



**Validación del método de proteína por medio de la determinación de nitrógeno por
procedimiento Kjeldahl para derivados cárnicos. AOAC 2001.11**

Santiago Valencia Arango

Informe correspondiente al semestre de industria presentado para optar por el título de:

Ingeniero Químico

Asesores

Yider Lucio Lagares Negrette, Ingeniero Químico

Lina María González Rodríguez, Doctor (PhD) en Ciencias Químicas

Universidad de Antioquia

Facultad de Ingeniería

Departamento de Ingeniería Química

Medellín, Colombia

2022

Cita	(Valencia Arango, 2022)
Referencia	Valencia Arango, S (2022). <i>Validación del método de proteína por medio de la determinación de nitrógeno por procedimiento Kjeldahl para derivados cárnicos. AOAC 2001.11</i> [Práctica empresarial]. Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia.
Estilo APA 7 (2020)	



Proyecto desarrollado gracias al área de control calidad de la Cooperativa Colanta, Planta de Derivados Cárnicos San Pedro de los Milagros y a la coordinación de prácticas académicas del departamento de Ingeniería Química de la Universidad de Antioquia.



Centro de Documentación Ingeniería (CENDOI)

Repositorio Institucional: <http://bibliotecadigital.udea.edu.co>

Universidad de Antioquia - www.udea.edu.co

Rector: John Jairo Arboleda Céspedes

Decano: Jesús Francisco Vargas Bonilla.

Jefe departamento: Lina María González Rodríguez

El contenido de esta obra corresponde al derecho de expresión de los autores y no compromete el pensamiento institucional de la Universidad de Antioquia ni desata su responsabilidad frente a terceros. Los autores asumen la responsabilidad por los derechos de autor y conexos.

Dedicatoria

Este trabajo cómo mi ciclo académico es dedicado a:

Mi madre, por siempre estar presente y apoyarme en las decisiones tomadas a lo largo de la carrera, por creer en mí y en mis capacidades.

Mi hermana, Alexandra, por sus sabios consejos y por siempre estar cuando necesitaba ayuda.

A mi padre, por brindarme la oportunidad de desarrollar esta etapa de mi vida y el apoyo constante en lograr este título académico.

A mis mascotas, por todas las noches que pasaron a mí lado mientras realizaba trabajos o estudiaba, por ser la compañía más fiel y mis mejores amigos.

A Cynthia, por estar conmigo en gran parte de este proceso, por estar presente y tener siempre una palabra de aliento, por brindarme su amor en los momentos más difíciles de esta etapa y no dejarme decaer ante las adversidades.

A mis amigos de la universidad, por su generosidad, entendimiento, conocimiento y amistad, por ir juntos en este camino y lograrlo juntos, por todo el apoyo y conocimientos compartidos.

Agradecimientos

Quiero expresar mis más sinceros agradecimientos a la Universidad de Antioquia, mi alma mater, por haberme brindado la oportunidad de desarrollar esta etapa de mi vida en sus instalaciones y en el seno del conocimiento de su comunidad. A las personas, profesores y asesores de la Facultad de Ingeniería y del Departamento de Ingeniería Química por haberme aportado sus conocimientos en mi desarrollo como Ingeniero Químico, por siempre estar ahí cuando surgía alguna duda y siempre ser respondida con la paciencia y entendimiento característicos de las personas de la UdeA.

A la Cooperativa Colanta por haberme permitido realizar esta última etapa de mi vida académica en sus instalaciones, principalmente a la planta de Derivados Cárnicos de San Pedro de los Milagros y a todos sus empleados que desde el primer momento me hicieron sentir cómodo y parte del equipo de trabajo. A Yider y Sandra por la confianza brindada desde el primer día y ayudarme en mi desarrollo como profesional.

Tabla de contenido

Contenido

Resumen	11
Abstract	12
Introducción	13
1 Objetivos	15
1.1 Objetivo general	15
1.2 Objetivos específicos.....	15
2 Marco teórico	16
2.1 Alimento.....	16
2.2 Aminoácidos.....	16
2.3 Aminoácidos esenciales	16
2.4 Aminoácidos no esenciales	17
2.5 Catalizador	17
2.6 Derivado cárnico	17
2.7 Destilación.....	17
2.8 Digestión ácida.....	17
2.9 Conforme.....	18
2.10 No conforme.....	18
2.11 Ingrediente primario.....	18
2.12 Insumo.....	18
2.13 Inspección por atributos	18
2.14 Inspección por calidad.....	18
2.15 Ítem.....	19
2.16 Ítem no conforme	19

2.17 Inspección normal o simple.....	19
2.18 Inspección estricta.....	19
2.19 Inspección reducida.....	19
2.20 Lote.....	19
2.21 Nivel de aceptabilidad de calidad (NAC).....	20
2.22 Materia prima.....	20
2.23 Muestra.....	20
2.24 Plan de muestreo.....	20
2.25 Programa de muestreo.....	20
2.26 Tabla militar.....	20
2.27 Tamaño de muestra.....	20
2.28 Titulación.....	21
3. Metodología.....	22
3.1. Estudio, planificación y búsqueda de material bibliográfico.....	22
3.2. Muestreo.....	22
3.3. Pruebas Experimentales.....	23
3.4. Análisis de Resultados.....	24
3.4.1 Método de cálculo para proteína en productos de derivados cárnicos.....	25
3.5. Verificación del método.....	26
4. Resultados y análisis.....	28
4.1 Método de muestreo para materia prima cárnica.....	28
4.1.1 Metodología de muestreo para materia prima cárnica.....	33
4.1.1.1. Recepción de materia prima.....	34
4.1.1.2. Muestreo.....	34
4.1.1.3. Tamaño de muestra y muestreo.....	35

4.1.1.4. Aleatoriedad de las cajas a muestrear	35
4.1.1.5. Análisis fisicoquímico.	36
4.2. Validación metodología de análisis tradicional por procedimiento Kjeldahl.	36
4.2.1 Producto P.001	41
4.2.2 Producto P.002	43
4.2.3 Producto P.003	45
4.3. Validación del procedimiento y metodología experimental Kjeldahl.....	47
4.3.1. Producto PV.001	48
4.3.2. Producto PV.002	49
4.3.3. Verificación material de referencia.....	51
4.4. Metodología de experimentación para la determinación de proteína por medio del procedimiento Kjeldahl.	52
4.4.1. Preparación de la muestra	52
4.4.2. Digestión	52
4.4.3. Destilación	52
4.4.4. Titulación	52
4.5. Validación del procedimiento de Kjeldahl en insumos cárnicos.	53
4.5.1. Supergel	54
4.5.2. Proteína GP5P PLUS	54
5 Conclusiones	57
6 Recomendaciones.....	58
Referencias Bibliográficas	59
Anexos.....	60

Lista de tablas

Tabla 1. Tabla militar para muestreo por inspección especial	34
Tabla 2. Codificación de los productos derivados cárnicos a realizar análisis	39
Tabla 3. Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto P.001 con 15 ml de ácido sulfúrico	41
Tabla 4. Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto P.001 con 12 ml de ácido sulfúrico	41
Tabla 5. Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto P.001 con 10 ml de ácido sulfúrico	42
Tabla 6. Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto P.002 con 15 ml de ácido sulfúrico	43
Tabla 7. Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto P.002 con 12 ml de ácido sulfúrico	43
Tabla 8.	44
Tabla 9. Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto P.003 con 15 ml de ácido sulfúrico	45
Tabla 10. Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto P.003 con 12 ml de ácido sulfúrico.....	45
Tabla 11. Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto P.003 con 10 ml de ácido sulfúrico.....	46
Tabla 12. Codificación de los productos a estudiar para la validación del Proceso Kjeldahl.....	47
Tabla 13. Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto PV.001 con 10 ml de ácido sulfúrico.....	49
Tabla 14. Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto PV.001 con 12 ml de ácido sulfúrico.....	49
Tabla 15. Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto PV.002 con 10 ml de ácido sulfúrico.....	50
Tabla 16. Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto PV.002 con 12 ml de ácido sulfúrico.....	50
Tabla 17. Resultados procedimiento Kjeldahl para verificación con material de referencia.....	51

Tabla 18. Insumos para verificación del procedimiento.	53
Tabla 19. Resultados obtenidos para experimentación con 12 ml de ácido sulfúrico en insumos Supergel.....	54
Tabla 20. Resultados obtenidos para experimentación con 10 ml de ácido sulfúrico en insumos Supergel.....	54
Tabla 21 Resultados obtenidos para experimentación con 10 ml de ácido sulfúrico en insumos Proteína animal GP5P PLUS.....	55
Tabla 22. Resultados obtenidos para experimentación con 12 ml de ácido sulfúrico en insumos Proteína animal GP5P PLUS.....	55

Lista de figuras

Figura 1. Tabla militar para muestreo simple - NTC 2859-1	28
Figura 2. Resultados porcentaje de grasa para el corte C6700	30
Figura 3. Resultados porcentaje de humedad para el corte C6700	30
Figura 4. Resultados porcentaje de proteína para el corte C6700.....	31
Figura 5. Relación de la porción de muestreo de 100g	35
Figura 6. Numeración de las cajas por corte ubicadas en estivas.	36
Figura 7. Promedio de proteína para los productos.....	37
Figura 8. Promedio de grasa para los productos	38
Figura 9. Composición promedio para el producto P.001	39
Figura 10. Composición promedio para el producto P.002	40
Figura 11. Composición promedio para el producto P.003	40
Figura 12. Tendencias en proteína para las experimentaciones en el producto P.001	42
Figura 13. Tendencias en proteína para las experimentaciones en el producto P.001	44
Figura 14. Tendencias en proteína para las experimentaciones en el producto P.001	46
Figura 15. Composición promedio para el producto PV.001.....	47
Figura 16. Composición promedio para el producto PV.002.....	48
Figura 17. Esquema montaje experimental de determinación de proteína por procedimiento Kjeldahl	53

Siglas, acrónimos y abreviaturas

APA	American Psychological Association
AOAC	Asociación Científica
Diff	Diferencia
F	Factor de conversión de nitrógeno a proteína
N	Peso molecular del nitrógeno
NAC	Nivel de Calidad de Aceptación
NTC	Norma Técnica Colombiana
M	Molaridad
MP	Materia Prima
ml	Mililitros
P.BS.	Proteína en Base Seca
P.BH	Proteína en Base Seca
RSD	Desviación Estándar Relativa
R (%)	Porcentaje de Recuperación
S	Desviación Estándar
S-1	Inspección especial grado 1
S-2	Inspección especial grado 2
S-3	Inspección especial grado 3
S-4	Inspección especial grado 4
TKN	Nitrógeno Total en Muestra
V_s	Volumen de titulante en la muestra
V_B	Volumen de titulante en el blanco
W	Peso de la muestra
X	Promedio proteína
X_{reff}	Proteína de referencia
UdeA	Universidad de Antioquia

Resumen

A partir de la necesidad de caracterizar la proteína presente en los productos provenientes de derivados cárnicos y en los insumos usados como materia prima en su fabricación, con el desarrollo de esta práctica se validó el método de determinación de proteína tradicional por procedimiento Kjeldahl de determinación de nitrógeno, así como una metodología experimental que permitiera la reducción del volumen de ácido sulfúrico utilizado en el proceso. Se realizan pruebas experimentales con la metodología tradicional, en la que se usan 15 ml de ácido sulfúrico, para producto final e insumos cárnicos. Posteriormente se analiza la variación de los resultados obtenidos al realizar reducciones de ácido sulfúrico a 12 ml y 10 ml teniendo en cuenta variaciones en términos de composición de alto, medio y bajo porcentaje de grasa y proteína en derivados cárnicos y valores de baja y alta proteína en insumos cárnicos. De acuerdo con la experimentación realizada se llega a la propuesta de una metodología experimental en la cual se usarán 12 ml de ácido sulfúrico para producto terminado y 10 ml para los insumos cárnicos.

Palabras claves: Proteína, Ácido Sulfúrico, Procedimiento Kjeldahl, Derivados Cárnicos, Insumos.

Abstract

Based on the necessity to characterize the protein present in products from meat derivatives and in the raw materials used in their manufacture, with the development of this practice, the traditional protein determination method was validated by the Kjeldahl procedure for determination of protein. nitrogen, as well as an experimental methodology that would allow the reduction of the volume of sulfuric acid used in the process. Experimental tests were carried out with the traditional methodology, in which 15 ml of sulfuric acid are used for the final product and raw materials. Subsequently, the variation of the results obtained by reducing sulfuric acid to 12 ml and 10 ml is analyzed, considering variations in terms of composition of high, medium and low percentage of fat and protein in meat derivatives and values of low and high protein. in raw materials. According to the experimentation carried out, an experimental methodology is proposed in which 12 ml of sulfuric acid will be used for the finished product and 10 ml for raw materials.

Keywords: Protein, Sulfuric Acid, Kjeldahl Procedure, Meat Derivatives, Raw materials

Introducción

En la industria alimenticia y en el consumo de alimentos se ha incrementado la importancia de conocer el aporte nutricional que estos aportan a la dieta humana con el fin de contar con un balance óptimo en cuanto a nutrientes consumidos. Debido a esta necesidad se ha dado una mayor relevancia al desarrollo de los estudios realizados a los productos alimenticios obligando a las empresas a contar con fichas técnicas y con tablas nutricionales en dónde se reporten estos valores o porcentajes de aporte nutricional de los productos a la hora de ser consumidos.

Entre los nutrientes reportados por las compañías alimenticias se encuentran las proteínas, macronutrientes de gran importancia en la dieta humana. Las proteínas están presentes en las membranas celulares y entre sus funciones se encuentran las de formar enzimas, anticuerpos y hormonas. La principal unidad estructural de las proteínas son los aminoácidos de los cuales son 20 los que usa el ser humano y de estos, 11 pueden ser producidos por el cuerpo humano (aminoácidos no esenciales), mientras los restantes son suministrados a través del consumo de alimentos. (Ortiz, 2019).

Entre los alimentos que más aporte proteico proveen en la dieta humana, contamos con: huevo, pescado y carne. Por tal motivo es de gran interés ejercer un debido control sobre la cantidad de proteína presentes en los alimentos desarrollados a partir de derivados cárnicos, que de acuerdo con la definición dada en el Decreto 1500 de 2007 por el Ministerio de la Protección Social de Colombia establece: “Son los productos que utilizan en su preparación carne, sangre, vísceras u otros productos comestibles de origen animal que hayan sido autorizados para el consumo humano, adicionando o no aditivos, especias aprobadas y otros ingredientes. Estos productos se denominaran según su especie” (Ministerio de la Protección Social, 2007).

Para la Cooperativa Colanta y principalmente para la Planta de Derivados Cárnicos de San Pedro de los Milagros es fundamental garantizar el seguimiento y control de los productos respecto a la cantidad de proteína que estos contienen. Por tal motivo se busca una constante mejora y

validación respecto a los métodos tradicionales usados en la determinación de proteína en producto terminado y en los insumos cárnicos usados en la fabricación de estos; teniendo como finalidad brindar un producto que se encuentre conforme con las normas establecidas por el gobierno nacional de Colombia.

Entre los métodos conocidos para la determinación de proteína se cuenta por el procedimiento de Kjeldahl, el cual, hasta la fecha, es el que cuenta con mayor reconocimiento. Este método consiste en la determinación de nitrógeno (elemento composicional en todas las proteínas) presente en muestras orgánicas e inorgánicas. El método Kjeldahl cuenta con 3 etapas: Digestión, destilación y valoración. La base principal de este método radica en la digestión del material orgánico e inorgánico a partir del ácido sulfúrico concentrado a temperaturas entre 350 y 380°C, se asiste mediante un catalizador para una mayor velocidad de reacción y aumentar el punto de ebullición del ácido.(Pan, 2011)

En la Planta de Derivados Cárnicos de la Cooperativa Colanta se cuenta con la metodología experimental para procedimiento de Kjeldahl en la cual se usan 15ml de ácido sulfúrico tanto para producto terminado como para insumos cárnicos. Se realizaron procesos experimentales con reducción en ácido sulfúrico a volúmenes de 12 y 10 ml con el fin de proponer una nueva metodología experimental acorde a la AOAC 2001.11. Finalmente se logra determinar una metodología experimental la cual presenta valores conformes y por encima de los límites inferiores de proteína determinados para los productos y dados por las fichas técnicas para los insumos cárnicos; así se estable el uso de 12 ml en productos de derivados cárnicos y 10 ml en insumos cárnicos usados como aditivos en producción del producto final.

1 Objetivos

1.1 Objetivo general

Validar la norma AOAC 2001.11 para análisis de proteína por el método Kjeldahl al realizar cambios en la cantidad de reactivo en la metodología experimental.

1.2 Objetivos específicos

- Desarrollar y realizar montajes experimentales en el proceso de experimentación para la determinación de proteína y validar resultados a partir de datos establecidos por la cooperativa y/o proveedores.
- Desarrollar y establecer metodologías para planes de muestreo fisicoquímico en materia prima cárnica.
- Determinar una metodología de trabajo y de control de proceso en el área de pesaje de insumos.
- Extender la metodología y validación del método experimental a insumos cárnicos.

2 Marco teórico

2.1 Alimento

Todo producto natural o artificial, elaborado o no, que ingerido aporta al organismo humano los nutrientes y la energía necesaria para el desarrollo de los procesos biológicos. Se entienden incluidas en la presente definición las bebidas no alcohólicas y aquellas sustancias con que se sazonan algunos comestibles, y que se conocen con el nombre genérico de especias. (Ministerio de salud y protección, 2013)

2.2 Aminoácidos

Los aminoácidos son los componentes esenciales de las proteínas que forman los tejidos las enzimas y otros compuestos imprescindibles del organismo, como la sangre hormonas, anticuerpos, material genético, etc. La estructura de los aminoácidos muestra al menos un grupo amino radical con nitrógeno e hidrógeno ($-NH_2$) y otro carboxilo con carbono, oxígeno e hidrógeno ($-COOH$) llamado grupo ácido orgánico. Estos grupos se unen a una cadena lateral compuesta principalmente por átomos de carbono, cuya estructura es particular para cada aminoácido y permite diferenciarlos entre sí. (Nacleiro, 2006)

2.3 Aminoácidos esenciales

Son aquellos aminoácidos que los mamíferos obtienen principalmente de las proteínas de la dieta que se digieren en el intestino para que sean liberados y posteriormente se absorban y puedan servir como precursores de proteínas u otros materiales biológicos. Los grupos amino de los aminoácidos ingeridos en exceso con respecto a los requerimientos, son extraídos por transaminación, y los esqueletos carbonados que quedan son catabolizados a intermediarios que es posible oxidar para liberar energía o convertirse en combustibles metabólicos como la glucosa o aminoácidos glucogénicos o ecogénicos. (Cuadrado Sánchez et al., 2017)

2.4 Aminoácidos no esenciales

Son aquellos que sintetizan las células de los mamíferos y son precursores de otros constituyentes celulares no proteicos. Algunos aminoácidos pueden ser descritos como no esenciales porque es posible formarlos a partir de aminoácidos esenciales: un ejemplo es la tirosina, que se puede elaborar a partir de fenilalanina. (Cuadrado Sánchez et al., 2017)

2.5 Catalizador

Un catalizador es una sustancia, simple o compuesta, que aumenta o reduce la velocidad de una reacción química. Para el proceso de digestión ácida a partir de ácido sulfúrico se añade sulfato de potasio para aumentar el punto de ebullición del ácido sulfúrico y se añaden catalizadores para aumentar la velocidad y la eficiencia del procedimiento de digestión. (Pan, 2011)

2.6 Derivado cárnico

Los derivados cárnicos son los productos alimenticios preparados total o parcialmente con carnes o menudencias de animales y sometidos a operaciones específicas antes de su puesta al consumo. Entre este tipo de productos figuran, por ejemplo, el jamón cocido, la butifarra, el lomo adobado, el lacón o las hamburguesas. (¿Qué Son Los Derivados Cárnicos? Todo Lo Que Debe Saber Sobre La Butifarra, El Lacón o El Lomo Adobado, n.d.)

2.7 Destilación

Proceso por el que la sustancia volátil de una mezcla se separa de otra que no lo es mediante evaporación y posterior es condensada.

2.8 Digestión ácida

Consiste en usar un ácido fuerte con el fin de romper los enlaces de un material orgánico o inorgánico con el fin de llevarlos hasta su forma iónica. Para el caso de la digestión en el proceso de Kjeldahl la digestión se ocupa en romper todos los enlaces de nitrógeno de la muestra y convertir todo el nitrógeno unido orgánicamente en iones amonio (NH_4^+). En este proceso la materia orgánica se carboniza dando lugar a la formación de una espuma negra. Durante la digestión, la espuma se

descompone y finalmente se convierte en un líquido claro que indica que la reacción química ha terminado. Para ello, la muestra se mezcla con ácido sulfúrico a temperaturas entre 350 y 380 °C. Cuánto más alta sea la temperatura, más rápido será el proceso de digestión.(Pan, 2011)

2.9 Conforme

Muestras que se encuentran dentro de los parámetros requeridos respecto a la característica estudiada o analizada. (Técnica, 2002)

2.10 No conforme

Muestras que se encuentran por fuera de los parámetros requeridos respecto a la característica estudiada o analizada. (Técnica, 2002)

2.11 Ingrediente primario

Son elementos constituyentes de un alimento, que una vez sustituido uno de estos, el producto deja de ser tal para convertirse en otro. (Técnica, 2002)

2.12 Insumo

Comprende los ingredientes, envases y embalajes de alimentos. (Técnica, 2002)

2.13 Inspección por atributos

Inspección mediante la cual el ítem se clasifica simplemente como conforme o no conforme con respecto a un requisito especificado o a un conjunto de requisitos especificados o se cuenta el número de no conformidades del ítem. (Técnica, 2002)

2.14 Inspección por calidad

Hace referencia a las actividades tales como medir, ensayar o evaluar una o más características de un producto y comparar dichos resultados con parámetros específicos para establecer si se alcanza la conformidad de cada característica. (Técnica, 2002)

2.15 Ítem

Aquello que se puede describir o considerar individualmente. (Técnica, 2002)

2.16 Ítem no conforme

Ítem que tiene una o más no conformidades respecto a las especificaciones determinadas del análisis. (Técnica, 2002)

2.17 Inspección normal o simple

Uso de plan de muestreo con un criterio de aceptación concebido para asegurarle al productor una gran probabilidad de aceptación cuando el promedio del proceso del lote es mejor que el nivel aceptable de calidad. Requiere un tamaño de muestra dado por tabla militar de muestreo simple. (Técnica, 2002)

2.18 Inspección estricta

Uso de un plan de muestreo con un criterio de aceptación más severo que el del respectivo plan de inspección normal. Requiere un tamaño de muestra mucho mayor a la inspección simple. (Técnica, 2002)

2.19 Inspección reducida

Uso de un plan de muestreo con un tamaño de muestra inferior al del respectivo plan de muestreo normal y con un criterio de aceptación comparable al del respectivo plan de muestreo normal. (Técnica, 2002)

2.20 Lote

Cantidad determinada de unidades de un alimento de características similares fabricadas o producidas en condiciones esencialmente iguales que se identifican por tener el mismo código o clave de producción. (Técnica, 2002)

2.21 Nivel de aceptabilidad de calidad (NAC)

Nivel de calidad que es el peor promedio del proceso tolerable cuando se presenta una serie continua de lotes para muestreo por aceptación. (Técnica, 2002)

2.22 Materia prima

Son las sustancias naturales o artificiales, elaboradas o no, empleadas por la industria de alimentos para su utilización directa, fraccionamiento o conversión en alimentos para consumo humano. (Técnica, 2002)

2.23 Muestra

Conjunto de uno o varios ítems tomados de un lote, destinado a suministrar información sobre el lote. (Técnica, 2002)

2.24 Plan de muestreo

Combinación del(los) tamaño(s) de muestra que se usan y los criterios asociados de aceptabilidad de lote. (Técnica, 2002)

2.25 Programa de muestreo

La combinación de planes de muestreo y las reglas de cambio de un plan a otro. (Técnica, 2002)

2.26 Tabla militar

Tablas determinadas por la norma técnica colombiana que nos indican cantidad de muestra por lote y niveles de aceptación para los métodos de muestreo a usar.

2.27 Tamaño de muestra

Cantidad de ítems de cada muestra. (Técnica, 2002)

2.28 Titulación

La titulación es un procedimiento cuantitativo analítico de la química. Con la titulación puede determinar la concentración desconocida en un líquido añadiéndole reactivos de un contenido conocido. (Titulación, n.d.)

3. Metodología

3.1. Estudio, planificación y búsqueda de material bibliográfico.

Se establece una búsqueda bibliográfica respecto a las normas dadas para procedimientos de determinación de proteína en productos obtenidos de derivados cárnicos y para los insumos usados en su producción. En primera instancia se familiariza con las normas por las cuales se rige el procedimiento llevado a cabo en la planta de derivados cárnicos, posteriormente se verifican y estudian las normas AOAC dadas para la determinación de nitrógeno en derivados cárnicos tales como: Jamones, Tocinetas, Hamburguesas, entre otros.

Se buscan en las bases de datos de la cooperativa y se analiza la variación en términos de proteína para cada uno de los productos finales que se manejan en la compañía en el último semestre del año 2021, teniendo en cuenta los cambios en las formulaciones y variación en las materias primas que se han realizado en este tiempo.

En términos de muestreo, se buscan las normas técnicas colombianas (NTC) que rigen los muestreos en la recepción de materia prima. Se verifica y se observa el plan actual de muestreo que se lleva en la planta y los resultados obtenidos para los materiales cárnicos.

Se establecen los productos a los cuales se le realizarán las pruebas experimentales según la información de las bases de datos y a la composición en porcentaje de proteína y grasa de cada uno de los productos comercializados. También se tiene en cuenta los productos de mayor producción.

3.2. Muestreo.

Se inicia con la determinación de la metodología de muestreo para materia prima cárnica dado a que para este material de recepción no se realizan pruebas tradicionales. Los estudios realizados a estos materiales se realizan en el equipo de apoyo del laboratorio de control calidad, FOODSCAN. Este proceso se realiza con la finalidad de monitorear los valores o porcentajes con los que la planta auxiliar FrigoColanta envía la carne en términos de proteína, grasa y humedad principalmente.

El muestreo se realiza por medio de tabla militar para muestreo simple con un grado de inspección II según lo recomendado la NTC 2859-1. Se realiza seguimiento a este tipo de muestreo

y a la significancia del muestreo respecto al número total de lotes o cajas que ingresan a la cooperativa por corte de carne. Se realizan muestreos extensivos con el fin de verificar la calidad del producto. Finalmente se buscan métodos de muestreo especial y/o reducidos que puedan realizarse en la planta gracias al alto nivel de calidad que se tiene de la materia prima cárnica.

Se selecciona el método de muestreo y se realiza el plan de muestreo por inspección especial que se le debe realizar a la materia prima cárnica. Se establece y se realiza la divulgación al área de producción y de cava de materia prima.

3.3. Pruebas Experimentales.

Se seleccionan 3 productos con los cuales se realizarán las pruebas experimentales del método de Kjeldahl. La metodología experimental consistirá en 18 experimentaciones por producto de los cuales se dividirán en 6 experimentos por variación en la cantidad de ácido sulfúrico usado en la digestión; comenzando con la metodología tradicional de 15 ml, 12 ml y finalmente 10 ml. La cantidad de muestra, los tiempos de digestión y destilación se mantendrán constantes en los procesos experimentales.

Los productos por estudiar corresponden a productos con diferentes límites inferiores de proteína y grasa. Estos se eligieron según su composición y promedio de proteína y grasa obtenidos en el último semestre del 2021. Así, se cuenta con un producto alto en proteína y alto en grasa, un producto alto/medio en proteína y bajo en grasa y finalmente con un producto de la línea económica que corresponde a valores medios de proteína y medios en grasa.

Se realiza la codificación de los productos, manteniendo sus nombres ocultos, dado a que se busca la validación del método de proteína usado en el laboratorio de fisicoquímica de la planta de derivados cárnicos y no un estudio de calidad del producto que ofrece la Cooperativa. Los lotes de las experimentaciones para los productos son diferentes entre los sí, pero son los mismos entre experimentaciones, así podremos obtener un comparativo entre la variación de una metodología a otra.

Todas las experimentaciones se llevan a cabo en el laboratorio de fisicoquímica de la planta de derivador cárnicos de San Pedro de los Milagros, asegurando un ambiente propicio para realizar este proceso. Todas las digestiones se realizaron en un Digestor Buchi K-424 con los mismos

tiempos y mismas ramplas de temperatura. La destilación se lleva a cabo en un destilador KjelFlex K-360 y con el método de trabajo llamado “Nitrógeno”. (J.S.H., 1935)

Finalmente, al contar con las 54 experimentaciones, se realiza el análisis de resultados y las comparaciones entre métodos.

3.4. Análisis de Resultados.

Se realizan los comparativos para cada uno de los productos respecto a la variación que se obtuvo en los resultados con el cambio de ácido sulfúrico. También se estudia la diferencia entre el método tradicional Kjeldahl y los resultados obtenidos por el FOODSCAN.

Se comparan los resultados y la influencia de la cantidad de grasa en el producto debido a que la acción principal del ácido sulfúrico es el consumo de todo material orgánico e inorgánico presente en la muestra por lo cual para muestras con altos porcentajes de grasa se esperaba que sea necesario una mayor cantidad de ácido.

Los resultados obtenidos para las 54 experimentaciones son conformes y se encuentra por encima de los límites inferiores de proteína reportados para cada uno de los productos. Entre cambios de ácido se observa que la tendencia para cada uno de los productos se mantiene independiente de la cantidad de ácido, por lo cual se demuestra que es factible realizar la reducción del ácido tanto a 12 como a 10 ml. Teniendo en cuenta la aceptabilidad de estos resultados se decide extender la validación del proceso a los insumos cárnicos en los cuales también se usan 15 ml de ácido sulfúrico.

Para este nuevo proceso experimental y teniendo en cuenta que para los insumos cárnicos se dividen en bajo, medio y alto contenido de proteína se decide realizar 5 experimentaciones para insumos cárnicos de bajo y alto contenido de proteína, en total serán 20 experimentaciones: 10 con 12 ml de ácido y 10 con 10 ml de ácido. Los resultados de estas experimentaciones se encuentran conformes respecto a los reportado por las fichas técnicas de los proveedores, por lo cual también se incluye en la validación del proceso de Kjeldahl.

Finalmente, para los productos derivados cárnicos se determina realizar la validación de los métodos con dos productos particulares uno con alta cantidad de grasa y medio en proteína y el otro bajo en grasa y bajo en proteína, pero con alta cantidad de material orgánico no graso a

disolver. También se realiza la validación de los métodos con la ayuda de material de referencia el cual es usado en las pruebas de verificación de auxiliares y métodos de laboratorio.

3.4.1 Método de cálculo para proteína en productos de derivados cárnicos

Mediante el procedimiento Kjeldahl la determinación de proteína es respecto a la caracterización de nitrógeno presente en la muestra (TKN), se utiliza la ecuación 1:

$$(TKN) = \frac{(V_s - V_B) \times M \times N}{W \times 10} \quad (\text{Ecuación 1})$$

En dónde:

- V_s = Volumen de ácido titulante en la muestra
- V_B = Volumen de ácido titulante en el blanco
- M = Molaridad del ácido titulante (0,1)
- N = Peso molecular del nitrógeno (14.01)
- W = Peso de la muestra en gramos
- 10 = Factor de conversión de g/mg en porcentaje

Finalmente, cuando obtenemos el TKN y la cantidad de nitrógeno total de la muestra se aplica la ecuación 2 de determinación de proteína dada por la AOAC 2001.11

$$\%Proteína = TKN \times F \quad (\text{Ecuación 2})$$

En dónde F es un factor el cuál varía dependiendo de la naturaleza de la muestra, para nuestro caso al ser productos derivados de material cárnico es de 6.25.

Se verifica la titulación de la muestra por medio de un pH-metro y se sabe que el pH final de la muestra debe estar entre los rangos de 4.45 a 4.6.

A partir de los resultados obtenidos tenemos la desviación estándar para el total de estos dada por la herramienta computacional Excel. Ahora, la precisión del método se determina por medio de la desviación estándar relativa, mediante la ecuación 3:

$$RSD = \frac{S}{\bar{X}} * 100 \quad (\text{Ecuación 3})$$

Donde:

- RSD = Desviación estándar relativa

- S = Desviación estándar
- X = Promedio de los resultados de la muestra

Para los insumos cárnicos se verifica la exactitud del método mediante el porcentaje de recuperación de proteína determinado por el método y comparado con lo reportado por los proveedores (Ecuación 4).

$$R(\%) = \frac{\bar{X}}{X_{ref}} * 100 \quad (\text{Ecuación 4})$$

Donde:

- R (%) = Porcentaje de recuperación
- X = Valor promedio
- X_{reff} = Valores real (Fichas técnicas proveedores)

3.5. Verificación del método.

La verificación del método se realizará para ambas cantidades de ácido sulfúrico. Se llevarán a cabo 5 experimentaciones para un mismo lote de producto con 12 y 10ml de ácido sulfúrico. La cantidad de muestra, los tiempos y temperaturas de digestión al igual que la destilación y titulación son las mismas en las experimentaciones.

También se realizará la verificación a partir de carne material de referencia brindado por MolLabs, está carne llamada “*Carne de Diablo*” cuenta con ficha técnica en dónde se define la cantidad de proteína que está trae. Se realiza la experimentación por duplicado, es decir, dos pruebas con 12ml y 2 pruebas con 10 ml de ácido.

Finalmente, los resultados obtenidos por los dos métodos de verificación concuerdan entre sí al arrojar valores no conformes para las experimentaciones realizadas con 10 ml de ácido sulfúrico. Mientras para las experimentaciones con 12 ml todos los resultados obtenidos son conformes respecto a las fichas técnicas y la desviación entre estos es baja. Este resultado también rectifica lo plateado en la norma AOAC 2001.11 cuyo fin era validar en este proyecto.

Para los insumos cárnicos con ambas cantidades de ácido tenemos resultados conformes por lo cual se decide, según la desviación estándar obtenida por la variación de los resultados entre

sí, establecer una metodología experimental en la cual se usen 10 ml de ácido sulfúrico en los insumos cárnicos.

4. Resultados y análisis

4.1 Método de muestreo para materia prima cárnica

A partir del seguimiento realizado a los muestreos realizados a las materias primas que se recibieron en el último semestre del año 2021, se evidencio una alta calidad del material, por tal motivo el plan de muestreo estructurado se veía reducido respecto a lo determinado por la tabla militar para muestreo simple (Figura 1).

Figura 1.
Tabla militar para muestreo simple - NTC 2859-1

MIL STD 1050																							
TABLE I Sample size code letters				TABLE II-A Single sampling plans for normal inspection (Master table)																			
Lot or batch size	General inspection levels			Sample size code letter	Sample size	Acceptable Quality Levels (normal inspection)																	
	I	Level Normally Used II	III			0.010	0.015	0.025	0.040	0.065	0.10	0.15	0.25	0.40	0.65	1.0	1.5	2.5	4.0	6.5	10	15	25
						Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re
2 to 8	A	A	B	A	2	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
9 to 15	A	B	C	B	3	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
16 to 25	B	C	D	C	5	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
26 to 50	C	D	E	D	8	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
51 to 90	C	E	F	E	13	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
91 to 150	D	F	G	F	20	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
151 to 280	E	G	H	G	32	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
281 to 500	F	H	J	H	50	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
501 to 1200	G	J	K	J	80	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
1201 to 3200	H	K	L	K	125	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
3201 to 10000	J	L	M	L	200	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
10001 to 35000	K	M	N	M	315	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
35001 to 150000	L	N	P	N	500	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
150001 to 500000	M	P	Q	P	800	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
500001 and over	N	Q	R	Q	1250	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
				R	2000	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		

Debido a esto se busca implementar un nuevo plan de muestreo que cuente con un nivel de significancia alto para la cantidad de lotes que ingresen a la cooperativa y que a su vez pueda llevarse a cabo en poco tiempo.

Para esto se realiza dos seguimientos de muestreo extensivo para el principal corte de carne que se recibe, este corte ingresa a la cooperativa diariamente y en altas cantidades, contando entre 12 a 15 lotes y una totalidad de alrededor de 250 cajas. El muestreo extensivo consiste en tomar la mitad de las cajas que ingresen a la cooperativa el día 18 de febrero con el fin de verificar las

características y conformidades reportadas en las bases de datos, también con la finalidad de evaluar el nivel de calidad de aceptación. El método de muestreo realizado en este seguimiento es correspondiente al muestreo simple.

El corte es codificado cómo: C6700, se recibieron 240 cajas correspondientes a 8 lotes diferentes. Se tomaron 122 muestras y todas estas fueron analizadas en el equipo auxiliar del laboratorio de fisicoquímica FOODSCAN. Se analizan los valores correspondientes a Grasa, Humedad y Proteína, los límites para estas características son los siguientes:

- Grasa: únicamente cuenta con límite superior de 50.
- Humedad: únicamente cuenta con límite superior de 79.
- Proteína: únicamente cuenta con límite inferior de 16.

A continuación, en los gráficos 1,2 y 3 se presentan los resultados obtenidos del seguimiento por muestreo extensivo realizado al corte C6700.

El nivel de calidad de aceptación de las muestras se mide cómo la conformidad total de los lotes analizados en 10 muestreos consecutivos, esto teniendo en cuenta el muestreo simple, es decir, para darse la conformidad de las muestras debemos remitirnos a la Figura 1 y al trabajar con las recomendaciones dadas por la NTC 2859-1 respecto a la cantidad de muestras, un nivel de inspección II y al trabajar con un NAC de 0,1% debemos tener en cuenta la cantidad de no conformes aceptables.

Figura 2.
Resultados porcentaje de grasa para el corte C6700

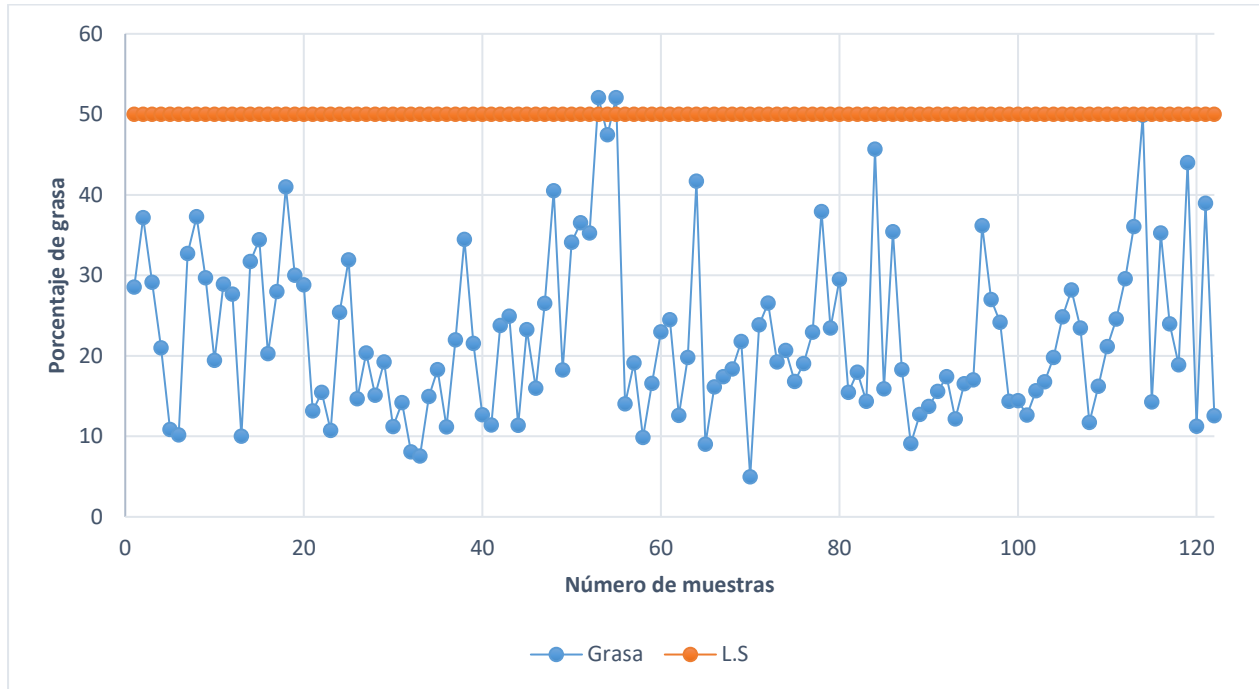


Figura 3.
Resultados porcentaje de humedad para el corte C6700

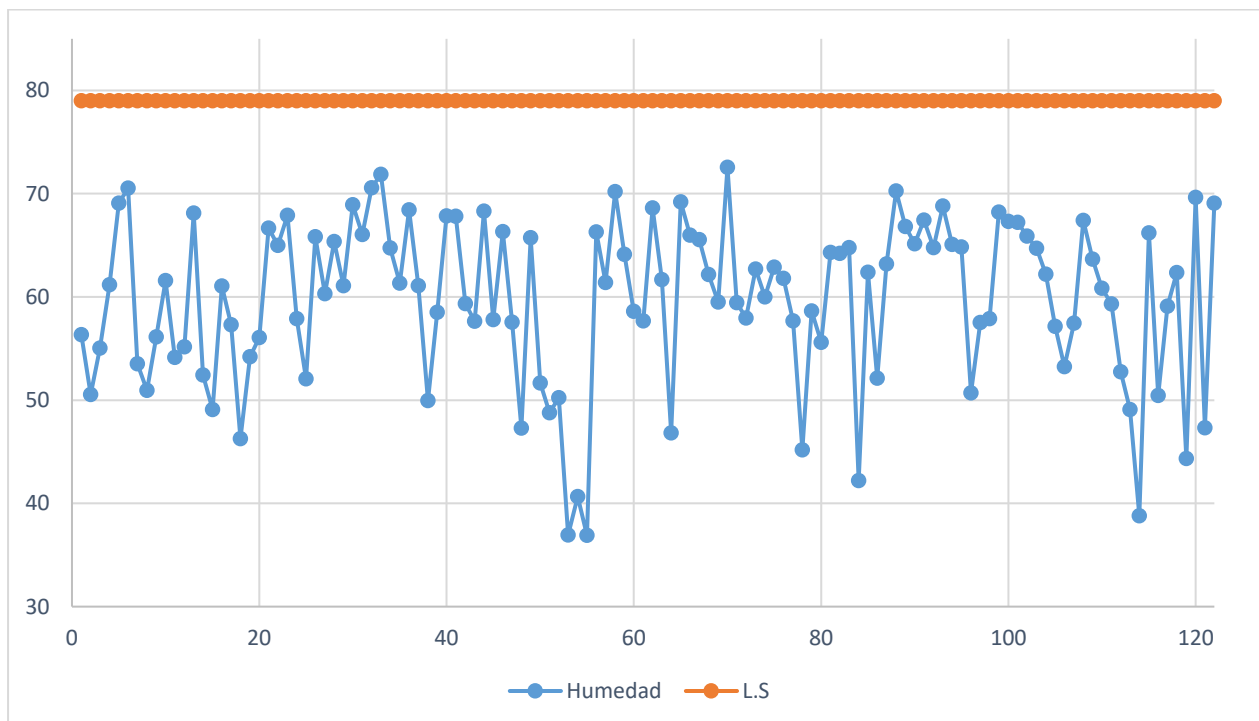
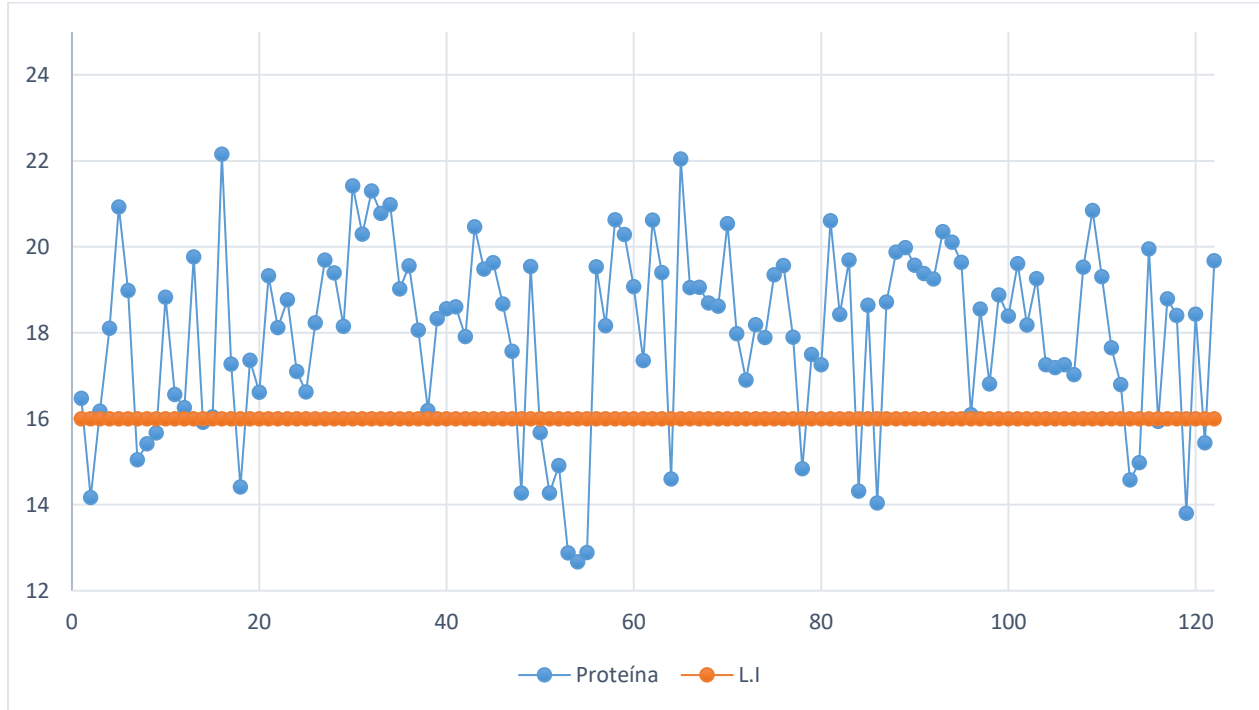


Figura 4.
Resultados porcentaje de proteína para el corte C6700



Cómo resultados al seguimiento tenemos:

- **Grasa:**

De las 122 muestras analizadas sólo se encuentran 2 muestras no conformes con las especificaciones determinadas. Esto corresponde al 1,6% de las muestras y la probabilidad de encontrar un no conforme en un muestreo aleatorio realizado a 10 muestras es del 0,2. Dando pie a que la calidad del producto es mayor a la calidad de aceptación (NAC).

En el caso del corte C6700 con una totalidad de 240 cajas, por la Figura 1 y si se quiere realizar un muestreo simple debemos tomar 32 muestras aleatorias al ser analizadas se aceptarán 7 muestras no conformes, al obtener una octava muestra no conforme se concluye que el lote o el corte es no conforme. Por tal motivo y teniendo en cuenta que se realiza un análisis exhaustivo de 122 muestras el corte C6700 es conforme respecto a la característica de grasa al tener únicamente 2 muestras no conformes. Se concluye así que la calidad del producto es mayor al nivel de aceptación (NAC).

- **Humedad:**

Para el porcentaje de humedad se cuenta con las 122 muestras conformes, por tal motivo el nivel de calidad de la muestra en esta característica es mayor al NAC.

- **Proteína:**

En la característica de proteína es donde se cuenta con mayor cantidad de no conformes siendo estas 22 muestras de los 122 totales. Esto corresponde al 18.03% de las muestras analizadas, en un muestreo realizado a 10 lotes aleatorios la probabilidad de encontrarse con un no conforme es del 2.2, es decir, de 10 muestras al menos 2 podrían ser no conformes.

Ahora, al comparar estos resultados con un muestreo simple en donde tomarías 32 muestras y se acepta 7 no conformes, el corte C6700 es conforme respecto a la característica de proteína, dado a que para 32 muestras es muy probable que 6 de estas sean no conformes y éstas serían aceptadas según lo determinado por la NTC 2859-1 para muestreo simple y nivel de inspección II con nivel de aceptación 0,1%. Finalmente, se concluye que la calidad de la muestra es mayor al NAC.

Ahora, teniendo en cuenta estos resultados y respecto a lo reportado por la base de datos es posible realizar un nuevo método de muestreo que sea aún más reducido que el muestreo simple y con un mismo nivel de significancia.

Se establece realizar un plan de muestreo por inspección especial, para realizar este tipo de muestreo se deben cumplir las siguientes condiciones:

- Pueden realizarse cuando las muestras a tomar son de alto costo o el análisis requerido es de carácter destructivo.
- Se debe usar cuando la calidad del producto sea mayor al nivel de calidad de aceptación (NAC).

Ambas condiciones se cumplen en el caso de muestreo de materia prima cárnica, como ya se demostró la calidad del producto es mayor al NAC y las pruebas a realizar a las materias primas cárnicas son de carácter destructivo dado a que éstas deben ser homogenizadas para poder ser analizadas en el FOODSCAN.

Ahora, las características del método de muestreo por inspección especial frente a el método de muestreo por inspección simple son las siguientes:

- Se cuentan con cuatro métodos de inspección especial: S1, S2, S3, S4. Entre mayor sea el nivel de inspección especial mayor será la cantidad de muestras. Estos niveles de inspección pueden ser elegidos aleatoriamente según la necesidad del estudio. La NTC 2859-1 recomienda usar el método de muestre S2.
- Al ser usados para una menor cantidad de muestras, se incrementa la probabilidad de más riesgos por rechazos aceptados.
- Para este método de inspección la conformidad sólo se dará cuando la cantidad total de muestras a ser analizadas sean conformes, es decir, no hay no conformes aceptados.
- El método de remuestreo para el caso en que se dé un no conforme será la misma inspección especial, para este caso se deberá lotear o muestrear cajas o lotes diferentes. En caso de ser repetitivo en más de tres ocasiones se recomienda realizar muestreo por inspección simple.

Finalmente se define la metodología de muestreo para materia prima cárnica.

4.1.1 Metodología de muestreo para materia prima cárnica

Se construye el plan de muestreo por inspección especial teniendo en cuentas las recomendaciones dadas por la NTC 2859-1 y los resultados obtenidos por los seguimientos realizados a las materias primas.

Consideraciones:

- Se tomará la cantidad total de un corte como único lote, es decir, el muestreo se realizará por tipo de corte y no por lotes de corte. Esto se debe a que en el proceso posterior a liberación de materia prima estos lotes son mezclados para la fabricación de los productos cárnicos.
- Se usará inicialmente un muestre por inspección especial S-2, en caso tal de ser no conforme en más de 2 ocasiones, se pasará al muestreo especial S-3, si en esta ocasión también se da la no conformidad del corte se procederá a realizar un muestreo simple.
- En el momento de realizar el loteo o muestrear las cajas se debe hacer de forma aleatoria.

- Una muestra estará compuesta por un pool de 4 cajas.

Ahora, la metodología de muestreo será:

4.1.1.1. Recepción de materia prima.

Se informará desde el área de producción la procedencia y los cortes que ingresan a la planta y la cantidad de cajas que ingresan a planta. Los caveros responsables de recibir la materia prima serán los encargados de tomar las muestras que serán analizadas en el laboratorio de control calidad.

4.1.1.2. Muestreo.

Se cuenta con la tabla militar para muestreo por inspección especial (Tabla 1) en donde dependiendo de la cantidad de cajas que se tenga por corte se debe tomar cierto número de muestras. El nivel de inspección a usar es el S-2, en dónde hasta 1200 cajas se tomarán únicamente 2 muestras por corte.

Tabla 1.

Tabla militar para muestreo por inspección especial

CANTIDAD DE CAJAS	S-1	S-2	S-3	S-4
2 a 8	2	2	2	2
9 a 15	2	2	2	2
16 a 25	2	2	2	2
26 a 50	2	2	2	2
51 a 90	2	2	2	2
91 a 150	2	2	2	3
151 a 280	2	2	3	5
281 a 500	2	2	3	5
501 a 1200	2	2	5	8
1201 a 3200	2	3	5	13
3201 a 10000	2	3	8	13
10001 a 35000	2	3	8	20

35001 a 150000	3	5	13	32
150001 a 500000	3	5	13	32
Más de 500000	3	5	20	50

4.1.1.3. Tamaño de muestra y muestreo.

El tamaño será de alrededor de 100g, porción similar al tamaño de la mano (Figura 5). Para una muestra se deben lotear 4 diferentes cajas aleatoriamente, por lo cual para las 2 muestras necesarias hasta la cantidad de 1200 cajas siempre se lotearán 8 cajas.

La forma de loteo de las cajas será la siguiente:

- Porción 1: Corresponde a tomar los 100g de la parte superior izquierda.
- Porción 2: Corresponde a tomar los 100g de la parte superior derecha.
- Porción 3: Corresponde a tomar los 100g de la parte inferior izquierda.
- Porción 4: Corresponde a tomar los 100g de la parte inferior derecha.

Figura 5.

Relación de la porción de muestreo de 100g



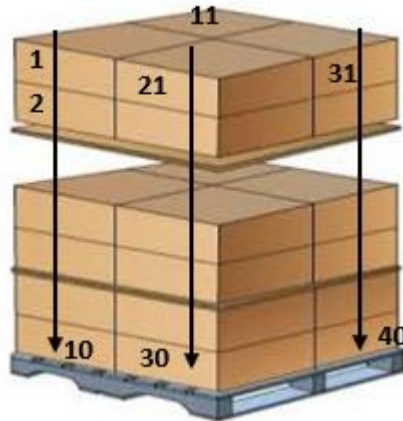
4.1.1.4. Aleatoriedad de las cajas a muestrear.

Las cajas serán enumeradas según el arreglo por estiva, se comenzará contando por la parte trasera izquierda de arriba hacia abajo y se continuará en la parte trasera derecha, continua en la delantera izquierda y finaliza en la delantera derecha. Sabemos que por estiva se cuentan con un máximo de 10 cajas, por lo cual al ser aleatorio no será necesario contabilizarlas en su totalidad,

sino contar el número de estivas. Los números de las cajas a muestrear serán proporcionados desde el área de producción.

Figura 6.

Numeración de las cajas por corte ubicadas en estivas.



4.1.1.5. Análisis fisicoquímico.

Finalmente, los caveros después de tomar las muestras, las entregarán a los auxiliares de fisicoquímica los cuales realizarán el análisis por separado, es decir, cada muestra será homogenizada individualmente y será leída en el FOODSCAN individualmente con un mismo código. Ambas muestras deben ser conformes para su posterior liberación.

4.2. Validación metodología de análisis tradicional por procedimiento Kjeldahl.

Después de realizar el estudio de las bases de datos para los 37 productos producidos en la planta de derivados cárnicos, se determina no realizar estudios para los productos de temporada y los productos ocasionales, finalmente se cuentan con 26 productos de los cuales se realiza un comparativo en términos de proteína y grasa para determinar un rango de bajo, medio y alto niveles, esto sin tener en cuenta los límites interpuestos por la cooperativa para los productos.

Figura 7.
Promedio de proteína para los productos

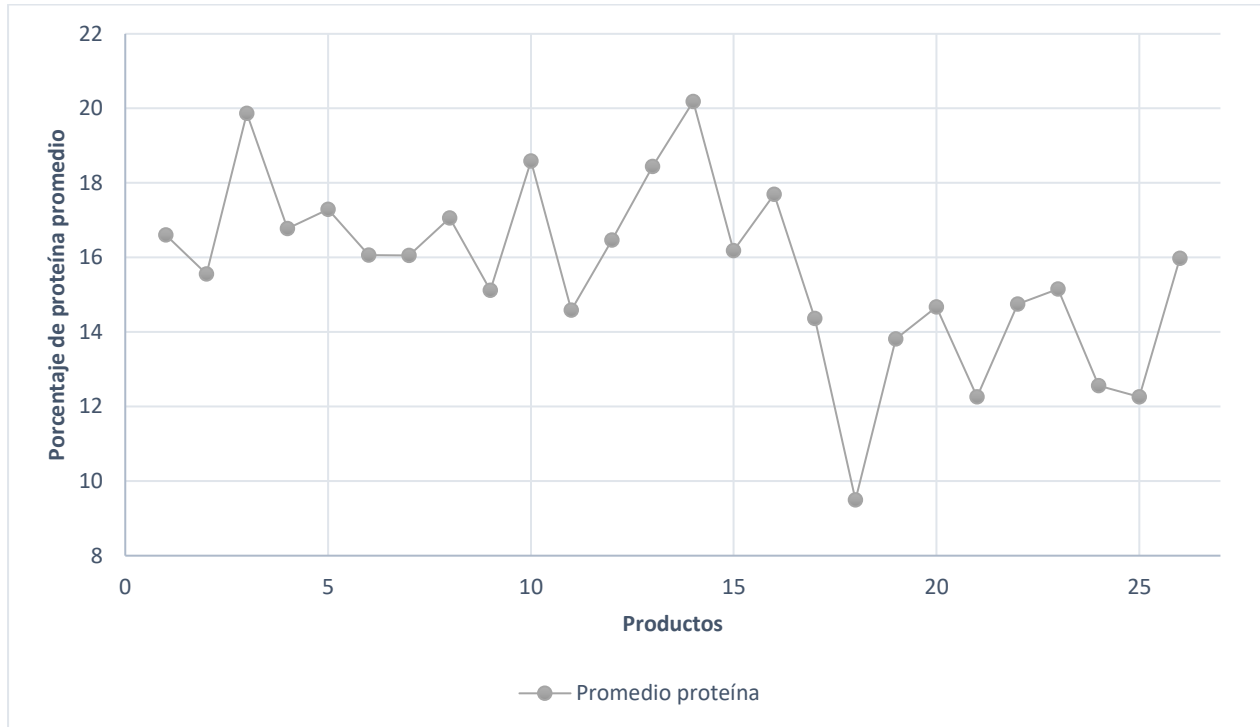
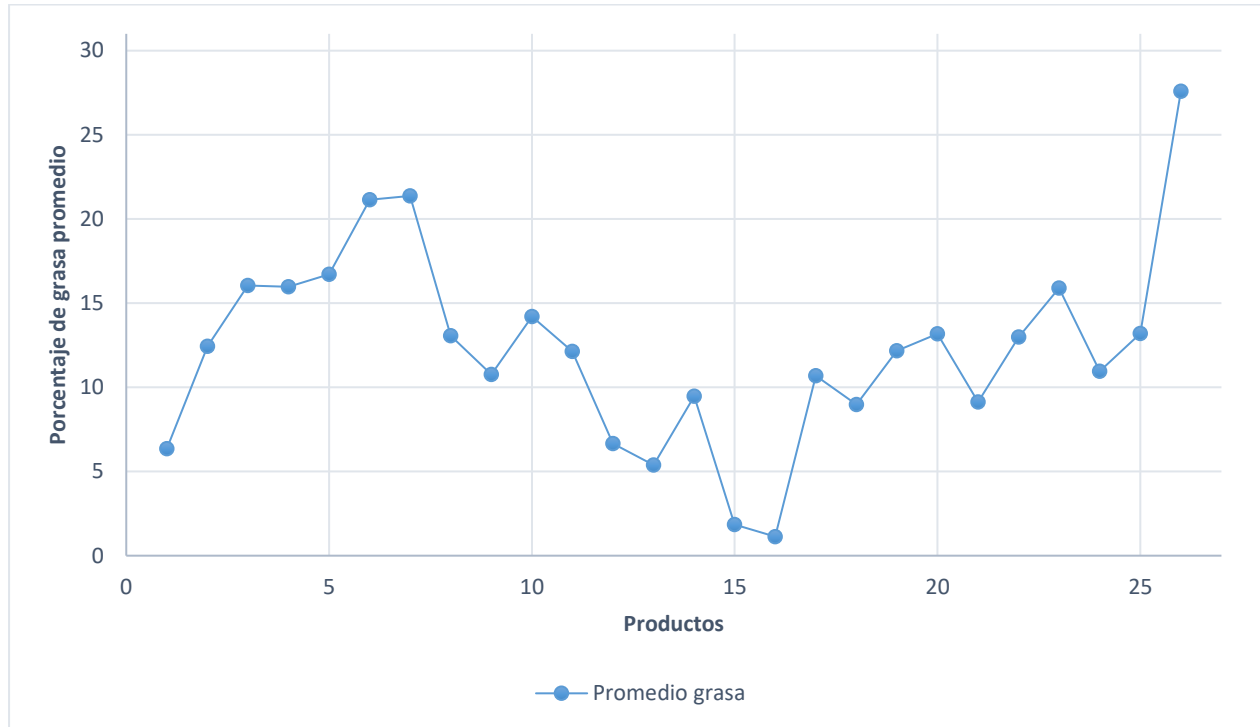


Figura 8.
Promedio de grasa para los productos



A partir de la Figura 7 y 8 se determinan los rangos de proteína y grasa. Estos rangos son los siguientes:

- Proteína:
 - Bajo: Entre 5 y 12
 - Medio: Entre 12 y 16
 - Alto: Superior a 16
- Grasa:
 - Bajo: Entre 0 y 10
 - Medio: Entre 10 y 20
 - Alto: Superior a 20

Teniendo en cuenta estos rangos y los límites interpuestos por la cooperativa para sus productos se eligen 3 productos a los cuales se les realizarán las pruebas de validación para el método de determinación de proteína. Estos productos son codificados de la siguiente manera:

Tabla 2.

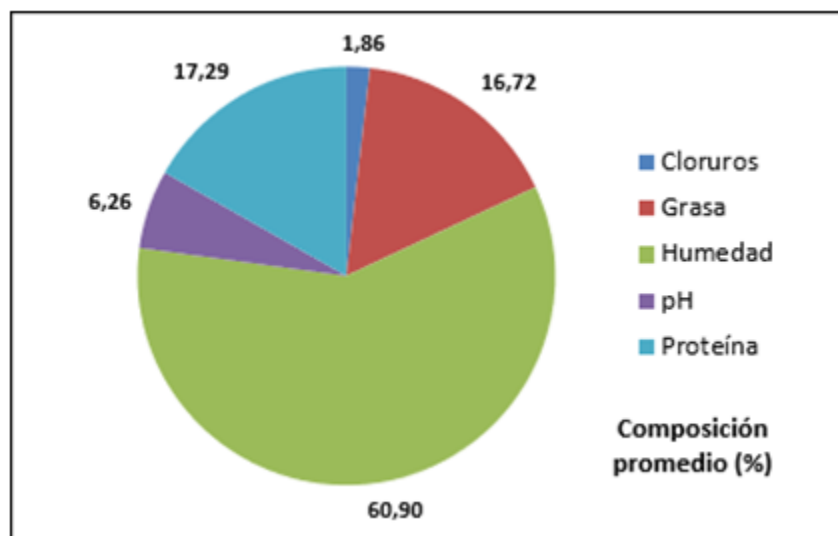
Codificación de los productos derivados cárnicos a realizar análisis

Producto	%Proteína		%Grasa	
P.001	17,29	Alto	16,72	Medio
P.002	12,26	Medio	10,96	Medio
P.003	16,19	Alto	1,85	Bajo

Los análisis composicionales para estos productos se realizaron a partir de los datos obtenidos en todo el año del 2021.

Figura 9.

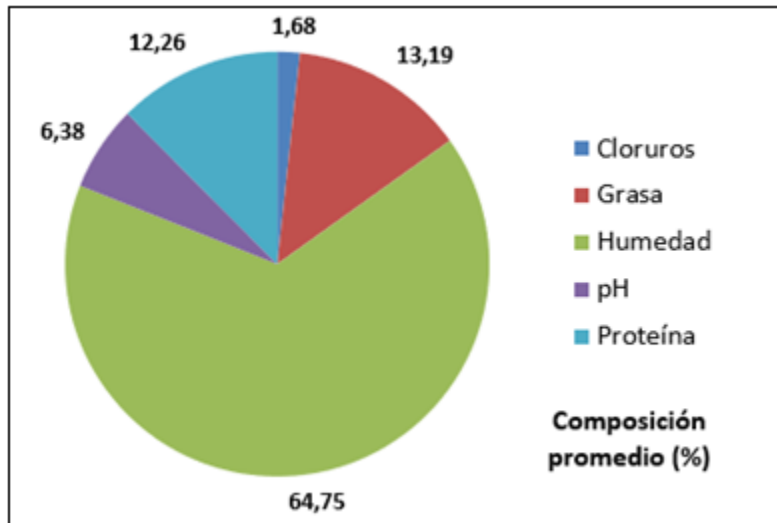
Composición promedio para el producto P.001



Para el producto P.001 los límites internos dados por la cooperativa para proteína es mínimo 14 y para grasa es máximo 40.

Figura 10.

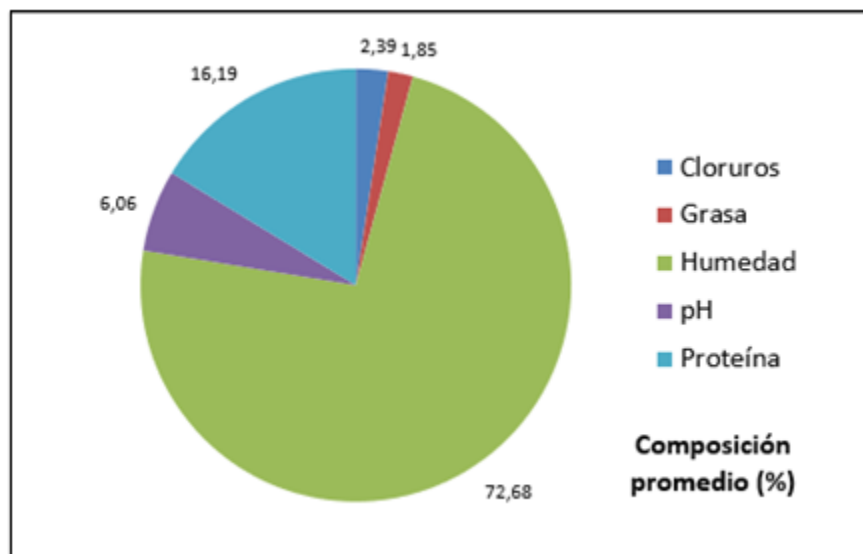
Composición promedio para el producto P.002



Para el producto P.002 los límites internos dados por la cooperativa para proteína es mínimo 10 y para grasa máximo 28.

Figura 11.

Composición promedio para el producto P.003



Para el producto P.003 los límites internos dados por la cooperativa para proteína es mínimo 12 y para grasa máximo 10.

Se realizaron 6 experimentaciones para cada uno de los productos con cantidades de ácido de 15,12 y 10 ml. El proceso experimental es el mismo y son realizados por un mismo analista con el fin de evitar incertidumbres en las mediciones.

4.2.1 Producto P.001

Para este producto se tiene un promedio mínimo en proteína 15,31 y máximo de 19,97 estos datos obtenidos por lo reportado en las bases de datos del año 2021. Al realizar las experimentaciones se buscan valores conformes para proteína. Los resultados obtenidos de las pruebas experimentales son los siguientes:

Tabla 3.

Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto P.001 con 15 ml de ácido sulfúrico

EXPERIMENTO	PRODUCTO	LOTE	PROTEÍNA	Diff Duplicado	PH
1	P.001	0182024211	16,954	0,296	4,55
2	P.001	0182024211	16,658		4,5
3	P.001	0352021211	16,100	0,529	4,5
4	P.001	0352021211	16,629		4,52
5	P.001	0592021211	17,329	0,175	4,56
6	P.001	0592021211	17,155		4,53
Desviación estándar			0,440		
Desviación estándar relativa			2,620		

Tabla 4.

Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto P.001 con 12 ml de ácido sulfúrico

EXPERIMENTO	PRODUCTO	LOTE	PROTEÍNA	Diff Duplicado	PH
1	P.001	0182024211	16,872	0,224	4,54
2	P.001	0182024211	17,096		4,56
3	P.001	0352021211	16,801	0,102	4,54
4	P.001	0352021211	16,699		4,52
5	P.001	0592021211	16,397	0,064	4,5
6	P.001	0592021211	16,461		4,52
Desviación estándar			0,262		
Desviación estándar relativa			1,565		

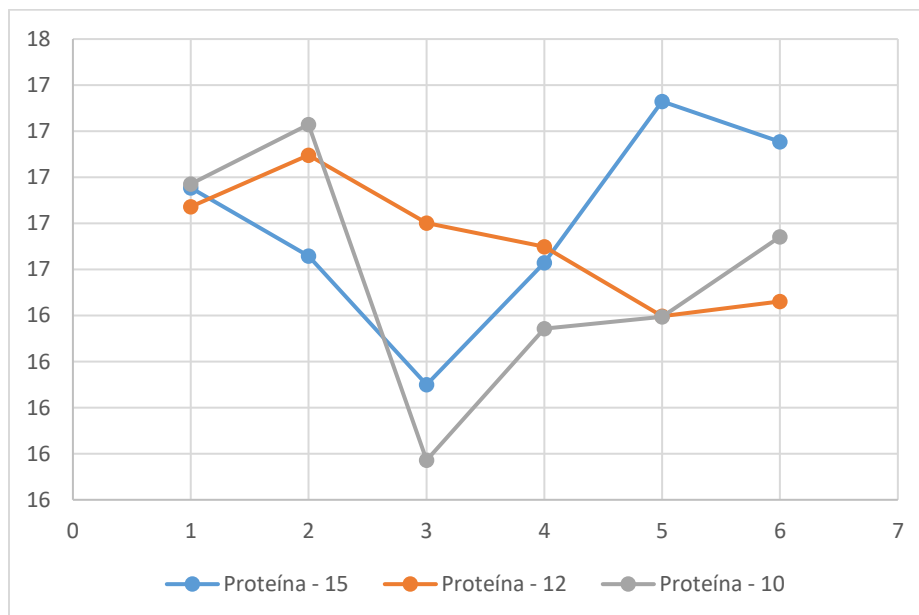
Tabla 5.

Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto P.001 con 10 ml de ácido sulfúrico

EXPERIMENTO	PRODUCTO	LOTE	PROTEÍNA	Diff Duplicado	PH
1	P.001	0182024211	16,971	0,258	4,5
2	P.001	0182024211	17,229		4,56
3	P.001	0352021211	15,772	0,572	4,55
4	P.001	0352021211	16,344		4,5
5	P.001	0592021211	16,394	0,348	4,52
6	P.001	0592021211	16,742		4,49
Desviación estándar			0,519		
Desviación estándar relativa			3,128		

Figura 12.

Tendencias en proteína para las experimentaciones en el producto P.001



A partir de los resultados se determina que tanto la variación de ácido en 15 ml cómo la de 10 ml es posible realizarse en este producto, contando con una mejor tendencia y menor desviación estándar relativa (RSD) en el proceso realizado con 15ml.

4.2.2 Producto P.002

Para este producto se tiene un promedio mínimo en proteína 11,14 y máximo de 16,74 estos datos obtenidos por lo reportado en las bases de datos del año 2021. Los resultados obtenidos de las pruebas experimentales son los siguientes:

Tabla 6.

Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto P.002 con 15 ml de ácido sulfúrico

EXPERIMENTO	PRODUCTO	LOTE	PROTEÍNA	Diff Duplicado	PH
1	P.002	0282025311	13,147	0,132	4,5
2	P.002	0282025311	13,278		4,5
3	P.002	0392025311	13,350	0,032	4,52
4	P.002	0392025311	13,318		4,5
5	P.002	0562015311	13,926	0,123	4,53
6	P.002	0562015311	14,050		4,51
Desviación estándar			0,378		
Desviación estándar relativa			2,795		

Tabla 7.

Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto P.002 con 12 ml de ácido sulfúrico

EXPERIMENTO	PRODUCTO	LOTE	PROTEÍNA	Diff Duplicado	PH
1	P.002	0282025311	13,563	0,015	4,53
2	P.002	0282025311	13,579		4,5
3	P.002	0392025311	13,422	0,027	4,55
4	P.002	0392025311	13,395		4,54
5	P.002	0562015311	13,879	0,005	4,53
6	P.002	0562015311	13,874		4,48
Desviación estándar			0,213		
Desviación estándar relativa			1,562		

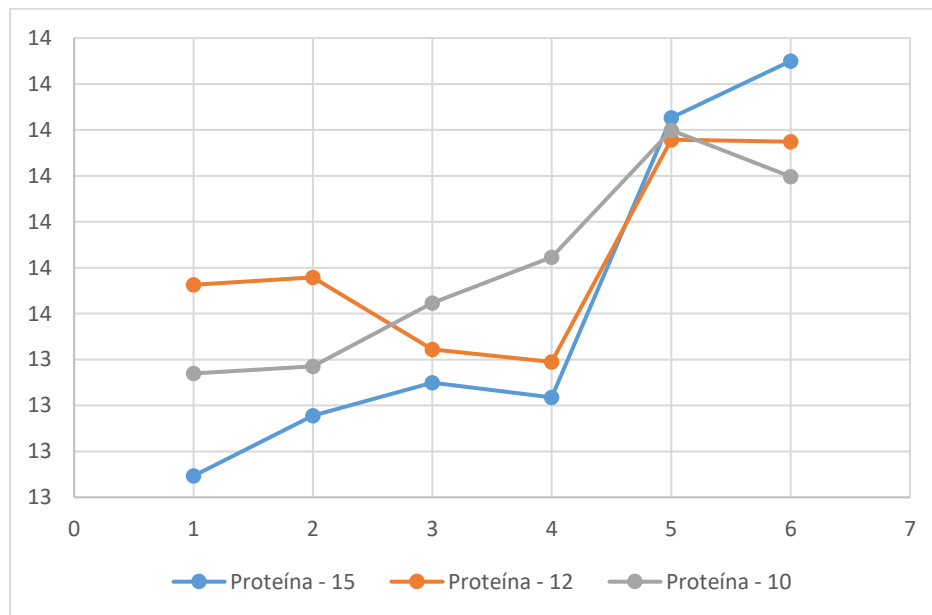
Tabla 8.

Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto P.002 con 10 ml de ácido sulfúrico

EXPERIMENTO	PRODUCTO	LOTE	PROTEÍNA	Diff Duplicado	PH
1	P.002	0282025311	13,370	0,016	4,510
2	P.002	0282025311	13,386		4,500
3	P.002	0392025311	13,523	0,100	4,530
4	P.002	0392025311	13,623		4,490
5	P.002	0562015311	13,899	0,101	4,510
6	P.002	0562015311	13,798		4,500
Desviación estándar			0,216		
Desviación estándar relativa			1,592		

Figura 13.

Tendencias en proteína para las experimentaciones en el producto P.001



Para este producto también se obtienen valores conformes en las experimentaciones realizadas. La RSD siguen siendo mejor en la experimentación con 12ml, pero se obtiene una mejor tendencia en las experimentaciones con 10 ml.

4.2.3 Producto P.003

Para este producto se tiene un promedio mínimo en proteína 14,61 y máximo de 18,95 estos datos obtenidos por lo reportado en las bases de datos del año 2021. Los resultados obtenidos de las pruebas experimentales son los siguientes:

Tabla 9.

Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto P.003 con 15 ml de ácido sulfúrico

EXPERIMENTO	PRODUCTO	LOTE	PROTEÍNA	Diff Duplicado	PH
1	P.003	0262012211	14,691	0,295	4,51
2	P.003	0262012211	14,396		4,51
3	P.003	0372014411	12,977	0,371	4,54
4	P.003	0372014411	12,606		4,54
5	P.003	0582012211	14,069	0,056	4,5
6	P.003	0582012211	14,125		4,55
Desviación estándar			0,828		
Desviación estándar relativa			5,998		

Tabla 10.

Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto P.003 con 12 ml de ácido sulfúrico

EXPERIMENTO	PRODUCTO	LOTE	PROTEÍNA	Diff Duplicado	PH
1	P.003	0262012211	14,554	0,134	4,53
2	P.003	0262012211	14,688		4,52
3	P.003	0372014411	13,388	0,026	4,51
4	P.003	0372014411	13,363		4,52
5	P.003	0582012211	14,056	0,172	4,49
6	P.003	0582012211	13,884		4,51
Desviación estándar			0,562		
Desviación estándar relativa			4,015		

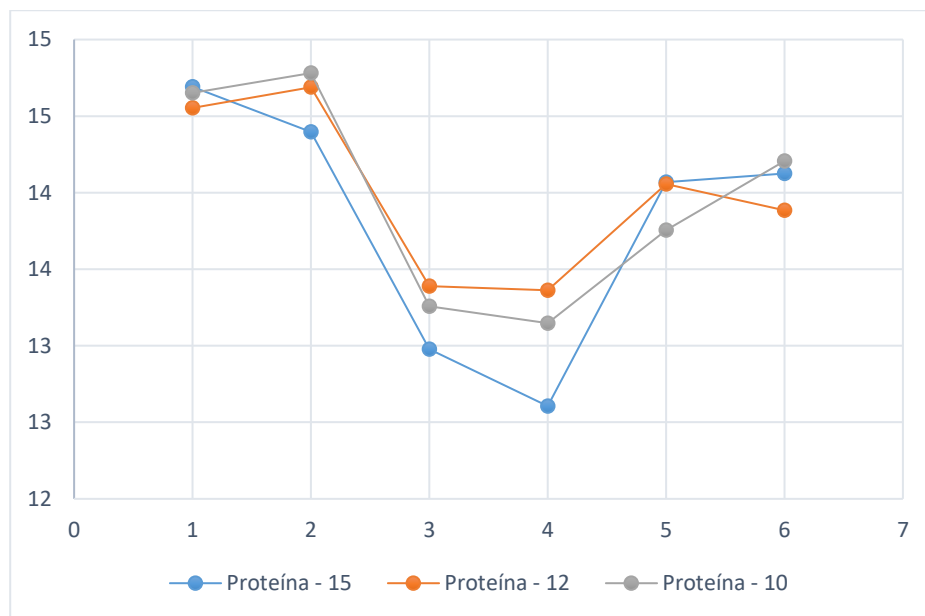
Tabla 11.

Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto P.003 con 10 ml de ácido sulfúrico

EXPERIMENTO	PRODUCTO	LOTE	PROTEÍNA	Diff Duplicado	PH
1	P.003	0262012211	14,652	0,129	4,510
2	P.003	0262012211	14,781		4,500
3	P.003	0372014411	13,257	0,109	4,510
4	P.003	0372014411	13,148		4,530
5	P.003	0582012211	13,756	0,451	4,510
6	P.003	0582012211	14,207		4,510
Desviación estándar			0,694		
Desviación estándar relativa			4,970		

Figura 14.

Tendencias en proteína para las experimentaciones en el producto P.001



Para este producto las tendencias en las gráficas son muy similares entre sí, también es factible realizar la experimentación con ambas reducciones de ácido sulfúrico. La RSD es menor en las experimentaciones con 12ml.

4.3. Validación del procedimiento y metodología experimental Kjeldahl.

Para la validación del método se eligen 2 productos los cuales son de alta complejidad experimental debido a sus características de producción. Estos productos se codifican de la siguiente manera:

Tabla 12.

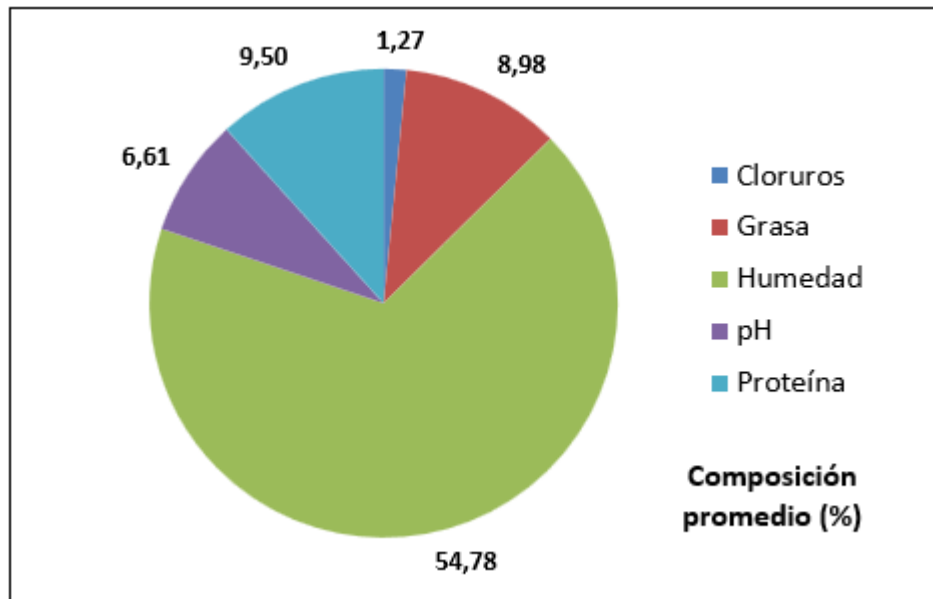
Codificación de los productos a estudiar para la validación del Proceso Kjeldahl

Producto	%Proteína		%Grasa	
	Valor	Categoría	Valor	Categoría
PV.001	9,50	Bajo	8,98	Bajo
PV.002	15,98	Medio	27,59	Alto

Las composiciones de los productos también se obtienen según los datos obtenidos del año 2021.

Figura 15.

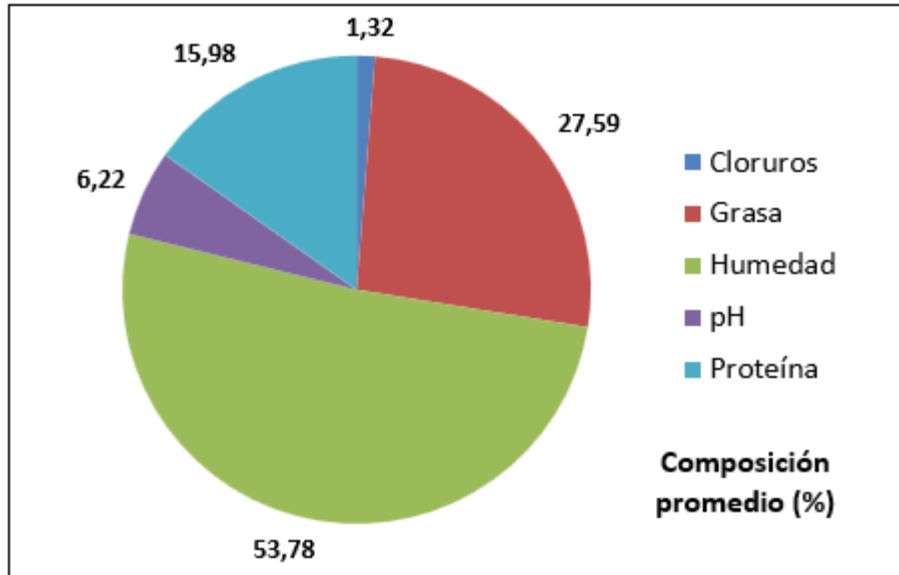
Composición promedio para el producto PV.001



Los límites establecidos para este producto por la cooperativa en proteína es de mínimo 5 y en grasa máximo 28.

Figura 16.

Composición promedio para el producto PV.002



Los límites establecidos para este producto por la cooperativa en proteína es de mínimo 12 y en grasa máximo 40.

La verificación del proceso se realiza de la misma forma que las experimentaciones iniciales, únicamente se realizan con las variaciones de ácido sulfúrico. Se busca que ambos productos sean conformes y tener la menor RSD.

4.3.1. Producto PV.001

Este producto al tener un límite tan bajo de proteína no se espera que se tenga problemas respecto a su determinación, pero debido a que el material orgánico predominante en su composición no es grasa se busca verificar si la disminución en la cantidad de ácido puede disolver este material. Es de anotar que este producto ha presentado problemas en sus altas variaciones de proteína teniendo como valor mínimo en el año 2021 5.3 y un valor máximo de 20.22.

Tabla 13.

Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto PV.001 con 10 ml de ácido sulfúrico

EXPERIMENTO	PRODUCTO	LOTE	PROTEÍNA	PH
1	PV.001	0732026411	13,175	4,50
2	PV.001	0732026411	13,416	4,54
3	PV.001	0732026411	14,135	4,56
4	PV.001	0732026411	14,196	4,48
5	PV.001	0732026411	14,340	4,55
Desviación estándar			0,521	
Desviación estándar relativa			3,762	

Tabla 14.

Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto PV.001 con 12 ml de ácido sulfúrico

EXPERIMENTO	PRODUCTO	LOTE	PROTEÍNA	PH
1	PV.001	0732026411	14,297	4,54
2	PV.001	0732026411	14,493	4,55
3	PV.001	0732026411	14,576	4,49
4	PV.001	0732026411	14,980	4,55
5	PV.001	0732026411	15,533	4,51
Desviación estándar			0,491	
Desviación estándar relativa			3,323	

4.3.2. Producto PV.002

Este producto contiene la mayor cantidad de grasa de todos los productos. Se busca verificar si la disminución en ácido puede disolver altas cantidades de grasa. Como valor máximo en cantidad de grasa para el 2021 se tiene 51,11 valor por encima de los límites internos de la cooperativa.

Tabla 15.

Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto PV.002 con 10 ml de ácido sulfúrico

EXPERIMENTO	PRODUCTO	LOTE	PROTEÍNA	PH
1	PV.002	0742012111	4,565	4,55
2	PV.002	0742012111	2,654	4,58
3	PV.002	0742012111	6,244	4,55
4	PV.002	0742012111	1,251	4,43
5	PV.002	0742012111	4,313	4,49
Desviación estándar			1,913	
Desviación estándar relativa			50,265	

Tabla 16.

Resultados procedimiento Kjeldahl para el producto PV.002 con 12 ml de ácido sulfúrico

EXPERIMENTO	PRODUCTO	LOTE	PROTEÍNA	PH
1	PV.002	0742012111	15,933	4,48
2	PV.002	0742012111	17,300	4,54
3	PV.002	0742012111	15,842	4,53
4	PV.002	0742012111	17,103	4,52
5	PV.002	0742012111	16,194	4,50
Desviación estándar			0,680	
Desviación estándar relativa			4,126	

Cómo se puede evidenciar en los resultados obtenidos para las experimentaciones realizadas con 10ml de ácido sulfúrico los valores de proteína se encuentran muy por debajo de los límites inferiores de la cooperativa (12). Además de esto el RSD es el más alto obtenido para cualquiera de los productos, motivo por el cual se determina que las experimentaciones de 10 ml no son adecuadas para el procedimiento realizado en el laboratorio de fisicoquímica de la planta de derivados cárnicos, pues se busca una metodología determinada para la cantidad total de productos.

4.3.3. Verificación material de referencia.

Cómo material de referencia se cuenta con “*Carne de diablo*”, esta carne enlatada es proporcionada por el laboratorio MolLabs y es usada para las verificaciones y calificaciones de métodos experimentales y analistas. Se realiza la prueba por duplicado debido a la cantidad de muestra que trae cada lata.

El proceso experimental es exactamente el mismo y se realiza únicamente para las variaciones de volumen. La ficha técnica del producto nos indica que la cantidad de proteína que está posee es de $1,867 \pm 0,024$ gramos de nitrógeno/100g de muestra, esto al efectuar la conversión al porcentaje de proteína corresponde a 11.67 en 1 gramo de muestra.

Tabla 17.

Resultados procedimiento Kjeldahl para verificación con material de referencia

EXPERIMENTO	PRODUCTO	CANTIDAD DE ÁCIDO	PROTEÍNA	P.ref	Diff	R (%)	pH
1	C.D	12	11,330	11,67	0,340	97,08	4,52
2	C.D	12	11,454	11,67	0,216	98,15	4,52
Desviación estándar			0,088				
Desviación estándar relativa			0,772				
3	C.D	10	11,66	11,67	0,012	99,90	4,54
4	C.D	10	7,58	11,67	4,090	64,95	4,53
Desviación estándar			2,884				
Desviación estándar relativa			29,980				

En este método de verificación se corrobora el uso de 12ml de ácido sulfúrico para el procedimiento experimental dado a que los valores con 10ml cuentan con una desviación estándar muy alta y además se encuentran por fuera de los parámetros determinados por el material de referencia. El porcentaje de recuperación de proteína es adecuado en el método con 12ml.

4.4. Metodología de experimentación para la determinación de proteína por medio del procedimiento Kjeldahl.

Acorde con los resultados obtenidos en la experimentación y en las validaciones realizadas para el procedimiento Kjeldahl se concluye realizar una disminución en la cantidad de ácido a 12ml tal y como se recomienda en la AOAC 2001.11. La metodología experimental para el proceso será la siguiente:

4.4.1. Preparación de la muestra

La muestra para analizar debe ser homogenizada por un tiempo entre 45 segundos a 1 minuto. El peso de la muestra será de 1 +/- .0010 este se tomará en un papel filtro pequeño y se depositará en los tubos digestores.

4.4.2. Digestión

A la muestra ubicada en los tubos se le adicionarán 2 tables de catalizador Kjeltec y 12 ml de ácido sulfúrico al 96%. El digestor tendrá entre 15-20 minutos de precalentamiento en la rampla #6.

Después del precalentamiento se ubicarán las muestras en el digestor. En la primera rampla de temperatura #6 el tiempo de calentamiento será de alrededor de 50 minutos, en la segunda rampla #8 el tiempo de calentamiento será de alrededor de 50 minutos y en la rampla final de temperatura #10 el tiempo será de 1 hora.

4.4.3. Destilación

Posterior a la digestión las muestras deberán dejarse enfriar alrededor de 15 minutos y se debe realizar inmediatamente la destilación en el destilador KjelFlex K-360 y con el programa "Nitrógeno". El destilado se recogerá en erlenmeyers de 250 ml los cuales deben contener 15 gotas de indicador mixto tashiro. Se debe verificar el estado del agua, ácido bórico y del hidróxido de sodio.

4.4.4. Titulación

La titulación se realizará inmediatamente al terminar la destilación. Se titulará con ácido clorhídrico de concentración 0.1 molar. Se usará la probeta electrónica de exactitud y se titulará hasta una coloración rojiza de la muestra en la cual se pH debe estar entre 4.45 y 4.6.

Figura 17.

Esquema montaje experimental de determinación de proteína por procedimiento Kjeldahl



4.5. Validación del procedimiento de Kjeldahl en insumos cárnicos.

Para la validación de los insumos se toman los insumos con los valores bajos y altos en proteína más usados en la cooperativa. Estos son:

Tabla 18.

Insumos para verificación del procedimiento.

Producto	%Proteína
Supergel	Bajo
Proteína GP5P PLUS	Alto

Los valores bajos de proteína comprenden porcentajes entre 0-25% y los altos valores superiores a 50%. El procedimiento experimental y las ecuaciones que se deben usar son las mismas, la diferencia respecto al procedimiento realizado para derivados cárnicos consiste en la cantidad de muestra que en este caso será de 0.1 gramos. Se realizan 4 experimentaciones dado que para estos productos no se han obtenido complicaciones en el proceso.

La validación de este proceso será respecto a los valores reportados en las fichas técnicas de los insumos.

4.5.1. Supergel

Para este insumo cárnico el proveedor reporta un porcentaje de proteína de mínimo 11% en términos de base húmeda.

Tabla 19.

Resultados obtenidos para experimentación con 12 ml de ácido sulfúrico en insumos Supergel

EXPERIMENTO	PRODUCTO	LOTE	PROTEÍNA	P.ref	Diff	R (%)	pH
1	SUPERGEL	180407	12,184	11	1,184	110,8	4,50
2	SUPERGEL	180407	11,926	11	0,926	108,4	4,46
3	SUPERGEL	180407	12,186	11	1,186	110,8	4,49
4	SUPERGEL	180407	11,855	11	0,855	107,8	4,56
Desviación estándar			0,172				
Desviación estándar relativa			1,432				

Tabla 20.

Resultados obtenidos para experimentación con 10 ml de ácido sulfúrico en insumos Supergel

EXPERIMENTO	PRODUCTO	LOTE	PROTEÍNA	P.ref	Diff	R (%)	PH
1	SUPERGEL	180407	12,423	11	1,423	112,9	4,50
2	SUPERGEL	180407	12,605	11	1,605	114,6	4,46
3	SUPERGEL	180407	12,545	11	1,545	114,0	4,49
4	SUPERGEL	180407	12,641	11	1,641	114,9	4,56
Desviación estándar			0,095				
Desviación estándar relativa			0,760				

4.5.2. Proteína GP5P PLUS

Para esta proteína se reporta un valor de mínimo 85% en base seca. La humedad para el lote analizado es de 3,75.

Tabla 21

Resultados obtenidos para experimentación con 10 ml de ácido sulfúrico en insumos Proteína animal GP5P PLUS

EXPERIMENTO	PRODUCTO	LOTE	P.BH	P.BS	P.ref	Diff	R (%)	pH
1	PROTEINA ANIMAL GP5P PLUS	P2022065-01	85,99	89,35	85	4,345	105,1	4,56
2	PROTEINA ANIMAL GP5P PLUS	P2022065-01	85,70	89,04	85	4,037	104,7	4,53
3	PROTEINA ANIMAL GP5P PLUS	P2022065-01	86,29	89,66	85	4,657	105,5	4,5
4	PROTEINA ANIMAL GP5P PLUS	P2022065-01	85,90	89,25	85	4,251	105,0	4,49
Desviación estándar			0,248	0,257				
Desviación estándar relativa			0,288	0,288				

Tabla 22.

Resultados obtenidos para experimentación con 12 ml de ácido sulfúrico en insumos Proteína animal GP5P PLUS

EXPERIMENTO	PRODUCTO	LOTE	P.BH	P.BS	P.ref	Diff	R (%)	pH
1	PROTEINA ANIMAL GP5P PLUS	P2022065-01	85,51	88,84	85	3,842	104,5	4,49
2	PROTEINA ANIMAL GP5P PLUS	P2022065-01	85,44	88,77	85	3,766	104,4	4,55
3	PROTEINA ANIMAL GP5P PLUS	P2022065-01	84,94	88,25	85	3,253	103,8	4,54
4	PROTEINA ANIMAL GP5P PLUS	P2022065-01	86,02	89,37	85	4,370	105,1	4,48
Desviación estándar			0,440	0,457				
Desviación estándar relativa			0,515	0,515				

Finalmente, por las verificaciones realizadas a los insumos cárnicos se concluye que es posible trabajar con 10ml de ácido sulfúrico en este tipo de materiales.

Nota: La metodología experimental para los insumos cárnicos será exactamente igual que la metodología experimental para los productos derivados cárnicos, las únicas variaciones que se tendrán en el método es el tamaño de muestra que en insumos es de $0,1 \pm 0,05$ gramos y la cantidad de ácido que por validación en insumos será de 10ml.

5 Conclusiones

- A partir de los análisis y las experimentaciones realizadas, se determina la posibilidad de la reducción de ácido sulfúrico tanto en las muestras de derivados cárnicos como en las muestras de insumos cárnicos. Esta reducción nos provee datos confiables y conformes, pues se encuentran dentro de los requerimientos internos de la cooperativa.
- Se logró comprobar que el método tradicional de determinación de proteína usado en el laboratorio se estaba realizando de una forma adecuada y que los problemas asociados a inconformidades en la realización de la experimentación correspondían a errores del experimentador que hubiese realizado dichos análisis y no problemas relacionados con la calidad del producto y/o con el proceso determinado.
- Teniendo en cuenta que el método de muestreo con el cual se venía trabajando, aunque no era acorde a lo establecido y/o recomendado en la NTC, es muy similar al método propuesto, el cual permite una agilidad, manteniendo una alta significancia, en los análisis de grandes cantidades de muestra lo cual era lo requerido en la cooperativa debido a las altas cantidades de materia prima que ingresan por día.
- No fue posible desarrollar metodologías de trabajo y de control de proceso en el área de pesaje de insumos debido a diferentes cambios estructurales en esta área. Aunque se desarrollaron alternativas de control, seguimiento y propuestas de mejora, estas no pudieron llevarse a cabo y se dejan como alternativas para usar en el tiempo debido.

6 Recomendaciones

Se recomienda seguir con la metodología propuesta para obtener resultados confiables y conformes, el procedimiento establecido se ha diseñado explícitamente para las funciones de análisis fisicoquímicos del laboratorio de la planta de derivados cárnicos de Colanta. No se recomienda usar la reducción de ácido sulfúrico para materia prima cruda.

Se recomienda para futuras validaciones y con el fin de obtener una metodología más estricta y sencilla realizar experimentaciones teniendo en cuenta las variaciones en:

- **Tiempo de digestión:** Se pueden reducir los tiempos de digestión haciendo el proceso más corto. Teniendo en cuenta que la norma AOAC declara que la digestión se suspende cuando la muestra cuente con un color amarillo parejo y al dejar enfriar debe quedar en un color azul. Por tal motivo es posible que menores tiempos de digestión nos permitan llegar a estas mismas condiciones. Esta recomendación es principalmente para los insumos cárnicos dado a que estos no poseen gran matriz grasa, por lo cual no es necesario tanto tiempo de digestión. Verificar si es posible realizarse con dos rampas de temperaturas o con tiempos de 30 minutos en las tres rampas de la metodología actual.
- **Reducción en la cantidad de catalizador:** Se recomienda realizar la verificación en reducción de catalizador dado a que se encontró en la literatura que lo recomendado para el método es 1 gramo de catalizador por cada 2 ml de ácido. Establecer los pesos de las tabletas y si es posible realizar experimentación pulverizando y tener un peso de 6 gramos para los 12 ml de ácido sulfúrico.
- **Verificación del NaOH y H₃BO₃:** Se recomienda estudiar métodos de verificación para las concentraciones del ácido bórico y del hidróxido de sodio dado a que con estos se realiza la destilación y se recoge el nitrógeno condensado, por lo cual es de gran importancia que estos tengan las concentraciones adecuadas dadas en la norma AOAC.

Referencias Bibliográficas

- ¿Qué son los derivados cárnicos? Todo lo que debe saber sobre la butifarra, el lacón o el lomo adobado. (n.d.). Retrieved December 10, 2021, from <https://www.economista.es/economia/noticias/6935416/08/15/Que-son-los-derivados-carnicos-Todo-lo-que-debe-saber-sobre-la-butifarra-el-lacon-o-el-lomo-abodado.html>
- Cuadrado Sánchez, G., Morocho Macas, Á. A., Calle Masache, O., & Bonilla Vintimilla, S. M. (2017). Los aminoácidos en el cuerpo humano. *Recimundo*, 1(5), 254–270. <https://doi.org/10.26820/recimundo/1.5.2017.254-270>
- FOSS. (2001). *Application Sub Note FOSS*. 2001–2003.
- FOSS. (2008). Determination of Nitrogen in meat and Meat Products According to AOAC 981.10 Using Kjeltex 8000 Series. *Reproduction*, 06(805), 2–3. www.hach.com/asset-get.download.jsa?id=7639984736?
- J.S.H. (1935). Association of official agricultural chemists. *Journal of the Franklin Institute*, 219(2), 236. [https://doi.org/10.1016/s0016-0032\(35\)91522-8](https://doi.org/10.1016/s0016-0032(35)91522-8)
- Ministerio de la Protección Social. (2007). Decreto 1500 De 2007. *Control*, 2007(Mayo 9), 1–41.
- Ministerio de salud y protección. (2013). *Resolución 2674 de 2013*. 2013(Julio 22), 1–10.
- Nacleiro, F. (2006). Utilización de las Proteínas y Aminoácidos como Suplementos o Integradores Dietéticos. *PubliCE*. <https://g-se.com/utilizacion-de-las-proteinas-y-aminoacidos-como-suplementos-o-integradores-dieteticos-766-sa-P57cfb27181ef9>
- Ortiz, A. (2019). *Nutrientes: ¿Qué son las proteínas y para qué sirven?* 2019-06-01.
- Pan, R. (2011). Determinación de nitrógeno por el Método Kjeldahl. *ITW Reagents*, 12. https://www.itwreagents.com/uploads/20180122/A173_ES.pdf.
- Técnica, N. (2002). *COLOMBIANA NTC-ISO*.
- Titulación*. (n.d.). Retrieved March 31, 2022, from <https://www.pce-iberica.es/instrumentos-de-medida/instrumentos-laboratorios/titulacion.htm>

Anexos

A continuación, se presentan los anexos relacionados con las experimentaciones realizadas para la obtención de los resultados expuestos. Se debe tener en cuenta que:

- Acetanilida: Es el compuesto de control para la digestión, sus valores de proteína deben ser casi cero, mientras en nitrógeno cerca del 100%.
- Sulfato de amonio: Es el compuesto de control para la destilación, sus valores deben ser superiores al 98%, esto corresponde a la recuperación que se obtiene en la destilación.

Anexo 1.

Resultados experimentación 1

EXPERIMENTO #1								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	15	-	0,246	0,00	0,00	4,55
2	P.001	0182024211	15	1,0032	19,684	2,71	16,95	4,55
3	P.001	0182024211	15	1,0022	19,326	2,67	16,66	4,5
4	P.002	0282025311	15	1,009	15,406	2,10	13,15	4,5
5	P.002	0282025311	15	0,9994	15,412	2,12	13,28	4,5
6	ACETANILIDA	10213243	15	0,1012	6,987	93,39	0,05	4,5
7	SULFATO DE AMONIO	AM1520517 039	-	0,1203	18,151	20,84	98,85	4,55

Anexo 2.

Resultados experimentación 2

EXPERIMENTO #2								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	12	-	0,175	0,00	0,00	4,53
2	P.001	0182024211	12	0,9999	19,455	2,70	16,87	4,54
3	P.001	0182024211	12	1,0009	19,731	2,74	17,10	4,56
4	P.002	0282025311	12	1,0044	15,744	2,17	13,56	4,53

Validación del método de proteína por medio de la determinación de nitrógeno por procedimiento Kjeldahl para derivados cárnicos. AOAC 2001.11

61

5	P.002	0282025311	12	1,0012	15,712	2,17	13,58	4,5
6	ACETANILIDA	10213243	12	0,1010	7,526	100,79	0,03	4,52
7	SULFATO DE AMONIO	AM1520517 039	-	0,1237	18,638	20,90	99,13	4,57

Anexo 3.

Resultados experimentación 3

EXPERIMENTO #3								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	10	-	0,162	0,00	0,00	4,52
2	P.001	0182024211	10	1,0066	19,686	2,72	16,97	4,5
3	P.001	0182024211	10	1,0076	20,002	2,76	17,23	4,56
4	P.002	0282025311	10	1,0046	15,512	2,14	13,37	4,51
5	P.002	0282025311	10	1,0025	15,498	2,14	13,39	4,5
6	ACETANILIDA	10213243	10	0,1012	7,551	100,93	0,03	4,5
7	SULFATO DE AMONIO	AM1520517 039	-	0,1255	18,887	20,89	99,09	4,5

Anexo 4.

Resultados experimentación 4 y 5

EXPERIMENTO #4 y 5								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	15	-	0,176	0,00	0,00	4,54
2	P.003	0262012211	15	1,0087	17,112	2,35	14,69	4,51
3	P.003	0262012211	15	1,0051	16,713	2,30	14,40	4,51
1	BLANCO	-	12	-	0,327	0,00	0,00	4,52
2	P.003	0262012211	12	1,0013	16,982	2,33	14,55	4,53
3	P.003	0262012211	12	1,0018	17,144	2,35	14,69	4,52
4	BLANCO	-	10	-	0,233	0,00	0,00	4,52
5	P.003	0262012211	10	1,0053	17,067	2,34	14,65	4,51
6	P.003	0262012211	10	1,0031	19,978	2,76	17,22	4,5

Anexo 5.

Resultados experimentación 6 y 7

EXPERIMENTO #6 y 7								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	15	-	0,392	0,00	0,00	4,54
2	P.003	0372014411	15	1,0042	15,285	2,08	12,98	4,54
3	P.003	0372014411	15	1,0001	14,8	2,02	12,61	4,54
1	BLANCO	-	15	-	0,417	0,00	0,00	4,51
2	P.001	0352021211	15	1,0005	18,826	2,58	16,10	4,50
3	P.001	0352021211	15	1,0081	19,575	2,66	16,63	4,52
4	P.002	0392025311	15	1,0090	15,811	2,14	13,35	4,52
5	P.002	0392025311	15	1,0013	15,657	2,13	13,32	4,50
6	ACETANILIDA	10213243	15	0,1008	7,54	101,18	0,07	4,54
7	SULFATO DE AMONIO	AM1520517 039	-	0,1275	19,475	20,93	99,27	4,49

Anexo 6.

Resultados experimentación 8

EXPERIMENTO #8								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	12	-	0,098	0,00	0,00	4,49
2	P.001	0352021211	12	1,0051	19,397	2,69	16,80	4,54
3	P.001	0352021211	12	1,0058	19,293	2,67	16,70	4,52
4	P.002	0392025311	12	1,0014	15,459	2,15	13,42	4,55
5	P.002	0392025311	12	1,0069	15,512	2,14	13,39	4,54
6	ACETANILIDA	10213243	12	0,1012	7,5	100,25	0,02	4,54
7	SULFATO DE AMONIO	AM1520517 039	-	0,1205	18,344	21,20	100,56	4,5

Anexo 7.

Resultados experimentación 9

EXPERIMENTO #9								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	10	-	0,078	0,00	0,00	4,52
2	P.001	0352021211	10	1,0060	18,211	2,52	15,77	4,55
3	P.001	0352021211	10	1,0025	18,803	2,61	16,34	4,5
4	P.003	0372014411	10	1,0045	15,297	2,12	13,26	4,51
5	P.003	0372014411	10	1,0058	15,191	2,10	13,15	4,53

Anexo 8.

Resultados experimentación 10

EXPERIMENTO #10								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	12	-	0,11	0,00	0,00	4,5
2	P.003	0372014411	12	1,0013	15,431	2,14	13,39	4,51
3	P.003	0372014411	12	1,0073	15,493	2,14	13,36	4,52
6	BLANCO	-	10	-	0,11	0,00	0,00	4,5
4	P.002	0392025311	10	1,0083	15,693	2,16	13,52	4,53
5	P.002	0392025311	10	1,0031	15,727	2,18	13,62	4,49

Anexo 9.

Resultados experimentación 11

EXPERIMENTO #11								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	15	-	0,129	0,00	0,00	4,55
2	P.001	0592021211	15	1,0001	19,936	2,77	17,33	4,56
3	P.001	0592021211	15	1,0008	19,75	2,74	17,15	4,53
4	P.003	0582012211	15	1,0023	16,245	2,25	14,07	4,5
5	P.003	0582012211	15	1,0026	16,314	2,26	14,13	4,55
6	ACETANILIDA	10213243	15	0,1019	7,625	101,22	0,02	4,51

Anexo 10.

Resultados experimentación 12

EXPERIMENTO #12								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	15	-	0,129	0,00	0,00	4,55
2	P.001	0592021211	15	1,0001	19,936	2,77	17,33	4,56
3	P.001	0592021211	15	1,0008	19,75	2,74	17,15	4,53
4	P.003	0582012211	15	1,0023	16,245	2,25	14,07	4,5
5	P.003	0582012211	15	1,0026	16,314	2,26	14,13	4,55
6	ACETANILIDA	10213243	15	0,1019	7,625	101,22	0,02	4,51

Anexo 11.

Resultados experimentación 13

EXPERIMENTO #13								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	15	-	0,135	0,00	0,00	4,49
2	P.002	0562015311	15	1,0051	16,132	2,23	13,93	4,53
3	P.002	0562015311	15	1,0005	16,2	2,25	14,05	4,51
4	BLANCO	-	12	-	0,126	0,00	0,00	4,51
5	P.003	0582012211	12	1,0051	16,272	2,25	14,06	4,49
6	P.003	0582012211	12	1,0041	16,059	2,22	13,88	4,51

Anexo 12.

Resultados experimentación 14

EXPERIMENTO #14								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	15	-	0,135	0,00	0,00	4,49
2	P.002	0562015311	15	1,0051	16,132	2,23	13,93	4,53
3	P.002	0562015311	15	1,0005	16,2	2,25	14,05	4,51
4	BLANCO	-	12	-	0,126	0,00	0,00	4,51
5	P.003	0582012211	12	1,0051	16,272	2,25	14,06	4,49
6	P.003	0582012211	12	1,0041	16,059	2,22	13,88	4,51

Anexo 13.

Resultados experimentación 15

EXPERIMENTO #15								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	12	-	0,15	0,00	0,00	4,52
2	P.001	0592021211	12	1,0060	19,002	2,62	16,40	4,5
3	P.001	0592021211	12	1,0001	18,965	2,63	16,46	4,52
4	P.002	0562015311	12	1,0047	16,086	2,22	13,88	4,53
5	P.002	0562015311	12	1,0000	16,006	2,22	13,87	4,48

Anexo 14.

Resultados experimentación 16

EXPERIMENTO #16								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	10	-	0,109	0,00	0,00	4,51
2	P.002	0562015311	10	1,0002	15,997	2,22	13,90	4,51
3	P.002	0562015311	10	1,0053	15,962	2,21	13,80	4,5
4	P.003	0582012211	10	1,0052	15,912	2,20	13,76	4,51
5	P.003	0582012211	10	1,0044	16,417	2,27	14,21	4,51
6	ACETANILIDA	10213243	10	0,1058	7,779	99,45	0,02	4,54

Anexo 15.

Resultados experimentación 17

EXPERIMENTO #17								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	10	-	0,038	0,00	0,00	4,51
2	P.001	0592021211	10	1,0051	18,87	2,62	16,39	4,52
3	P.001	0592021211	10	1,0081	19,327	2,68	16,74	4,49

Anexo 16.

Resultados experimentación 18

EXPERIMENTO #18								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	10	-	0,123	0,00	0,00	4,52
2	PV.001	0732026411	10	1,0022	16,548	2,29	14,34	4,55
3	PV.001	0732026411	10	1,0028	15,498	2,15	13,42	4,54
4	PV.001	0732026411	10	1,0006	16,357	2,27	14,20	4,48
5	PV.001	0732026411	10	1,0053	16,363	2,26	14,14	4,56
6	PV.001	0732026411	10	1,0020	15,21	2,11	13,17	4,5

Anexo 17.

Resultados experimentación 19

EXPERIMENTO #19								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	12	-	0,113	0,00	0,00	4,54
2	PV.001	0732026411	12	1,0053	17,324	2,40	14,98	4,55
3	PV.001	0732026411	12	1,0008	16,69	2,32	14,49	4,55
4	PV.001	0732026411	12	1,0011	16,79	2,33	14,58	4,49
5	PV.001	0732026411	12	1,0022	16,488	2,29	14,30	4,54
6	PV.001	0732026411	12	1,0072	17,993	2,49	15,53	4,51

Anexo 18.

Resultados experimentación 20

EXPERIMENTO #20								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	10	-	0,384	0,00	0,00	4,48
2	PV.002	0742012111	10	1,0008	5,605	0,73	4,56	4,55
3	PV.002	0742012111	10	1,0053	3,433	0,42	2,65	4,58
4	PV.002	0742012111	10	1,0027	7,539	1,00	6,24	4,55
5	PV.002	0742012111	10	1,004	1,819	0,20	1,25	4,43
6	PV.002	0742012111	10	1,0017	5,321	0,69	4,31	4,49

Anexo 19.

Resultados experimentación 21

EXPERIMENTO #21								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	12	-	0,089	0,00	0,00	4,53
2	PV.002	0742012111	12	1,0067	18,42	2,55	15,93	4,48
3	PV.002	0742012111	12	1,0060	19,979	2,77	17,30	4,54
4	PV.002	0742012111	12	1,0014	18,22	2,53	15,84	4,53
5	PV.002	0742012111	12	1,0045	19,723	2,74	17,10	4,52
6	PV.002	0742012111	12	0,1008	6,033	8,26	51,60	4,5

Anexo 20.

Resultados experimentación 22

EXPERIMENTO #22								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	12	-	0,146	0,00	0,00	4,52
2	SUPERGEL	180907	12	0,1027	1,576	1,95	12,18	4,53
3	SUPERGEL	180907	12	0,1000	1,509	1,91	11,93	4,52
4	SUPERGEL	180907	12	0,1006	1,547	1,95	12,19	4,5
5	SUPERGEL	180907	12	0,1009	1,513	1,90	11,85	4,51
6	ACETANILIDA	10213243	12	0,1015	7,501	99,96	0,03	4,52

Anexo 21.

Resultados experimentación 23

EXPERIMENTO #23								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	10	-	0,073	0,00	0,00	4,52
2	SUPERGEL	180907	10	0,1010	1,507	1,99	12,42	4,5
3	SUPERGEL	180907	10	0,1010	1,528	2,02	12,61	4,46
4	SUPERGEL	180907	10	0,1003	1,511	2,01	12,54	4,49
5	SUPERGEL	180907	10	0,1003	1,522	2,02	12,64	4,56
6	ACETANILIDA	10213243	10	0,1010	7,463	99,95	0,01	4,56

Anexo 22.

Resultados experimentación 24

EXPERIMENTO #24								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	12	-	0,171	0,00	0,00	4,5
2	GP5P PLUS	P2022065-01	12	0,1023	10,225	13,76	85,99	4,56
3	GP5P PLUS	P2022065-01	12	0,101	10,063	13,71	85,70	4,53
4	GP5P PLUS	P2022065-01	12	0,1038	10,408	13,81	86,29	4,5
5	GP5P PLUS	P2022065-01	12	0,1009	10,077	13,74	85,90	4,49
6	ACETANILIDA	10213243	12	0,1029	7,533	99,02	0,03	4,48

Anexo 23.

Resultados experimentación 25

EXPERIMENTO #25								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	10	-	0,138	0,00	0,00	4,52
2	GP5P PLUS	P2022065-01	10	0,1016	10,067	13,68	85,51	4,49
3	GP5P PLUS	P2022065-01	10	0,1001	9,912	13,67	85,44	4,55
4	GP5P PLUS	P2022065-01	10	0,1020	10,04	13,59	84,94	4,54
5	GP5P PLUS	P2022065-01	10	0,1004	10,008	13,76	86,02	4,48
6	ACETANILIDA	10213243	10	0,1017	7,47	99,35	0,02	4,48

Anexo 24.

Resultados experimentación 26

EXPERIMENTO #26								
N°	PRODUCTO	LOTE	CANT. ÁCIDO	PESO	VOLUMEN	NITRÓGENO	PROTEÍNA	PH
1	BLANCO	-	12	-	0,112	0,00	0,00	4,54
2	CARNE DE DIABLO	2020-05-13	12	0,9999	13,059	1,81	11,33	4,52
3	CARNE DE DIABLO	2020-05-13	12	1,0034	13,247	1,83	11,45	4,52
4	BLANCO	-	10	-	0,099	0,00	0,00	4,5
5	CARNE DE DIABLO	2020-05-13	10	1,0035	13,469	1,87	11,66	4,54
6	CARNE DE DIABLO	2020-05-13	10	1,0012	8,772	1,21	7,58	4,52