  
**FECHA VENCIMIENTO** 2020/04/05  
**OBSERVACIONES** Muestra N° 2

**RESULTADO FISICOQUÍMICO**

ANÁLISIS	UNIDAD	ESPECIFICACIÓN	RESULTADO	MÉTODO
HUMEDAD Y MATERIA VOLÁTIL	g/100g	Máximo 13,0	12,1 /	NTC 529
CENIZAS (En base seca)	g/100g	Máximo 1,2	0,6 /	Basado en NTC 3806

**ESPECIFICACIÓN DEFINIDA POR NTC 1055 (6 ACT). PASTAS ALIMENTICIAS SECAS.**

**NOTA**  
 La muestra analizada cumple con el (los) parámetro(s) evaluado (s) según especificación establecida  
 Las muestras se almacenaran durante 1 mes (muestras de alimentos no perecederos, materias primas, productos farmacéuticos) y 1 semana (muestras de agua y alimentos perecederos)  
 El resultado aplica únicamente a la muestra recibida y analizada  
 No se permite la reproducción total o parcial de este documento sin autorización expresa del laboratorio.  
 El plan de muestreo es realizado por el cliente

  
**DIANA MARCELA RÍOS G.**  
 TECNÓLOGA QUÍMICA T.Q.1156  
 ANALISTA PROCESO FISICOQUÍMICO  
 Fecha de impresión: Viernes, 26 de Octubre de 2018

  
**CAROLINA MENDOZA S.**  
 QUÍMICA PQ-5598  
 JEFE DE LABORATORIO FISICOQUÍMICO  
 --- FIN DEL INFORME ---

## Resumen analítico RAE

<b>TEMA</b>	<b>PROCESOS INDUSTRIALES</b>
<b>TÍTULO</b>	<b>Estandarización de método alternativo para la determinación de humedad en pastas alimenticias secas</b>
<b>AUTORES</b>	<b>Alexandra Peña Cueto</b>
<b>FUENTES BIBLIOGRÁFICAS</b>	<p>Acosta, A. Sandoval, N. (2003). Diseño del sistema de control del proceso de secado de pastas alimenticias. Colombia. Revista Colombiana de Tecnologías de Avanzada ISSN: 1692-7257 Volumen 2 - No 2 2003.</p> <p>Aguilar, I. (2017). Optimización del proceso de secado en pastas alimenticias. Ecuador. Universidad de Cuenca.</p> <p>Ariza, C. (2006). Estandarización y verificación de los métodos analíticos alternativos usados en calidad en la compañía productos ALIMENTICIOS DORIA S.A. [Tesis de Pregrado] Colombia. Universidad de La Salle. Recuperado de:  <a href="http://repository.lasalle.edu.co/bitstream/handle/10185/15709/T43.06%20A47e.pdf?sequence=1&amp;isAllowed=y">http://repository.lasalle.edu.co/bitstream/handle/10185/15709/T43.06%20A47e.pdf?sequence=1&amp;isAllowed=y</a></p> <p>Brochero, G. Castro, R. (2013). Diseño y construcción de un sistema de cuarto de secado para pastas alimenticias. [ Tesis de Pregrado] Colombia. Universidad Católica de Colombia Recuperado de  <a href="https://www.google.com/url?sa=t&amp;rct=j&amp;q=&amp;esrc=s&amp;source=web&amp;cd=3&amp;cad=rja&amp;uact=8&amp;ved=2ahUKEwjx6tWu477iAhWoq1kKHXB0AWIQFjACegQIARAC&amp;url=https%3A%2F%2Frepository.ucatolica.edu.co%2Fbitstream%2F10983%2F892%2F4%2FRAE%2520Dise%25C3%25B1o%2520y%2520Construcci%25C3%25B3n%2520de%2520un%2520Sistema%2520de%2520Cuarto%2520de%2520Secado%2520para%2520Pastas%2520Alimenticias.pdf&amp;usq=AOvVaw3-ZrurJxYHtYT6k2nZb8co">https://www.google.com/url?sa=t&amp;rct=j&amp;q=&amp;esrc=s&amp;source=web&amp;cd=3&amp;cad=rja&amp;uact=8&amp;ved=2ahUKEwjx6tWu477iAhWoq1kKHXB0AWIQFjACegQIARAC&amp;url=https%3A%2F%2Frepository.ucatolica.edu.co%2Fbitstream%2F10983%2F892%2F4%2FRAE%2520Dise%25C3%25B1o%2520y%2520Construcci%25C3%25B3n%2520de%2520un%2520Sistema%2520de%2520Cuarto%2520de%2520Secado%2520para%2520Pastas%2520Alimenticias.pdf&amp;usq=AOvVaw3-ZrurJxYHtYT6k2nZb8co</a></p> <p>Cárdenas, L. (2013). Levantamiento de Información para la Acreditación ISO 17025 del Laboratorio de Bromatología de la FIMCP en el Parámetro Humedad. [ Tesis de pregrado ] Ecuador. Escuela Superior Politécnica Del Litoral. Recuperado de: <a href="https://www.dspace.espol.edu.ec/retrieve/89707/D-79830.pdf">https://www.dspace.espol.edu.ec/retrieve/89707/D-79830.pdf</a></p> <p>Chavarrías, M. (2013). Mohos en alimentos, ¿beneficiosos o perjudiciales? Revista virtual EROSKI Consumer publicación del 13 diciembre 2013. Fundación Eroski. España. Recuperado de <a href="http://www.consumer.es/seguridad-alimentaria/sociedad-y-consumo/2013/11/21/218661.php">http://www.consumer.es/seguridad-alimentaria/sociedad-y-consumo/2013/11/21/218661.php</a></p> <p>Díaz, L. (2010). Principios básicos de bioquímica de los alimentos. Universidad de La Serena. Chile</p> <p>Facultad De Química, UNAM (2008). Fundamentos y Técnicas de Análisis de Alimentos. Universidad Nacional de México. México.</p> <p>García Martínez, EM.; Fernández Segovia, I. (2012). Determinación de la humedad de un alimento por un método gravimétrico indirecto por desecación. Recuperado de <a href="http://hdl.handle.net/10251/16339">http://hdl.handle.net/10251/16339</a></p>



**Gomis, V. (2008). Introducción a las técnicas instrumentales en el análisis industrial. Recuperado de <http://hdl.handle.net/10045/8245>**

**Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC). (2009). Cereales y Productos Cereales. Determinación del Contenido de Humedad. Colombia**

**Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC). (2014). Productos de molinería. Pastas alimenticias. Norma Técnica Colombiana NTC 1055. Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC). Colombia**

**ISO. (1994). Norma ISO 5725:1994 Exactitud (Veracidad y precisión) de los métodos y resultados de medición. Organización Internacional de Normalización. Suiza**

**Latham, M. (2002). Nutrición humana en el mundo en desarrollo. Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación (FAO). Roma. Recuperado de <http://www.fao.org/3/W0073S/w0073s0u.htm>**

**Luna, Zenaida. 2014. Determinación de humedad en alimentos. Balance de materia y energía. Costos de calidad. [ Tesis de pregrado ].Universidad Nacional de San Agustín. Perú recuperado de <http://repositorio.unsa.edu.pe/bitstream/handle/UNSA/4184/IALumuz009.pdf?sequence=1&isAllowed=y>**

**Mettler-Toledo GmbH, Laboratory & Weighing Technologies. (2001). Instrucciones de manejo Analizador halógeno de humedad HR73 y HG53. Mettler – Toledo. Suiza.**

**Mettler-Toledo GmbH, Laboratory & Weighing Technologies. (2015). Horno vs Analizador de Humedad Halógeno. Guía práctica de comparación de métodos. Mettler – Toledo. Suiza.**

**Mettler-Toledo GmbH, Laboratory & Weighing Technologies. (2015). Artículo técnico: Horno vs Analizador de humedad halógeno Guía práctica de comparación de métodos. Mettler – Toledo. Suiza.**

**Ministerio de Salud de la República de Colombia (1991). Resolución 4393 de 1991.**

**Pérez, I. (2012). Bacillus cereus y su papel en las intoxicaciones alimentarias. Revista Cubana Salud Pública vol.38 no.1 Ciudad de La Habana. Recuperado de [http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0864-34662012000100010](http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0864-34662012000100010)**

**Pickering, W. (1980). Química analítica moderna. Editorial Reverté. España  
Riaño, N. (2007). Fundamentos de Química Analítica Básica. Análisis Cuantitativo. Editorial Universidad de Caldas. Colombia**

**Tirado, Diego F, Montero, Piedad M, & Acevedo, Diofanor. (2015). Estudio Comparativo de Métodos Empleados para la Determinación de Humedad de**

	<p>Varias Matrices Alimentarias. Revista Información tecnológica, Volumen 26(2), Chile. Recuperado de: <a href="https://dx.doi.org/10.4067/S0718-07642015000200002">https://dx.doi.org/10.4067/S0718-07642015000200002</a></p> <p>Triola, M. (2004). Estadística. Pearson Educación. México</p> <p>Villa, D. Passamai, V. Bonomo, A.&amp; Bravo, J. (2012). Análisis de la cinética de secado de pastas obtenidas con mezclas de harinas a partir de un modelo de evaporación. Argentina. Avances en Energías Renovables y Medio Ambiente Vol. 16, 2012. ISSN 0329-5184</p> <p>Zumbado, F. H. (2004). Análisis químico de los alimentos: Métodos clásicos. Instituto de Farmacia y Alimentos Universidad de La Habana. Cuba.</p>
<b>AÑO</b>	2019
<b>RESUMEN</b>	<p>El objetivo de este proyecto es estandarizar una metodología alterna para determinar el contenido de humedad en pastas alimenticias secas elaboradas en una planta de producción ubicada en la ciudad de Barranquilla en el departamento del Atlántico.</p> <p>Es un estudio de tipo cuantitativo y de corte experimental, dado que se fundamenta en una serie de comprobaciones experimentales realizadas bajo condiciones controladas con el propósito de establecer una curva de secado apropiada para la realización del análisis del contenido de humedad utilizando un equipo Analizador Halógeno, de manera que el resultado no evidencie diferencias significativas con respecto al obtenido a través de una técnica validada con anterioridad (método tradicional) que responde a lo establecido en la Norma Técnica Colombiana NTC-529 del 2014. Una vez determinadas las condiciones de trabajo apropiadas, con la ayuda de técnicas estadísticas se analizaron las tendencias arrojadas por el equipo para establecer un rango de trabajo que brinde el nivel de confianza que el proceso de liberación requiere.</p>
<b>PALABRAS CLAVES</b>	Humedad, secado, pastas alimenticias, contenido de agua, técnicas instrumentales, gravimetría.
<b>DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA</b>	<p>En la producción de pastas alimenticias secas el contenido de humedad es un cuello de botella debido a que es la característica con la que se libera el producto, y la técnica oficial por la que se realiza este análisis tiene una duración aproximada de 8 horas. la compañía cuenta con unos equipos de determinación de humedad por la técnica de lámpara halógena “analizadores halógenos”, que están en capacidad de entregar resultados entre 3 y 12 minutos, sin embargo, esta técnica no entrega resultados equivalentes a la técnica tradicional. Dejando en evidencia la necesidad de estandarizar una metodología alterna a la tradicional para la determinación de humedad en pastas alimenticias secas que entregue resultados rápidos, exactos y precisos.</p> <p>Para la ejecución de este proyecto se formuló la siguiente pregunta de investigación: ¿Cómo estandarizar el método analítico alternativo para determinar la humedad en pastas alimenticias secas?</p>
<b>OBJETIVOS</b>	<p><b>Objetivo General:</b> Estandarizar una metodología alterna a la tradicional para la determinación de humedad en pastas alimenticias secas.</p> <p><b>Objetivos específicos:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Diagnosticar cómo se realiza el análisis de humedad actualmente y documentar la curva de secado resultante.</li> </ul>

	<p>- Establecer la curva de secado apropiada para la determinación de humedad por método rápido, documentando la metodología establecida para la realización del análisis de humedad.</p>
<b>METODOL OGÍA</b>	<p>La investigación es de tipo cuantitativo y corte experimental: se basa principalmente en el diseño y reproducción de un experimento (determinación del contenido de humedad de una muestra patrón a través de una técnica rápida) realizando modificaciones en las variables independientes, que son los parámetros de operación del equipo (tamaño de muestra, temperatura, tiempo, programas de secado) , y a través de herramientas informáticas, estadísticas y matemáticas de recopilación y análisis de datos establecer un rango de trabajo que brinde el nivel de confianza que el proceso de liberación requiere.</p>
<b>PRINCIPAL ES REFERENT ES TEÓRICOS</b>	<p>El método para determinación de humedad es el método indirecto por volatilización, el cual se basa en la separación del agua del alimento por secado en estufa a temperaturas superiores a 100°C, los tiempos y temperaturas varían de acuerdo a la matriz del alimento que se esté analizando. Así las cosas: para cereales y derivados tenemos que el método de rutina o referencia está basado en la norma internacional ISO 711 (1985), y consiste en “secar una porción de muestra a una temperatura de 130°C +/- 3° por 2 horas, en un horno con temperatura constante, calentado eléctricamente y que pueda alcanzar la temperatura requerida para el ensayo en menos de 30 minutos después de haber sido introducidas las muestras previamente molturadas” ICONTEC, 2009 (p.2)</p> <p>Se han desarrollado otros métodos para la determinación de humedad en cereales y derivados, uno de estos es la medición termogravimétrica usando un analizador de humedad halógeno, que proporciona una medición directa sin necesidad de cálculos por parte del analista; el análisis con esta técnica se realiza de la siguiente manera: La muestra se pesa y se calienta con un radiador infrarrojo (lámpara halógena). La pérdida de peso se registra continuamente en la memoria del equipo y el secado finaliza una vez definido. Una vez alcanzado este criterio el contenido de humedad se calcula automáticamente a partir de la diferencia de peso. Mettler Toledo (2015)</p>
<b>PRINCIPAL ES REFERENT ES CONCEPTU ALES</b>	<p><b>ANALIZADOR HALÓGENO DE HUMEDAD:</b> Es un instrumento utilizado para determinar la humedad de una sustancia. El instrumento trabaja según el principio termogravimétrico: Al inicio de la medición el analizador de humedad determina el peso de la muestra, a continuación, la muestra se calienta rápidamente con la unidad desecadora halógena integrada y la humedad se evapora. Durante la desecación el instrumento calcula continuamente el peso de la muestra y visualiza la pérdida de humedad. Una vez concluida la desecación el equipo arroja dependiendo de cómo esté parametrizado, el peso del residuo o en su defecto la cantidad de agua evaporada. (Mettler Toledo, 2001)</p> <p><b>CONTENIDO DE HUMEDAD:</b> Cantidad de agua contenida en un alimento, cuando se calcula por termogravimetría corresponde al peso perdido por evaporación después de someter una muestra a condiciones preestablecidas de temperatura y tiempo. (ICONTEC, 2009)</p> <p><b>PASTAS ALIMENTICIAS:</b> Producto preparado mediante el secado apropiado de las figuras formadas por una masa sin fermentar, preparada con agua y los derivados del trigo u otras farináceas aptas para el consumo humano o mediante la combinación adecuada de las mismas. (ICONTEC, 2014)</p>



	<p><b>MUESTRA PATRÓN:</b> Es una muestra sobre la cual se conoce la composición del analito de interés con un alto grado de certidumbre y se utiliza como referente para conocer la exactitud de un resultado. (Pickering, 1980)</p>
<p><b>RESULTADOS</b></p>	<p>La curva moderada operada bajo los siguientes parámetros reportan la mayor cercanía de los datos arrojados por el equipo versus la muestra patrón:</p> <p>Tamaño De muestra 3g, tiempo de secado de 11 minutos y rampa de temperatura de 3 minutos desde la temperatura ambiente hasta 140 grados.</p> <p>con el tamaño de muestra 5g hay menor dispersión de los datos, pero el resultado se aleja del patrón requerido.</p> <div data-bbox="427 616 1316 1048"> <p>MODERADO ENSAYO 14</p> <p>METODO DE SECADO: MODERADO  RAMPA 3 MIN  TEMP 140  TAMAÑO DE MUESTRA 3g  TIEMPO DE SECADO: 11 MIN  RESULTADO MUESTRA PATRÓN  12,16 - 12,18  promedio: 12,17  RESULTADO METTLER  Promedio: 12,16  Desviación estandar: 0,02  Intervalo de confianza: 0,03  Nivel de confianza: 95%</p> <p>—●— RESULTADO —●— LI —●— LS —●— PATRON</p> </div>
<p><b>CONCLUSIONES</b></p>	<p>La curva de secado apropiada para la realización de las pruebas de humedad en pastas alimenticias secas con humedades inferiores a 13% es la curva moderada, el tiempo óptimo para la realización del ensayo fue de 11 minutos, que incluye una rampa de 3 minutos al comienzo de la prueba y un tamaño de muestra de 3 g. Esta metodología brinda resultados 97% más rápidos que la metodología tradicional sin comprometer la confiabilidad de la información</p>