



Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Estudios de Postgrado
Maestría en Artes en Gestión Industrial

**DESARROLLO DE LA METODOLOGÍA ANALÍTICA PARA LA DETERMINACIÓN
CUANTITATIVA DE CONTAMINANTES METÁLICOS EN UN LABORATORIO DE
ASEGURAMIENTO DE CALIDAD PARA EL CUMPLIMIENTO DE LAS NORMATIVAS DE
SEGURIDAD ALIMENTARIA**

Inga. Rocío Desireé Villalta Castellanos

Asesorado por la M.A. Inga. Krystel Marisol Monroy Mahecha

Guatemala, septiembre de 2021

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**DESARROLLO DE LA METODOLOGÍA ANALÍTICA PARA LA DETERMINACIÓN
CUANTITATIVA DE CONTAMINANTES METÁLICOS EN UN LABORATORIO DE
ASEGURAMIENTO DE CALIDAD PARA EL CUMPLIMIENTO DE LAS NORMATIVAS DE
SEGURIDAD ALIMENTARIA**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

INGA. ROCÍO DESIREÉ VILLALTA CASTELLANOS
ASESORADO POR LA M.A. INGA. KRYSSEL MARISOL MONROY MAHECHA

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

MAESTRA EN ARTES EN GESTIÓN INDUSTRIAL

GUATEMALA, SEPTIEMBRE DE 2021

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANA	Inga. Aurelia Anabela Cordova Estrada
VOCAL I	Ing. José Francisco Gómez Rivera
VOCAL II	Ing. Mario Renato Escobedo Martínez
VOCAL III	Ing. José Milton de León Bran
VOCAL IV	Br. Kevin Armando Cruz Lorente
VOCAL V	Br. Fernando José Paz González
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANA	Inga. Aurelia Anabela Cordova Estrada
DIRECTOR	Mtro. Ing. Edgar Darío Álvarez Cotí
EXAMINADOR	Mtro. Ing. Carlos Humberto Aroche Sandoval
EXAMINADORA	Dra. Aura Marina Rodríguez Pérez
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

En cumplimiento con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

**DESARROLLO DE LA METODOLOGÍA ANALÍTICA PARA LA DETERMINACIÓN
CUANTITATIVA DE CONTAMINANTES METÁLICOS EN UN LABORATORIO DE
ASEGURAMIENTO DE CALIDAD PARA EL CUMPLIMIENTO DE LAS NORMATIVAS DE
SEGURIDAD ALIMENTARIA**

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Estudios de Postgrado, con fecha 26 de julio de 2019.

Inga. Rocío Desireé Villalta Castellanos



DTG. 451.2021.

La Decana de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Estudios de Postgrado, al Trabajo de Graduación titulado: **DESARROLLO DE LA METODOLOGÍA ANALÍTICA PARA LA DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE CONTAMINANTES METÁLICOS EN UN LABORATORIO DE ASEGURAMIENTO DE CALIDAD PARA EL CUMPLIMIENTO DE LAS NORMATIVAS DE SEGURIDAD ALIMENTARIA**, presentado por la Ingeniera **Rocío Desireé Villalta Castellanos**, estudiante de la **Maestría en Artes en Gestión Industrial** y después de haber culminado las revisiones previas bajo la responsabilidad de las instancias correspondientes, autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE:

Inga. Anabela Cordova Estrada
Decana



Guatemala, septiembre de 2021.

AACE/cc



Guatemala, septiembre de 2021

LNG.EEP.OI.009.2021

En mi calidad de Director de la Escuela de Estudios de Postgrado de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del asesor, verificar la aprobación del Coordinador de Maestría y la aprobación del Área de Lingüística al Trabajo de Graduación titulado:

“DESARROLLO DE LA METODOLOGÍA ANALÍTICA PARA LA DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE CONTAMINANTES METÁLICOS EN UN LABORATORIO DE ASEGURAMIENTO DE CALIDAD PARA EL CUMPLIMIENTO DE LAS NORMATIVAS DE SEGURIDAD ALIMENTARIA”

presentado por **Rocío Desireé Villalta Castellanos** quien se identifica con carné **200212582** correspondiente al programa de **Maestría en artes en Gestión industrial** ; apruebo y autorizo el mismo.

Atentamente,

“Id y Enseñad a Todos”


Mtro. Ing. Edgar Darío Álvarez Cotí
Director



**Escuela de Estudios de Postgrado
Facultad de Ingeniería**

Guatemala, 13 de enero de 2021

Maestro
Edgar Darío Álvarez Cotí
Director
Escuela de Estudios de Postgrado
Presente.

Estimado Mtro. Álvarez:

Por este medio le informo que he revisado y aprobado **el informe final** del trabajo de graduación titulado: **“DESARROLLO DE LA METODOLOGÍA ANALÍTICA PARA LA DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE CONTAMINANTES METÁLICOS EN UN LABORATORIO DE ASEGURAMIENTO DE CALIDAD PARA EL CUMPLIMIENTO DE LAS NORMATIAS DE SEGURIDAD ALIMENTARIA.”** De la estudiante Rocío Desiree Villalta Castellanos, del programa de Maestría en **Artes en Gestión Industrial**.

Con base en la evaluación realizada hago constar la originalidad, calidad, validez, pertinencia y coherencia según lo establecido en el *Normativo de Tesis y Trabajos de Graduación aprobados por la Junta Directiva de la Facultad de Ingeniería Punto Sexto inciso 6.10 del Acta 04-2014 de sesión celebrada el 04 de febrero de 2014*. Cumpliendo tanto en su estructura como en su contenido, por lo cual el protocolo evaluado cuenta con mi aprobación.

“Id y Enseñad a Todos”



M.A. Carlos Humberto Aroche Sandoval
Coordinador de Gestión Industrial
Escuela de Estudios de Postgrado
Facultad de Ingeniería

Guatemala, 29 de octubre de 2020.

M.A. Ing. Edgar Darío Álvarez Cotí

Director

Escuela de Estudios de Postgrado

Presente

Estimado M.A. Ing. Álvarez Cotí

Por este medio informo a usted, que he revisado y aprobado el Trabajo de Graduación y el Artículo Científico: **“DESARROLLO DE LA METODOLOGÍA ANALÍTICA PARA LA DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE CONTAMINANTES METÁLICOS EN UN LABORATORIO DE ASEGURAMIENTO DE CALIDAD PARA EL CUMPLIMIENTO DE LAS NORMATIVAS DE SEGURIDAD ALIMENTARIA”** de la estudiante **Rocío Desireé Villalta Castellanos** del programa de Maestría en **Gestión Industrial**, identificada con número de carné: **200412941**.

Agradeciendo su atención y deseándole éxitos en sus actividades profesionales me suscribo.



Krystel Marisol Monroy Mahecha
Ingeniera Química
Colegiado No. 2140

MSc. Inga. Krystel Marisol Monroy Mahecha

Colegiado No. 2140

Asesor de Tesis

ACTO QUE DEDICO A:

Dios	Por ser mí guía en todo momento, porque sin Él no hubiera logrado alcanzar mis metas como persona y como profesional
Virgen María	Por interceder por mí, guiarme y acompañar mis pasos.
Mis padres	Juan Carlos Villalta Daniel y Aura Sofía Castellanos de Villalta, por su amor, sacrificio, apoyo incondicional. Por ser mi ejemplo por seguir y mi inspiración.
Mis hermanos	Carlos José, Sofía Denisse y María del Pilar Villalta Castellanos, por la motivación, el apoyo y estar conmigo en todo momento.
Mis sobrinas	Stephanie Sofía y Valerie Michelle Villalta Villalta, por hacer de mí una mejor persona e inspirarme a ser su ejemplo.
Mi familia	Por su apoyo incondicional y motivación.

AGRADECIMIENTOS A:

Dios	Por brindarme sabiduría y fortaleza para alcanzar mis metas y guiar mis pasos.
Mis padres	Juan Carlos Villalta Daniel y Aura Sofía Castellanos de Villalta, por el sacrificio que hicieron para lograr mis metas.
Mis hermanos	Carlos José, Sofía Denisse y María del Pilar Villalta Castellanos, por estar a mi lado y apoyarme.
Mi cuñado	Javier Antonio Villalta Juárez, por su apoyo y ayuda incondicional.
Compañeros y amigos	Por su apoyo, cariño y amistad sincera.
Mi asesora	M.A. Inga. Krystel Marisol Monroy Mahecha, por su apoyo, amistad y cariño.
Universidad de San Carlos de Guatemala	Por permitirme realizar mi formación profesional dentro de la Facultad de Ingeniería, especialmente en la Escuela de Ingeniería Química.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	III
LISTA DE SÍMBOLOS	V
GLOSARIO	VII
RESUMEN.....	XI
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	XIII
OBJETIVOS.....	XVII
RESUMEN MARCO METODOLÓGICO	XIX
INTRODUCCIÓN.....	XXIII
1. MARCO TEÓRICO.....	1
1.1. Calidad	1
1.2. Control de calidad.....	2
1.3. Aseguramiento de calidad	3
1.3.1. Laboratorio de Aseguramiento de Calidad.....	5
1.4. Seguridad alimentaria.....	7
1.4.1. Normativas seguridad alimentaria.....	8
1.4.2. Norma mundial BRC (<i>British Retail Consortium</i>)	11
1.4.3. HACCP	13
1.4.4. Norma IFS (<i>International Food Standard</i>).....	14
1.4.5. Norma internacional ISO 22000	14
1.5. Contaminantes químicos	16
1.5.1. Contaminantes metálicos o metales pesados.....	17
1.5.1.1. Arsénico (As)	18
1.5.1.2. Cadmio (Cd)	20
1.5.1.3. Mercurio (Hg).....	22

	1.5.1.4.	Plomo (Pb)	23
	1.5.1.5.	Fuente de los metales pesados.....	26
1.6.		Aspectos metodológicos en el análisis de elementos traza.....	28
	1.6.1.	Espectrofotometría	30
	1.6.2.	Espectrofotómetros	30
	1.6.2.1.	Espectrofotómetro de masas de plasma acoplado inductivamente (ICP-MS)	31
	1.6.3.	Interferencias en el análisis de ICP-MS.....	35
1.7.		Desarrollo de un método cuantitativo y suvalidación.....	36
	1.7.1.	Métodos cuantitativos.....	37
	1.7.2.	Validación de métodos	37
	1.7.2.1.	Mediciones estadísticas	39
	1.7.2.2.	Parámetros de validación	40
	1.7.3.	Control de calidad métodos analíticos.....	45
2.		DESARROLLO E LA INVESTIGACIÓN.....	47
3.		PRESENTACIÓN DE RESULTADOS.....	51
4.		DISCUSIÓN DE RESULTADOS	67
	4.1.	Análisis interno.....	67
	4.2.	Análisis externo.....	68
		CONCLUSIONES.....	71
		RECOMENDACIONES	73
		REFERENCIAS	75
		APÉNDICES.....	79

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Control de contaminación y pérdidas	29
2.	Esquema de un espectrómetro de masas clásico	32
3.	Esquema de un analizador de masas cuadrupolar	33
4.	Sistema de introducción de muestras	34
5.	Metodología de determinaciones analíticas	37
6.	Diagrama de flujo validación del método.....	47
7.	Regresión lineal Arsénico (As)	54
8.	Regresión lineal Cadmio (Cd)	55
9.	Regresión lineal Mercurio (Hg).....	56
10.	Regresión lineal Plomo (Pb).....	57

TABLAS

I.	Operativización de variables	XX
II.	Comparación control de la calidad y aseguramiento de la calidad.....	4
III.	Comparación normas de seguridad alimentaria	15
IV.	Parámetros de validación o verificación	41
V.	Definición de parámetros a desarrollar para la determinación de contaminantes metálicos.....	52
VI.	Descripción de la gráfica de regresión lineal Arsénico (As).....	54
VII.	Descripción de la gráfica de regresión lineal Cadmio (Cd).....	55
VIII.	Descripción de la gráfica de regresión lineal Mercurio (Hg)	56
IX.	Descripción de la gráfica de regresión lineal Plomo (Pb)	57

X.	Límite de detección (LD) de los contaminantes metálicos	58
XI.	Precisión - Repetibilidad y reproducibilidad intermedia para cada uno de los contaminantes metálicos en cereal infantil de arroz	60
XII.	Precisión - Repetibilidad y reproducibilidad intermedia para cada uno de los contaminantes metálicos en leche en polvo	60
XIII.	Porcentaje de recuperación para cada uno de los contaminantes metálicos en cereal infantil de arroz.....	61
XIV.	Porcentaje de recuperación para cada uno de los contaminantes metálicos en leche en polvo.....	61
XV.	Incertidumbre para cada uno de los contaminantes metálicos en cereal infantil de arroz.....	62
XVI.	Incertidumbre para cada uno de los contaminantes metálicos en leche en polvo.....	62
XVII.	Funcionalidad de la metodología evaluada para cereal infantil de arroz	63
XVIII.	Funcionalidad de la metodología evaluada para leche en polvo.....	64
XIX.	Análisis comparativo de costos.....	65

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
Al	Aluminio
As	Arsénico
Bi	Bismuto
Cd	Cadmio
Cu	Cobre
Cr	Cromo
Sn	Estaño
Fe	Hierro
Kg	Kilogramos
LC	Límite de cuantificación
LD	Límite de detección
L	Litros
Mn	Magnesio
Hg	Mercurio
µg	Microgramos
mg	Miligramos
mm	Milímetros
Ni	Níquel
Pb	Plomo
PP	Polipropileno
ppt	Partes por trilló
Zn	Zinc

GLOSARIO

Analito	Sustancia (química, física o biológica) buscada o determinada en una muestra, que debe ser recuperada, detectada o cuantificada por el método.
Aseguramiento de calidad	Es el conjunto de actividades planificadas y sistemáticas aplicadas en un sistema de gestión de la calidad para que los requisitos de calidad de un producto o servicio sean satisfactorios.
Calidad	La calidad se refiere a la capacidad que posee un objeto para satisfacer necesidades implícitas o explícitas según un parámetro.
Contaminantes metálicos	Son un grupo de elementos químicos que presentan una densidad alta, generalmente tóxicos para los seres humanos y entre los más susceptibles de presentarse se destaca mercurio, plomo, arsénico y cadmio.
Contaminantes químicos	Es toda sustancia orgánica e inorgánica, natural o sintética y que tiene probabilidades de afectar la salud de las personas o causar un efecto negativo.

Espectrofotometría	Es la medición de la cantidad de energía radiante que absorbe un sistema químico en función de la longitud de onda.
Espectrofotómetro	Instrumento que cuantifica la cantidad de energía absorbida o transmitida por una solución.
HACCP	<i>Hazard Analysis and Critical Control Points</i> , por sus siglas en inglés. Análisis de peligros y puntos críticos de control.
IARC	<i>International Agency for Reserch on Cancer</i> , por sus siglas en inglés. Agencia internacional para investigación del Cáncer.
ICP-MS	<i>Inductively coupled plasma mass spectrometry</i> , por sus siglas en inglés. Espectrofotometría de masas con plasma acoplado inductivamente.
Incertidumbre	Parámetro asociado al resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores de una serie de mediciones.
Linealidad	Habilidad de un método analítico-instrumental para brindar un resultado proporcional a la concentración del analito en muestras de un rango dado.
Límite de detección	Concentración de analito más pequeña que se puede detectar.

Límite de cuantificación	Concentración más baja de analito que se puede determinar con un nivel de precisión y exactitud aceptable.
Matriz	Es el tipo de sustancia compuesta (líquida, sólida, gaseosa) que puede o no contener al analito de interés.
Método cuantitativo	Método que permite determinar la concentración de un analito presente en una muestra o matriz.
Repetibilidad	Variabilidad que un método analítico puede presentar en un periodo corto cuando se realiza a las mismas condiciones.
Validación de métodos	Verificación de determinados parámetros de un método en la que los requisitos demuestran que el método es idóneo para el uso previsto.

RESUMEN

El propósito de la investigación es desarrollar la metodología analítica para la determinación cuantitativa de contaminantes metálicos: plomo, cadmio, mercurio y arsénico, para el cumplimiento de las normativas de seguridad alimentaria de dos productos desarrollados por la empresa con el fin de cumplir con las normativas de seguridad alimentaria. El problema radica en que el laboratorio de aseguramiento de calidad carece de una buena atención al cliente debido a la falta del método analítico anteriormente mencionado.

El objetivo general fue desarrollar la metodología basada en el estándar Europeo EN 15763:2009 y determinar su aceptabilidad mediante la evaluación de una serie de parámetros de validación, entre los cuales encontramos linealidad, límite de detección, repetibilidad, recuperación e incertidumbre. La metodología empleada es el análisis por medio de espectrofotometría de absorción atómica de los dos productos en diferentes días por diferentes analistas calificados. Con los datos obtenidos, se realizó un análisis estadístico para verificar el cumplimiento de los parámetros establecidos.

Como resultado se obtuvo una metodología validada y verificada que cumple con los requisitos técnicos de la norma ISO 17025 y puede ser reproducida sin presentar inconvenientes, asegurando la reducción de los riesgos en temas de salud y seguridad alimentaria. El principal beneficio obtenido fue la mejora en la competitividad y la atención al cliente del laboratorio de aseguramiento de calidad.

En conclusión, se determinó que el método es lineal para todos los contaminantes metálicos, límites de detección menores a 10 µg/Kg, repetibilidad entre 4 %-14 %, porcentaje de recuperación mayor al 86 % en las dos matrices y la incertidumbre expandida no supera el 11 %. Adicionalmente se obtuvo una reducción del costo de análisis en un 52 %.

Se recomienda previo al desarrollo de cualquier metodología definir los parámetros de linealidad, límite de detección, repetibilidad, reproducibilidad y porcentaje de recuperación, adicional se sugiere realizar un análisis estadístico para establecer la funcionalidad de la metodología desarrollada a través de la evaluación de la precisión y porcentaje de recuperación.

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El laboratorio de aseguramiento de calidad carece de una buena atención al cliente debido a la falta del método analítico para la determinación cuantitativa de cuatro contaminantes metálicos: Pb, Cd, Hg y As, necesario para verificar el cumplimiento de la seguridad alimentaria de leche entera en polvo y cereal infantil de arroz, dos de los productos elaborados por las fábricas de la región de Centroamérica y el Caribe de la empresa.

- Descripción del problema

El laboratorio de aseguramiento de calidad en donde se desarrollará el diseño de investigación pertenece al grupo de servicios analíticos de la empresa, dando soporte analítico y técnico, se creó para desarrollar y mantener los conocimientos especializados necesarios para apoyar la gestión de la seguridad y calidad de los alimentos, esto para garantizar que la empresa está preparada para los nuevos desarrollos científicos o cuestiones emergentes de seguridad alimentaria.

Los alimentos procesados como la leche entera en polvo y el cereal infantil de arroz, pueden ser ricos en contaminantes metálicos, debido a las prácticas de fabricación, los aditivos, latas y envases utilizados. Durante mucho tiempo, estos contaminantes se consideran inocuos para la salud pero con el tiempo se acumulan en el cuerpo, causando intoxicación que se manifiesta con síntomas neuronales, problemas en la médula ósea, los riñones y el sistema nervioso.

El laboratorio de aseguramiento de calidad con la finalidad de apoyar la gestión de la seguridad y calidad de los alimentos, debe ampliar el portafolio analítico mediante el desarrollo del análisis cuantitativo de contaminantes metálicos en leche entera en polvo y cereal infantil de arroz, dos de los productos elaborados por las fábricas de la región Centroamérica y el caribe de la empresa.

Los clientes del laboratorio de aseguramiento de calidad buscan el servicio analítico de un laboratorio que realice todos los análisis requeridos para verificar el cumplimiento de los productos elaborados, si este no cuenta con todos los análisis que se desean solicitar los clientes cuentan con la opción de elegir el que se encuentre más cercano a su región, es por ello que el no contar con un portafolio analítico amplio hace que se busque otra opción para el envío de muestras y se pierdan clientes.

- Pregunta central

¿Qué metodología analítica se debe desarrollar para la determinación cuantitativa de contaminantes metálicos para el cumplimiento de las normativas de seguridad alimentaria, para beneficiar la atención al cliente del laboratorio de aseguramiento de calidad?

- Preguntas auxiliares de investigación

- ¿Qué parámetros se deben cumplir para la validación de un método analítico según la norma ISO 17025?
- ¿Qué límites de aceptación se deben definir para los parámetros de linealidad, límite de detección y límite de cuantificación

requeridos para la validación de un método analítico en dos productos alimenticios desarrollados por la empresa: leche entera en polvo y cereal infantil de arroz?

- ¿Cómo se evaluará la funcionalidad de la metodología analítica desarrollada para la determinación cuantitativa de contaminantes químicos?
- ¿Qué porcentaje de mejora en la atención al cliente medido a través de la evaluación del historial de análisis de contaminantes metálicos enviados a otros laboratorios tendrá el laboratorio de aseguramiento de calidad al ampliar el portafolio analítico con la implementación de la metodología para la determinación de contaminantes metálicos?

OBJETIVOS

General

Desarrollar la metodología analítica de espectrofotometría de absorción atómica para la determinación cuantitativa de contaminantes metálicos: Pb, Cd, Hg y As para verificar el cumplimiento de la seguridad alimentaria de leche entera en polvo y cereal infantil de arroz

Específicos

1. Definir los parámetros de linealidad, límite de detección, repetibilidad, reproducibilidad y porcentaje de recuperación requeridos para la validación de un método analítico según el estándar Europeo EN 15763:2009.
2. Evaluar la linealidad del método y determinar los límites de detección para cada uno de los contaminantes metálicos para la validación del método analítico.
3. Evaluar la precisión (repetibilidad, reproducibilidad) y porcentaje de recuperación del método utilizando un análisis estadístico para establecer la funcionalidad de la metodología analítica desarrollada.
4. Determinar la disminución de costos al ampliar el portafolio analítico del laboratorio mediante la evaluación del historial de análisis subcontratados a otros laboratorios.

RESUMEN MARCO METODOLÓGICO

La metodología de la investigación tiene un enfoque mixto, es decir enfoque cuantitativo debido a que se analizaron datos numéricos por medio de mediciones analíticas y enfoque cualitativo relacionado a la revisión documental cuando se investigan los antecedentes del problema.

El diseño de investigación es experimental por que se utilizarán ensayos de laboratorio para determinar información a ser utilizada en el proyecto planteado y transversal del tipo exploratorio ya que se conocerá en su totalidad el proceso a desarrollar el cual consiste en una metodología analítica que dará como resultado la mejora en la atención al cliente.

El estudio es de tipo descriptivo-explicativo por que se realiza la recolección de datos para la determinación de contaminantes metálicos estableciendo el procedimiento que permita verificar e implementar la metodología analítica necesaria para el cumplimiento de las normativas de seguridad alimentaria. Además, se evaluará información y se resaltarán las consecuencias de la insatisfacción del cliente.

El alcance es de tipo descriptivo ya que se desarrolló la propuesta del procedimiento para la determinación de contaminantes metálicos: plomo, cadmio, mercurio y arsénico, con lo cual se obtendrá una metodología estandarizada que será de utilidad en el laboratorio de aseguramiento de calidad para entrenar y habilitar al personal, lo cual traerá como resultado final mejorar la atención a fábricas de la región Centroamérica y del Caribe.

A continuación, se describe el grupo de variables propuestos en base de los objetivos establecidos para asegurar la sostenibilidad de los resultados.

Tabla I. **Operativización de variables**

Objetivo	Variable	Tipo de variables	Indicador	Herramienta
Definir los parámetros de linealidad, límite de detección y repetibilidad, reproducibilidad y porcentaje de recuperación requeridos para la validación de un método analítico según el estándar Europeo EN 15763:2009	<ul style="list-style-type: none"> Métodos y normas de referencia 	Cualitativa nominal	No aplica	No aplica
Evaluar la linealidad del método y determinar los límites de detección para cada uno de los contaminantes metálicos para la validación del método analítico	<ul style="list-style-type: none"> Linealidad del método Límite de detección 	Dependiente	<ul style="list-style-type: none"> Linealidad, coeficiente de correlación 0.995 Límite µg/Kg 	Estadística robusta con un nivel de confianza del 95 %
Evaluar la repetibilidad, reproducibilidad y porcentaje de recuperación del método utilizando un análisis estadístico para establecer la funcionalidad de la metodología analítica desarrollada	<ul style="list-style-type: none"> Repetibilidad Reproducibilidad Porcentaje de recuperación Incertidumbre del método 	Dependiente	<ul style="list-style-type: none"> Repetibilidad (r%) Reproducibilidad (r%) % de recuperación % Incertidumbre típica y expandida 	Estadística robusta con un nivel de confianza del 95 %
Realizar un análisis de la disminución de costos al ampliar el portafolio analítico del laboratorio mediante la evaluación del historial de análisis subcontratados a otros laboratorios, lo cual tendrá un impacto en la mejora de atención al cliente	<ul style="list-style-type: none"> Volumen analítico Ingresos 	Cualitativa ordinal	<ul style="list-style-type: none"> % de incremento volumen analítico % Incremento ingresos 	Análisis estadístico

Fuente: elaboración propia.

A continuación, se describen las fases que explican la metodología involucrada en el proceso de investigación.

- Primera fase: revisión documental para construir los antecedentes y marco teórico de la problemática planteada.

En la primera fase se elaboró un marco teórico en el que se recopiló información de libros, tesis, artículos, antecedentes e información de la empresa sobre la problemática, con el objetivo de contar con el conocimiento base de la investigación.

- Segunda fase: plan de muestreo para identificar y desarrollar la metodología analítica.

En esta fase se recabaron documentos para efectuar análisis acorde a los objetivos planteados, se realizó investigación en bibliografías de manuales del equipo, para establecer las variables metodológicas, interferencias en la metodología y finalmente definir las variables de operación del equipo a utilizar.

- Tercera fase: trabajo de laboratorio, para desarrollar el procedimiento para determinar contaminantes metálicos.

En esta fase se identificaron los materiales, equipo, procedimiento de preparación de reactivos y muestra. Adicional se definió el procedimiento de análisis y principio del método.

Así mismo se realizaron repeticiones del método para obtener datos para evaluar la confiabilidad para posteriormente realizar el análisis de los parámetros para validar el método. Finalmente se desarrolló la documentación

de la validación del método, tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información para el respectivo análisis estadístico.

- Cuarta fase: determinar los beneficios del desarrollo de la metodología analítica.

En la última fase se evaluó la disminución de costos al ampliar el portafolio analítico del laboratorio mediante la evaluación del historial de análisis subcontratados a otros laboratorios.

La muestra que se tomó fue el total de la población, debido a que se utilizaron todos los resultados obtenidos durante el trabajo de laboratorio para tener representatividad de la muestra, con un nivel de confianza del 95 %.

Los resultados de la parte experimental se tabularon en el programa Microsoft Excel, inicialmente se verificó que los parámetros de linealidad, límite de detección, repetibilidad y porcentaje de recuperación cumplieran con el objetivo establecido, estos parámetros fueron verificados utilizando el programa Q-Stat y los gráficos se realizaron en el programa QtiPlot.

Se realizó un análisis estadístico para conocer la incertidumbre del método, utilizando estadística robusta y con un nivel de confianza del 95 %.

INTRODUCCIÓN

El presente trabajo de investigación trata de una sistematización, que se llevará a cabo mediante el desarrollo de la metodología analítica para la determinación cuantitativa de contaminantes metálicos; plomo (Pb), cadmio (Cd), mercurio (Hg) y arsénico (As), por espectrofotometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS), para el cumplimiento de las normativas de seguridad alimentaria de dos productos desarrollados por la empresa: leche entera en polvo y cereal infantil de arroz.

El problema por estudiar radica en que dentro del portafolio analítico del laboratorio de aseguramiento de calidad no se analizan contaminantes metálicos: Pb, Cd, Hg y As, y para garantizar que la empresa está preparada en cuestiones emergentes de seguridad alimentaria y mejorar la atención a fábricas de la región Centroamérica y del Caribe, es necesaria la validación de la metodología analítica para su determinación.

Debido a que la empresa ha establecido una serie de estándares integrales relacionados con la vigilancia y monitoreo de contaminantes en alimentos, obligatorios y aplicados globalmente, sin excepción, el resultado de la investigación proporcionará al laboratorio de aseguramiento de calidad el desarrollo de la metodología analítica para la determinación de cuatro contaminantes metálicos (Pb, Cd, Hg y As), en dos productos desarrollados por la empresa: leche entera en polvo y cereal infantil de arroz para asegurar que estos se encuentran dentro de niveles seguros en todo momento, esto complementará el sólido sistema FSSC 22 000 para la inocuidad de los

alimentos implementado en la fábricas de la región de Centroamérica y del Caribe.

Los beneficios esperados se verán reflejados en dos aspectos, el primero en un aumento de la competitividad del laboratorio de aseguramiento de calidad al tener una mayor capacidad de operación, para hacer frente a la demanda en seguridad alimentaria que ha tenido mayor auge en los últimos años y el uso eficiente de los recursos, segundo la atención del cliente al contar con todos los análisis requeridos.

El esquema de la solución inició consultando y recolectando información sobre la metodología de análisis basado en *Determination of arsenic, cadmium, mercury, and lead in foodstuffs by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) after pressure digestion*. Determinación de arsénico, cadmio, mercurio y plomo en productos alimenticios por espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente después de una digestión a presión.

Se establecieron los pasos a seguir para realizar la validación de la metodología analítica cuantitativa y posteriormente se realizó el trabajo de laboratorio.

Para realizar el desarrollo del método espectrofotométrico, se evaluaron los siguientes parámetros: linealidad del método, límite de detección, repetibilidad, reproducibilidad y porcentaje de recuperación; cada uno de los parámetros evaluados cumplieron con los criterios de aceptabilidad establecidos. Este proceso fue realizado en diferentes días por diferentes analistas calificados y competentes.

Con los datos obtenidos en la parte experimental se realizó un análisis estadístico para validar el cumplimiento de los parámetros establecidos anteriormente para el método espectrofotométrico, una vez verificados los resultados se realizó la documentación que respalda que el método ha sido validado.

La importancia de la solución de la problemática es obtener una metodología estandarizada que será de utilidad en el laboratorio de aseguramiento de calidad para entrenar y habilitar al personal, lo cual traerá como resultado la reducción de riesgos en temas de salud y seguridad alimentaria, mejora en la atención al cliente y como principales beneficiarios: consumidores, clientes internos, fábricas de la región Centroamérica y del Caribe, directivos, accionistas y propietarios.

La investigación se conforma de 4 capítulos. En el primer capítulo, se describe el marco teórico en el cual se amplían conceptos relacionados con calidad, aseguramiento de calidad, así como normativas de seguridad alimentaria y descripción de los contaminantes químicos los cuales se emplearán en el desarrollo de la investigación.

En el segundo capítulo, se hace referencia al desarrollo de la investigación, la cual se basó en técnicas metodológicas de investigación y análisis de datos, detallando el progreso desde que se realizó la estructura del esquema de solución hasta la culminación de cada una de las fases de la tesis con el fin de explicar cómo se llega a la solución del problema inicialmente planteado.

En el capítulo tres, se presentan los resultados obtenidos en el transcurso de la investigación. Proporcionando al laboratorio de aseguramiento de calidad

la validación de la metodología analítica para la determinación de cuatro contaminantes metálicos (Pb, Cd, Hg y As), en dos productos desarrollados por la empresa: leche entera en polvo y cereal infantil de arroz para asegurar que estos se encuentran dentro de niveles seguros para el consumidor, lo cual se ve reflejado en la disminución de costos al ampliar el portafolio analítico del laboratorio

En el cuarto capítulo, se realiza la discusión de resultados y el análisis interno y externo de la investigación. En el análisis interno se valida si se resuelve el problema principal y en el externo si puede utilizarse para otro tipo de productos.

1. MARCO TEÓRICO

A nivel global se establecen reglas relacionadas con la salud humana para eliminar, reducir y prevenir el riesgo en los procesos que se llevan a cabo en la cadena alimentaria, incluyendo todas las actividades que se llevan a cabo durante la manipulación y producción de alimentos.

Para los fabricantes y sus proveedores un mal funcionamiento del sistema de calidad y el de seguridad alimentaria puede llevar a una pérdida de confianza y perjudicar la reputación de la compañía. “Durante las últimas décadas, el aumento de la demanda de seguridad alimentaria ha estimulado la investigación sobre el riesgo asociado con el consumo de productos contaminados con plaguicidas, metales pesados y/o toxinas” (Manahan, 2000, p. 50). En la mayoría de las industrias los procesos de decisión relacionados con la seguridad alimentaria se basan en resultados analíticos de laboratorios de aseguramiento de calidad, complementados por otras actividades de control e inspección de calidad. Por lo que estos resultados analíticos, deben ser técnicamente confiables utilizando pruebas de aceptación internacional acreditadas, para demostrar que los productos cumplen los requisitos de seguridad alimentaria y se encuentran dentro de niveles seguros en todo momento.

1.1. Calidad

Para Galgano (1993) “la calidad se refiere a la capacidad que posee un objeto para satisfacer necesidades implícitas o explícitas según un parámetro,

un cumplimiento de requisitos de calidad” (p. 29). Esto quiere decir que todo aquello que es aceptable para el consumidor tendrá calidad.

Calidad es un concepto subjetivo. La calidad está relacionada con las percepciones de cada individuo para comparar una cosa con cualquier otra de su misma especie, y diversos factores como la cultura, el producto o servicio, las necesidades y las expectativas influyen directamente en esta definición. (Galgano, 1993, p. 29).

La calidad puede variar de un producto a otro, dependiendo de los gustos y preferencias.

La calidad, en relación con los productos y servicios, tiene varias definiciones, como que el producto se ajuste a las exigencias de los clientes, el valor añadido, algo que no tienen los productos similares, la relación costo / beneficio, entre otros. Todo va a depender de cada persona y de sus preferencias.

1.2. Control de calidad

Para que la calidad se mantenga es necesario que exista un control constante. “El control de calidad es el proceso donde se asegura la estandarización de la disponibilidad, fiabilidad, mantenibilidad y manufacturabilidad de un producto o servicio” (Galgano, 1993, p. 30). Se debe mantener la misma calidad y no perderla por ningún motivo.

El control de calidad como proceso debe tener en cuenta las fases de planificación, control y mejora. En este sentido, la calidad significa no solo la durabilidad del producto y la satisfacción del servicio, sino también el

cumplimiento de los estándares regulatorios en términos de rentabilidad financiera, crecimiento comercial y seguridad.

Cuando se habla de control de calidad se está haciendo mención a varias funciones. "El control de calidad son herramientas y mecanismos que implican inspección, control, garantía, gestión y entrega de los productos y servicios" (Galgano, 1993, p. 30). Esto permite contar con productos que satisfagan la confianza del consumidor.

1.3. Aseguramiento de calidad

Es necesario que exista calidad para hablar de ella. "El aseguramiento de la calidad consiste en aquellas acciones planificadas y sistemáticas implementadas en el Sistema de Calidad, que son necesarias para proporcionar la confianza adecuada de que un producto satisfará los requisitos dados sobre la calidad" (Galgano, 1993, p. 31). Para esto es necesario mantener un constante control.

Se debe contar con un plan estratégico para mantener la seguridad de que todo marcha bien.

Estas acciones deben ser demostrables con el objeto de proporcionar la confianza adecuada, tanto a la propia empresa como a los clientes y proveedores. El aseguramiento de la calidad no está completo a menos que estos requisitos de calidad reflejen completamente las necesidades del cliente. (Galgano, 1993, p. 31)

Para estar seguros de que todo está bien hay que observar a los clientes.

El Aseguramiento de la Calidad es un sistema y como tal, esto indica que: es un conjunto organizado de procedimientos bien definidos y entrelazados armónicamente, que requiere de determinados recursos para funcionar, asegurando una calidad continua a lo largo del tiempo, pone énfasis en los productos, desde su diseño hasta el momento de envío al cliente, y concentra sus esfuerzos en la definición de procesos y actividades que permiten la obtención de productos conforme a unas especificaciones. (Moreno, Peris y González, 2001, p. 12)

Al hablar de calidad se toman en cuenta varios factores que están involucrados en esta.

Tal y como refleja la definición de la ISO 9001:2005, el aseguramiento de calidad ha sido englobado en la gestión de la calidad, proporcionando un modelo que establece una serie de requisitos al propio sistema de calidad, y no a los procesos y actividades que se realizan en la empresa y organización. (Peña, 2015, p. 1)

Se puede ver desde varios puntos de vista y dar diversidad de opiniones al respecto.

Tabla II. **Comparación control de la calidad y aseguramiento de la calidad**

	Control de la calidad	Aseguramiento de la calidad
Interés principal	Control	Coordinación
Visión de la calidad	Un problema que debe ser resuelto.	Un problema que debe ser resuelto, pero que es afrontado de manera proactiva.
Énfasis	Uniformidad del producto con reducción de la inspección.	La totalidad de la cadena de producción, desde el diseño hasta el mercado, y la contribución de todos los grupos funcionales a impedir los fallos de la calidad.

Continuación de la tabla II.

Métodos	Técnicas y herramientas estadísticas.	Programas y sistemas
Papel de los profesionales de calidad	Solución de problemas y aplicación de los métodos estadísticos.	Medición, planificación de la calidad y diseño de programas.
Quien tiene la responsabilidad de la calidad	Los Departamentos de Fabricación e Ingeniería.	Todos los departamentos, aunque la alta dirección está poco implicada en el diseño, la planificación y la ejecución de las políticas de calidad.
Orientación y enfoque	Controlar la calidad	Construir la calidad

Fuente: elaboración propia.

1.3.1. Laboratorio de Aseguramiento de Calidad

Para paredes (2014):

El objetivo de un Laboratorio de Aseguramiento de Calidad es servir como apoyo y soporte a la industria alimentaria en general, en todos los aspectos de calidad. Se trabaja prestando servicios analíticos en cualquier tipo de producto alimenticio, materia prima o cuestiones relacionadas con los procesos y que influyan de alguna manera en la calidad del producto final.

El Laboratorio de Aseguramiento de Calidad, a través de las áreas de microbiología y fisicoquímica, está capacitado para realizar servicios analíticos de alta calidad, generando así informes de prueba altamente confiables. Parte medular es su personal altamente calificado, que junto con el sistema de calidad implementado, le permite brindar un servicio analítico confiable y preciso, bajo un régimen de confidencialidad total.
(p. 1)

Los laboratorios de aseguramiento de calidad en este tiempo se han convertido en una herramienta muy útil para las empresas.

En los últimos años, los laboratorios que brindan servicios técnicos analíticos encaminan sus esfuerzos hacia la acreditación de sus ensayos con el propósito de brindar una información con mayor credibilidad, útil para la toma de decisiones en el marco económico y comercial. (Peña y Hernández, 2002, p. 1)

Es por esta razón que muchas empresas de la actualidad logran certificaciones y con esto mejor aceptación de parte del consumidor. De la misma manera como en muchos otros ensayos se tienen lineamientos por seguir.

Es necesario que los ensayos de los laboratorios cumplan determinados requisitos que garanticen la calidad de su realización y a la vez, brinden información sobre las características del producto. Para ello se requiere de un proceso que asegure las exigencias del cliente y sea demostrativo de la competencia técnica del laboratorio. (Álvarez, 1997, p. 20)

Es por esta razón que se han creado normas, las cuales estandarizan procesos, ensayos, entre otros. El aseguramiento de la calidad incluye un plan escrito, autorizado y definido que garantiza que las responsabilidades y frecuencia de auditorías, reportes, corrección y aseguramiento estén desde el inicio de cada actividad. Comprende la revisión de todas las actividades del laboratorio, incluidos el personal y las instalaciones, así como su interrelación con la estructura de la institución.

1.4. Seguridad alimentaria

Chavarrías (2016) afirma:

El concepto seguridad alimentaria hace referencia al acceso a alimentos inocuos y nutritivos para los consumidores en todo momento. La seguridad alimentaria hoy en día, se ocupa sobre todo de que los alimentos no supongan un riesgo para la salud y que sean saludables, desde el primer momento de la producción y en toda la cadena alimentaria. (p. 1)

Los mercados se han expandido de tal manera que:

El cambio en los sistemas de producción y la globalización han influenciado la seguridad alimentaria, haciendo que este término sea cada vez más reconocido, aceptado y exigido por el consumidor, lo que obliga a las empresas a hacer frente a nuevos retos y desafíos para prevenir riesgos alimentarios. (Chavarrías, 2016, p. 3).

Esto genera competitividad y al mismo tiempo demanda entre muchos sectores de alimentos.

Según Chavarrías (2016):

Los fundamentos de la seguridad alimentaria son:

- Disponibilidad física de los alimentos de acuerdo al nivel de producción y de las existencias.

- Acceso a los alimentos mediante políticas destinadas a alcanzar los objetivos de seguridad alimentaria.
- Uso de alimentos.
- Estabilidad del acceso a alimentos, esto se refiere a la disponibilidad periódica de alimentos seguros.

La seguridad alimentaria no es la misma en los distintos países del mundo, en los países desarrollados los principales problemas se encuentran en deficiencias en la producción, manipulación o conservación, mientras que en los países que se encuentran en vías de desarrollo los principales problemas se relacionan con el acceso a agua potable, dietas pobres o escasez de alimentos.

En todo el mundo se propagan más de 200 enfermedades a través de los alimentos, según la Organización Mundial de la Salud (OMS), y millones de personas enferman al año a consecuencia de brotes transmitidos por alimentos. Los principales problemas de seguridad alimentaria incluyen, según la OMS, los riesgos microbiológicos (bacterias como *Salmonella* o *E. coli*) y los contaminantes químicos de alimentos. (p. 3)

1.4.1. Normativas seguridad alimentaria

El comercio de alimentos tiene un enorme impacto en la salud de las poblaciones y las economías de las naciones. Las organizaciones de la ONU para el comercio mundial, los gobiernos nacionales y los organismos transformadores aceptan que las personas tienen el derecho a esperar un alto estándar de los alimentos.

En el Codex Alimentarius (2016) se indica que:

La OMS lleva a cabo evaluaciones científicas de riesgos a fin de determinar los niveles de exposición seguros, que servirán de base para elaborar normas nacionales e internacionales sobre inocuidad de los alimentos para proteger la salud de los consumidores y garantizar prácticas comerciales justas. (p. 1)

El punto de referencia mundial para los productores de alimentos, procesadores, consumidores, organismos nacionales responsables de la seguridad alimentaria y el comercio internacional de productos alimenticios es el Codex Alimentarius, primero elaborado por la FAO y la OMS en 1961 y gestionada por la Comisión del Codex Alimentarius.

Como ya se ha mencionado para estandarizar la calidad se ha procedido a la creación de normas. Las normas del Codex engloban los principales productos alimentarios, ya sean elaborados, semielaborados o crudos. También se incluyen los materiales utilizados en el procesamiento posterior de los productos en la medida en que sea necesario para alcanzar los principales objetivos del código. Por consiguiente, esta es la normativa que toda empresa de alimentos debe regir.

La nutrición es una parte fundamental de la calidad, cuando de alimentos se trata. Las disposiciones del Codex se refieren a la calidad de los alimentos desde el punto de vista higiénico y nutricional; ello incluye normas microbiológicas, aditivos alimentarios, plaguicidas y residuos de fármacos de uso veterinario, contaminantes, etiquetado y presentación, métodos de muestreo y análisis de riesgos (Codex Alimentarius, 2016). Es de suma

importancia contar con productos que cumplan los requisitos de calidad y nutrición.

En la publicación sobre normas de seguridad alimentaria Avantium Business Consulting. (2011) afirman que:

Varios han sido los factores que han contribuido a la necesidad de desarrollar normas uniformes de calidad y seguridad alimentaria, principalmente:

- Las demandas de los consumidores.
- La responsabilidad cada vez mayor de los distribuidores.
- El incremento de requisitos legales.
- La globalización en el suministro de productos

Para la Agencia de Normativa Alimentaria (2016) “las normas de seguridad alimentaria ayudan a las compañías a establecer buenos procedimientos de fabricación para que puedan producir productos seguros que cumplan con la normativa de seguridad alimentaria y satisfacer los niveles de calidad esperados por los consumidores” (párr. 38).

Son generalmente formuladas por órganos independientes como BRC, IFS e ISO 22000, adoptados por las empresas de procesamiento de alimentos certificados y verificados por organismos de acreditación, todas ellas enfocadas a garantizar la implantación de un sistema de gestión que avale.

Estas normas dan al operador de empresa alimentaria la responsabilidad primordial por la seguridad alimentaria y establecen que la aplicación general de procedimientos debe basarse en los principios de HACCP (análisis de peligros y puntos de control crítico) principios. Las regulaciones también especifican la

elaboración de guías de buenas prácticas de higiene para procesos específicos para ayudar a las empresas a cumplir con las normas.

Avantium Business Consulting, (2011), afirman que: los objetivos básicos que se persiguen con la certificación de estas normas son:

- Mejorar la seguridad alimentaria.
- Aumentar la confianza de los consumidores actuales y las exigencias de los consumidores potenciales.
- Acceder a trabajar con las marcas de distribuidores
- España, Alemania, Francia, Italia, Reino Unido.
- Conciliar la seguridad alimentaria y el control de calidad.
- Permitir la evaluación de los proveedores con base en un estándar o norma internacional.
- Asegurar una mayor facilidad para la comparación y la transparencia a lo largo de toda la cadena de suministro.
- Proporcionar a los consumidores una visión global de los puntos fuertes y las oportunidades de mejora de los proveedores.
- Demostrar la conformidad con los requisitos legales y reglamentarios de la empresa certificada.

1.4.2. Norma mundial BRC (*British Retail Consortium*)

La norma mundial BRC tiene por objeto especificar los criterios de seguridad, calidad y funcionamiento en organizaciones dedicadas a la fabricación de alimentos suministrados como productos alimenticios con marca del minorista, productos alimenticios de marca y productos alimentarios o ingredientes destinados a empresas de servicios alimentarios, empresas de catering y fabricantes del sector alimentario, con la finalidad de garantizar que

dichas empresas asumen sus obligaciones en materia de cumplimiento de la legislación y protección del consumidor.

Este establece siete secciones para un eficaz sistema de seguridad alimentaria:

- Compromiso de la gerencia senior y mejora continua.
- El Plan de Seguridad Alimentaria: APPCC (análisis de peligros y puntos de control crítico) programa basado en los requisitos del sistema del Codex Alimentarius.
- La seguridad alimentaria y el sistema de gestión de la calidad: especificaciones de producto, proveedor, la trazabilidad, la aprobación y la gestión de incidentes y retirada de productos. Esto se basa en los principios de la norma ISO 9000.
- Normas del sitio: el diseño y el mantenimiento de los edificios y su equipamiento, limpieza, control de plagas, manejo de desechos y control de cuerpo extraño.
- Control de producto: diseño y desarrollo de productos incluyendo gestión de alérgenos, producto e ingrediente de procedencia, el empaquetado del producto y la inspección y ensayos de los productos.
- Control del proceso: proceso seguro controla, peso/volumen, la calibración de equipos de control, asegurando el plan HACCP es implementado.

- Personal: normas para la capacitación del personal, la ropa de protección e higiene personal.

1.4.3. HACCP

“El sistema HACCP fue desarrollado por primera vez para el diseño y la fabricación de alimentos para el programa espacial estadounidense” Agencia de Normativa Alimentaria, 2013, párr. 46). Los riesgos incluyen bacterias, virus, toxinas naturales, pesticidas, residuos de fármacos, descomposición, parásitos, alérgenos, los aditivos alimenticios y colorantes no aprobados, y compuestos radiactivos.

Cada negocio de manipulación o transformación de alimentos deben desarrollar un sistema de HACCP y adaptarla a su producto individual, las condiciones de procesamiento y distribución. “El sistema HACCP es utilizado en todas las etapas de la producción de alimentos, desde la producción de materias primas, las adquisiciones y la manipulación, a la fabricación, distribución y consumo del producto terminado” (Agencia de Normativa Alimentaria, 2013, párr. 48). Los siete principios de HACCP aceptados por los organismos de gobierno, asociaciones de comercio y de la industria alimentaria de todo el mundo. Estos principios son:

- Realizar un análisis de peligros.
- Identificar los puntos críticos de control (PCC).
- Establecer límites críticos para los puntos críticos de control.
- Establecer procedimientos de supervisión.
- Establecer acciones correctivas.
- Establecer procedimientos de verificación.

- Establecer los procedimientos de mantenimiento de registros y documentación.

1.4.4. Norma IFS (*International Food Standard*)

Es una norma creada en colaboración de las federaciones de las cadenas de distribución de Alemania, Francia e Italia, que regula los sistemas de gestión de la calidad, en empresas del sector de la alimentación, con el objetivo de lograr la máxima seguridad en los procesos de fabricación y/o manipulación de alimentos (Avantium Business Consulting, 2011).

Esta norma ayuda a mantener la seguridad en la calidad de los alimentos que trabaja, para brindar un mejor servicio. Está enfocada a todas las empresas del sector de la alimentación que sean fabricantes o envasadores de productos alimenticios, sobre todo aquellos que son proveedores de productos alimenticios con marcas del distribuidor. El regular la calidad de los productos alimenticios permite que estos sean seguros y confiables.

1.4.5. Norma internacional ISO 22000

La Norma Internacional ISO 22000 especifica requisitos:

Para implantar un sistema de gestión de la inocuidad de alimentos cuando una organización en la cadena alimentaria necesita demostrar su capacidad para controlar los peligros relacionados con la inocuidad de los alimentos, con el objeto de asegurarse de que el alimento es inocuo en el momento del consumo humano. (Maio, 2014, p. 2)

Aun si las empresas son pequeñas o están en vías de crecimiento o expansión internacional, “es aplicable a todas las organizaciones, sin importar tamaño, que estén involucradas en cualquier aspecto de la cadena alimentaria y deseen implementar sistemas que proporcionen de forma coherente productos inocuos (producción, procesamiento, distribución, almacenamiento y manipulación)” (Maio, 2014, p. 2). Esto se realiza con el fin de garantizar la inocuidad de los alimentos que son ofrecidos al consumidor y al mismo tiempo garantizar y respaldar a las empresas que los distribuyen.

Tabla III. **Comparación normas de seguridad alimentaria**

	IFS	BRC	ISO 22000
Quien solicita la norma	Empresas de distribución alimentaria de Francia, Alemania e Italia, principalmente.	Empresas de distribución alimentaria de Reino Unido.	Cualquier empresa que quiera una garantía de que los productos que se le van a suministrar son inocuos para el consumidor.
Empresas que pueden certificarse	Empresas dedicadas a la fabricación y/o elaboración de alimentos, aditivos e ingredientes.		Cualquier empresa que forme parte de la cadena alimentaria (producción, procesamiento, distribución, almacenamiento y manipulación) así como productores relacionados con la industria alimentaria (equipamientos, transporte, mantenimiento, detergentes, etc.).
Requisitos de las instalaciones	Requisitos específicos en cuanto a los exteriores, edificios, paredes, suelos, techos, ventanas, puertas, iluminación, etc.		No hay requisitos específicos, hay que valorar el riesgo de las instalaciones para saber como afectan a la inocuidad del producto.
Prerrequisitos del APPCC	No se detallan los prerrequisitos como tal, puesto que éstos son requeridos a lo largo de los diferentes apartados específicos de las normas.		Relación detallada de los prerrequisitos a evaluar e implantar.
APPCC (Análisis de peligros y puntos de control crítico)	Obligatorio según CODEX y con requisitos concretos.		Obligatorio según CODEX.
Sistema de calidad	Obligatorio con requisitos concretos.		Obligatorio.

Continuación de la tabla III.

Estructura de la norma	Requisitos específicos referentes a la: - Gestión de recursos - Proceso productivo - Residuos - Recepción y almacenamiento de mercancías - Trazabilidad - Gestión del producto no conforme - Gestión de incidentes - Etc.		Estructura general muy similar a la ISO 9001, incluyendo en detalle el APCCC.
Método de evaluación de la auditoría	Valoración de los criterios con puntuación. El grado del certificado depende de la puntuación obtenida.	Número de no conformidades críticas, mayores o menores El grado del certificación depende del nº de no conformidades y tipo obtenidas.	No conformidades mayores, menores y observaciones. El grado del certificado depende de si se obtienen no conformidades mayores o no.
Grado del certificado y frecuencia de auditorías	-ALTO -BASICO Auditorías cada 12 meses	-A (Cada 12 meses) -B (Cada 12 meses) -C (Cada 6 meses) -D (Certificación no concedida)	APTO Auditorías cada 12 meses
Validez del certificado	1 año.		3 años con auditorías periódicas anuales.

Fuente: Avantium Business Consulting (2011). *Normas de Seguridad Alimentaria*. Consultado el 25 de mayo de 2020. Recuperado de <http://www.avantium.es/>.

1.5. Contaminantes químicos

Como en la mayoría de las industrias, en los alimentos también existen contaminantes químicos.

Es toda sustancia orgánica e inorgánica, natural o sintética que se encuentra en cualquiera de los estados físicos de la materia y que tiene probabilidades de afectar la salud de las personas o causar algún efecto negativo en el medio ambiente. Los efectos de los contaminantes son

distintos ya que dependen de su nivel de actuación y su toxicidad. (Eusko, 2011, p. 40)

Estos debido a su nivel de toxicidad deben ser tratados y neutralizados de diferentes maneras y métodos.

Los denominados tóxicos se refieren a elementos cuyo peso específico es superior a 5 g/cm^3 y que tiene un número atómico por encima de 20. No obstante, no todos los elementos que tienen esas características tienen funciones análogas biológicas. Debido a las pequeñas cantidades que se manejan se denominan elementos traza. (Juárez, 2006, p. 11)

Los alimentos pueden tener productos químicos ya sea porque se hayan añadido intencionalmente por razones tecnológicas, por ejemplo, los aditivos alimentarios, o debido a la contaminación ambiental del aire, el agua o el suelo. “La vía primaria de entrada de elementos tóxicos en el hombre es la ingestión de alimentos” (Soraya, Toutcha y Quintana, 2006, p. 149). Los productos químicos presentes en los alimentos son un problema de salud en todo el mundo y son la principal causa de los obstáculos al comercio.

1.5.1. Contaminantes metálicos o metales pesados

Para Juárez (2006):

Los contaminantes metálicos o metales pesados están considerados como contaminantes químico tóxicos de acuerdo a sus propiedades eco-toxicas, principios químicos, conductividad eléctrica, efectos biológicos, entre otros, designándose esta clasificación por la Unión Internacional de

Sustancias Químicas Puras y su Aplicación por la Comisión Clínica Humana de Sustancias Tóxicas en sus siglas en inglés IUPAC (pp. 12-15).

Los metales pesados son de toxicidad extrema porque, como iones o en ciertos compuestos, son solubles en agua y el organismo los absorbe con gran facilidad. Dentro del cuerpo, tienden a combinarse con las enzimas y a inhibir su funcionamiento. Dosis muy pequeñas producen consecuencias fisiológicas o neuronales graves, enfermedades cardiovasculares, renales, nerviosas así como enfermedades de los huesos. La toxicidad de los metales pesados varía de persona a persona, esto significa que algunas personas son más afectadas que otras.

Los metales denominados oligoelementos son esenciales en el ciclo de vida de los seres vivos, otros metales pesados no ejercen función biológica alguna, y otros a partir de ciertas concentraciones son considerados peligrosos, “los principales metales tóxicos que se encuentran dispersos en cualquier medio son: mercurio (Hg), cadmio (Cd), plomo (Pb), cobre (Cu), cinc (Zn), estaño (Sn), cromo (Cr), vanadio (V), bismuto (Bi) y el aluminio (Al)” (Juárez, 2006, p. 12).

1.5.1.1. Arsénico (As)

El arsénico está ampliamente distribuido en la corteza terrestre. Se encuentra tanto en suelos como en aguas y en la mayoría de los tejidos vegetales y animales, sin embargo, no se conoce ninguna mina explotable y el elemento se obtiene como subproducto en la producción de otros metales como cobre y plomo.

Para Eusko (2011):

El arsénico tiene muchas aplicaciones en la industria metalúrgica, especialmente en la obtención de aleaciones. Pero se usa, sobre todo, en la industria química para la elaboración de medicamentos y plaguicidas.

La utilización de plaguicidas arsenicales ha sido considerada como la fuente principal de contaminación ambiental en las últimas décadas. El arsénico es un tóxico persistente cuya presencia en las zonas contaminadas se mantiene después de muchos años. Debido a la posibilidad de incorporación del arsénico a la cadena alimentaria, el uso de muchas de estas sustancias está actualmente restringido o completamente prohibido.

La toxicidad del arsénico para el hombre depende en gran medida de la forma química en que sea ingerido. Los compuestos orgánicos que se encuentran en concentraciones elevadas de forma natural en los pescados, moluscos y crustáceos son menos tóxicos que las formas inorgánicas. El arsénico puede producir intoxicaciones tanto agudas como crónicas siendo el trióxido de arsénico la causa más frecuente de las primeras. El arsénico trivalente es capaz de unirse a los grupos tioles e inhibir la acción de determinadas enzimas relacionadas con el metabolismo celular y la respiración.

La intoxicación crónica por arsénico produce anorexia acompañada de alteraciones gastrointestinales, neuritis periférica, conjuntivitis y lesiones de la piel que incluyen hiperqueratosis y melanosis. Este oscurecimiento de la piel es característico de una

exposición prolongada a arsénico y puede ser un factor en el desarrollo de cáncer de piel. Actualmente existen evidencias suficientes de su efecto carcinógeno para el hombre y el IARC lo incluye en el grupo 134. El arsénico orgánico ingerido a través de los pescados se absorbe eficientemente del tracto gastrointestinal y el 70-80 % es eliminado en una semana principalmente en la orina. En la mayoría de los estudios de dieta total consultados sólo se determinan los niveles de arsénico total. Como las ingestas de arsénico total son casi siempre muy bajas, se evita el tener que realizar la determinación de arsénico inorgánico que es más laboriosa. (p. 41-42)

1.5.1.2. Cadmio (Cd)

El cadmio es un elemento poco abundante en la naturaleza que se obtiene como subproducto de la minería y de la extracción de zinc y de plomo, es uno de los contaminantes metálicos de los alimentos más peligrosos debido no solo a su elevada toxicidad y capacidad de acumulación en la cadena alimentaria sino también a su amplia distribución derivada de sus numerosas aplicaciones industriales.

Para Eusko (2011):

La producción comercial de cadmio y su utilización en distintas actividades como la galvanoplastia, la fabricación de pigmentos para esmaltes, la fabricación de pilas o la obtención de diferentes aleaciones, pueden contaminar aire, suelos y aguas. El cadmio está también presente en pequeñas cantidades en los fertilizantes fosfatados, desde donde puede cederse al suelo y de éste a los vegetales.

La ingesta de alimentos constituye la fuente más importante de exposición a cadmio de la población general. Sin embargo, en zonas no contaminadas, la absorción debida al consumo de tabaco en los fumadores de más de 1 cajetilla diaria puede igualar la ingesta de cadmio a partir de los alimentos. Sólo en caso de exposición laboral, la absorción pulmonar de cadmio por inhalación en el lugar de trabajo es la vía de exposición mayoritaria.

Aproximadamente se absorbe un 5 % del cadmio presente en los alimentos. Este porcentaje puede alcanzar el 15 % si hay deficiencia de hierro. El cadmio se acumula principalmente en hígado y riñón donde puede concentrarse hasta un 85 % de la carga corporal de este elemento. Se considera que el riñón es el órgano diana crítico tanto en la población general como en poblaciones expuestas.

Los trastornos relacionados con la toxicidad crónica del cadmio incluyen daños renales e hipertensión, así como lesiones óseas y pulmonares. La exposición ocupacional incrementa el riesgo de cáncer en el tracto respiratorio. Los compuestos de cadmio han sido clasificados por la Agencia Internacional de Investigación sobre Cáncer (IARC) como probablemente cancerígenos (Grupo 2A). La legislación española establece límites máximos permitidos de cadmio en los alimentos que oscilan entre 0.5 mg/kg (sal común) y 1 mg/kg (pescados y productos de la acuicultura: moluscos bivalvos y gasterópodos, crustáceos y cefalópodos). (p. 34)

Es necesario regular y mantener especificaciones para el consumo de ciertos alimentos. “Además, como ya se ha mencionado, en la propuesta de Reglamento de la UE se establecen límites máximos de cadmio para distintos

alimentos que oscilan entre 0.01 mg/kg (vino) y 2 mg/kg (riñones, moluscos y centollo)” (Eusko, 2011, p. 35). No se puede evitar el consumo de alimentos que contienen cadmio, pero si se pueden consumir con menor frecuencia.

1.5.1.3. Mercurio (Hg)

La principal fuente natural de mercurio es la desgasificación de la corteza terrestre, incluyendo las emisiones volcánicas y la evaporación de los océanos, a ésta hay que añadir la extracción minera del mercurio y los productos derivados de sus diferentes aplicaciones en la industria cloroalcalina, en la industria de pinturas, o en la fabricación de equipos eléctricos e instrumentos de precisión.

Para Eusko (2011):

También son fuente de contaminación actividades como la utilización de combustibles fósiles, la producción de acero, cemento y fosfatos y la fundición de minerales con sulfuro. La utilización de fungicidas alquimercuriales para el tratamiento de semillas fue también, hasta su prohibición, una fuente importante de este elemento

El mercurio procedente de todas las fuentes contamina los alimentos y las aguas, siendo actualmente la ingesta de alimentos, y más concretamente de especies acuáticas, la vía de exposición más importante para el hombre, la toxicidad del mercurio depende de la forma química en la que se encuentra. El mercurio elemental apenas es tóxico por vía oral porque se absorbe muy poco y se elimina con mucha rapidez.

En cambio, en forma de vapor es absorbido rápidamente por los pulmones pudiendo dar lugar a intoxicaciones tanto agudas como crónicas. Los compuestos inorgánicos del mercurio son más tóxicos que el propio metal pero los efectos biológicos más severos son los de algunos compuestos orgánicos y, de hecho, el metilmercurio está entre los 6 compuestos químicos más peligrosos en el medio ambiente según el Programa Internacional de Seguridad Química (IPCS). El metilmercurio se absorbe con facilidad en el intestino (aproximadamente un 95 % de la cantidad ingerida) y tiene tendencia a acumularse el cerebro, así como en hígado y riñones.

Los efectos clínicos de una intoxicación por metilmercurio se deben fundamentalmente a alteraciones del sistema nervioso que se manifiestan con trastornos sensitivos y motores, muchos países han establecido niveles máximos permitidos de mercurio en pescados que oscilan entre 0.5 y 1 mg/kg según las diferentes legislaciones. En España es de aplicación la normativa comunitaria donde se establece que el contenido de mercurio en la parte comestible de los productos de la pesca no podrá superar 0.5 mg/kg de producto fresco en todas las especies excepto las consignadas específicamente en un anexo (incluye atún, bonito, mero, rape, entre otros) para las que se permite hasta 1 mg/kg. (pp. 36-37)

1.5.1.4. Plomo (Pb)

Existe variedad de contaminantes que de una forma u otra afectan al ser humano. “El plomo es uno de los contaminantes que se encuentra más ampliamente distribuido en la naturaleza” (Eusko, 2011, p. 30). La

contaminación no se puede evitar, pero sí se pueden buscar medios para regularla.

Para Eusko (2011):

Su elevada resistencia a la corrosión le ha hecho encontrar numerosas aplicaciones, entre las que destacan la fabricación de acumuladores eléctricos (baterías) y de soldaduras. Los derivados tanto orgánicos como inorgánicos del plomo también encuentran aplicación en muchos sectores como la industria del vidrio y de la cerámica, la fabricación de pinturas y de aditivos para las gasolinas entre otros. Las emisiones más importantes de plomo a la atmósfera proceden de la combustión de gasolinas con aditivos antidetonantes (tetraetilo de plomo), de las fundiciones de plomo y cobre y de las industrias del hierro y del acero.

La deposición atmosférica de plomo en los vegetales es la vía principal de entrada de este metal en la cadena alimentaria, mientras que apenas existe incorporación desde el suelo a través de las raíces de las plantas. Asimismo, la progresiva eliminación de las conducciones de plomo en las redes de distribución ha conducido a que la ingesta de plomo procedente del agua de bebida sólo sea importante en situaciones concretas. En los últimos años se ha observado un descenso progresivo de la exposición a plomo en casi todos los países desarrollados que se atribuye fundamentalmente al aumento del uso de gasolinas sin plomo y a la eliminación casi total de las soldaduras de plomo de los envases metálicos.

La absorción de plomo por vía oral es cercana al 10 % en adultos y se incrementa hasta el 50 % en niños. El plomo absorbido se distribuye

en distintos órganos y tejidos como riñón, hígado, encéfalo y huesos. Dada su similitud con el calcio, el mayor depósito de plomo se localiza en el tejido óseo, entre los efectos tóxicos del plomo destaca su acción sobre el riñón y sobre el sistema nervioso, reproductor, hematopoiético e inmune.

La ingestión crónica de plomo se acompaña con frecuencia de anemias leves por inhibición de la síntesis de hemoglobina y reducción de la vida de los eritrocitos en circulación. También puede producirse una alteración del sistema nervioso que se manifiesta con deterioros mentales y parálisis motoras. Por otra parte, hay evidencia de que exposiciones muy prolongadas, aunque sean bajas, pueden producir nefropatías crónicas.

La legislación española establece límites máximos permitidos de plomo en los alimentos que oscilan entre 0.1 mg/kg (aceites vegetales comestibles, grasas animales y vegetales comestibles) y 5 mg/kg (pescados y productos de la acuicultura: moluscos bivalvos y gasterópodos, té y café). La Unión Europea (UE) ha elaborado una propuesta de Reglamento para establecer límites de plomo y cadmio en alimentos. En dicho proyecto se establecen límites máximos para distintos alimentos que oscilan entre 0.02 mg/kg (alimentos infantiles, café, té y bebidas refrescantes) y 1.0 mg/kg (pescados: moluscos bivalvos y crustáceos).

En cuanto a la concentración máxima admisible de plomo en el agua, actualmente es de 50 µg/L aunque está en fase de tramitación la Propuesta de Directiva del Consejo relativa a la calidad de las aguas destinadas al consumo humano en la que se establece un nuevo límite

de 10 µg/L (que se alcanzaría progresivamente en 15 años a partir de la entrada en vigor de la Directiva).

El plomo está presente en pequeñas cantidades en la mayor parte de los alimentos de la dieta y los grupos que más contribuyen a su ingesta son los de bebidas alcohólicas, pan, frutas, pescados y verduras. Resulta llamativo el hecho de que las bebidas alcohólicas sea el grupo que más plomo aporta a la dieta. (pp. 31 32)

1.5.1.5. Fuente de los metales pesados

Los más comunes son el suelo contaminado en el que se cultivan alimentos, lodos residuales, fertilizantes químicos y plaguicidas utilizados en la agricultura, la utilización de materiales durante el proceso de producción. Origen Natural: Los elementos tóxicos contenidos en el material original, al meteorizarse, se concentran en los suelos. Estas concentraciones naturales de metales pueden llegar a ser tóxicas para el crecimiento de las plantas. (Crompton, 1996, pp. 25-28)

Los metales pesados presentes en los alimentos provienen de diversas fuentes. "Concentraciones naturales muy altas en los suelos pueden ocasionar acumulación de algún metal en plantas y ocasionar efectos tóxicos para los animales que las consumen" (Crompton, 1996, p. 30). Estos metales siempre formaran parte del diario vivir, porque se encuentran en todos lados.

Los metales siempre se encontrarán en los diferentes suelos. "Se debe destacar que la concentración de los metales en los suelos varía considerablemente con la profundidad, como ocurre generalmente con todas las

propiedades de los suelos” (Crompton, 1996, p. 33). Unos suelos siempre estarán más cargados de metales que otros.

Para García (1997):

El ser humano siempre tendrá algo que ver con respecto a los metales. Fuente Antropogénica. Las actividades humanas ejercen un efecto considerable en la concentración y movilidad de los metales.

- Productos químicos agrícolas y lodos residuales.
- Actividades de minería y fundición, todas estas operaciones pueden producir una contaminación localizada de metales. El polvo originado puede ser depositado en los suelos a muchos kilómetros de distancia.
- Generación de electricidad y otras actividades industriales. La combustión de carbón es una de las principales fuentes de deposición de metales en suelos. Las centrales térmicas de combustión de petróleo pueden ser fuentes de plomo, níquel y vanadio. Siempre existirán formas para producir metales.
- Las mayores fuentes industriales de metales incluyen fábricas de hierro y acero que emiten metales asociados con las menas de hierro, como el níquel. Las fábricas de baterías, pueden emitir cantidades considerables de plomo. Los metales asociados con áreas altamente industrializadas incluyen arsénico, cadmio, cromo, hierro, níquel, plomo, zinc y mercurio.

- Residuos domésticos. aproximadamente el 10 % de la basura está compuesta de metales. Uno de los problemas más serios de las sociedades modernas es como deshacerse de este volumen de basuras. Las dos alternativas son enterrar o incinerar. El enterramiento puede contaminar las aguas subterráneas, mientras que la incineración puede contaminar la atmósfera al liberar algunos de los metales volátiles. (pp. 20-21)

1.6. Aspectos metodológicos en el análisis de elementos traza

Los análisis y mediciones siempre se deberán regir por ciertas características. “Los métodos analíticos utilizado en la medición de elementos traza y ultra traza deben cumplir las siguientes características: sensibilidad, especificidad, precisión, exactitud y ser relativamente rápidos” (Mizuike, 1983, p. 8). Los límites de detección son muy importantes porque la concentración de los elementos traza y los ultra traza, son del orden de microgramos (μg) o nano gramos (ng), respectivamente.

Para Mizuike (1983):

Las técnicas más empleadas son la espectrometría de absorción atómica con atomización de llama (FAAS), la espectrometría de absorción atómica con atomización electrotérmica o de horno de grafito (ETAAS), los de emisión atómica con fuentes de plasma de acoplamiento inducido (ICP-OES), y la espectrometría de masas con plasma de acoplamiento inducido (ICP-MS).

Las reglas básicas establecidas para el análisis trazan e indicadas a continuación deberían ser seguidas para el procedimiento completo de

análisis. Para llegar a obtener resultados siempre se tendrá que realizar antes, un análisis.

- El procedimiento analítico debería ser lo más simple posible (el mínimo de manipulación).
- Los análisis deberían realizarse en un ambiente limpio a fin de reducir el riesgo de contaminación.
- La manipulación de la muestra debería hacerse utilizando guantes.
- Todo el material que entre en contacto con las muestras debe ser en lo posible puro e inerte. Generalmente este requerimiento se cumple con cuarzo, teflón, polietileno y polipropileno.
- El instrumental y los contenedores deberán limpiarse rigurosamente para proporcionar bajos niveles de blanco.
- Deberán utilizarse sólo reactivos purificados y agua de alta pureza.
- Todas las etapas del proceso analítico deben ser efectivamente monitoreadas y probadas mediante el análisis de materiales de referencia estándar apropiados y de blancos químicos. (pp. 8-9)

Figura 1. **Control de contaminación y pérdidas**

<p>Regla básica para la limpieza del equipamiento :</p> <p>Cada ítem que no se ha limpiado lleva el riesgo de contaminar !</p>
<p>Limpieza del material de vidrio y plástico (polietileno, polipropileno, etc) :</p> <p>- Sumergir en HCl o HNO₃ 1M durante 24 horas, enjuagar bien con agua pura, secar en un lugar libre de polvo, guardar en bolsas plásticas o en cajas herméticas</p> <p>Limpieza de teflón, cuarzo :</p> <p>- Hervir en HNO₃ 4M durante 8 horas, enjuagar bien con agua pura, secar en un lugar libre de polvo, guardar en bolsas plásticas o en cajas herméticas</p>

Fuente: Vandecasteele (1993). *Modern Methods for Trace Element Determination*.

1.6.1. Espectrofotometría

Para Mizuike (1983):

Se basa en la relación entre la absorción de la radiación visible o ultravioleta cercana de una solución y la concentración de las especies coloreadas en la solución. El analito tiene que ser convertido a un complejo coloreado antes del análisis. La instrumentación básica es todavía relativamente simple y de bajo costo en comparación con los instrumentos que se requieren para las otras técnicas de análisis de metales.

El método puede automatizarse fácilmente para el análisis rutinario y da resultados con una buena sensibilidad y precisión. Las desventajas de esta técnica son que a menudo se requiere un control estricto del pH y un estado de oxidación específico y también puede haber problemas con la interferencia de otros metales (p. 10-11).

1.6.2. Espectrofotómetros

Son equipos que se utilizan para medir la luz a una longitud de onda específica, permiten comparar la radiación absorbida o transmitida por una solución que contiene una cantidad desconocida de soluto y una que contiene una cantidad conocida de la misma sustancia. (Gray, 1988, p. 257)

El espectrofotómetro está compuesto por:

- Fuente de luz: ilumina la muestra química o biológica, pero para que realice su función debe cumplir con las siguientes condiciones: estabilidad, direccionalidad, distribución de energía espectral continua y larga vida.
- Monocromador: aísla las radiaciones de longitud de onda deseada, logrando obtener luz monocromática. Está constituido por aberturas de entrada y salida, colimadores y el elemento de dispersión.
- Colimador: es un lente que lleva el haz de luz entrante con una determinada longitud de onda hacia un prisma, el cual separa todas las longitudes de onda de ese haz logrando que se redireccione hacia la abertura de salida.
- Compartimiento de muestra: es donde se lleva a cabo la interacción radiación electromagnética (REM) con la materia.
- Detector: se encarga de evidenciar una radiación para que posteriormente sea estudiada y saber a qué tipo de respuesta se enfrentarán (fotones o calor).
- Registrador: convierte el fenómeno físico en números proporcionales al analito en cuestión.

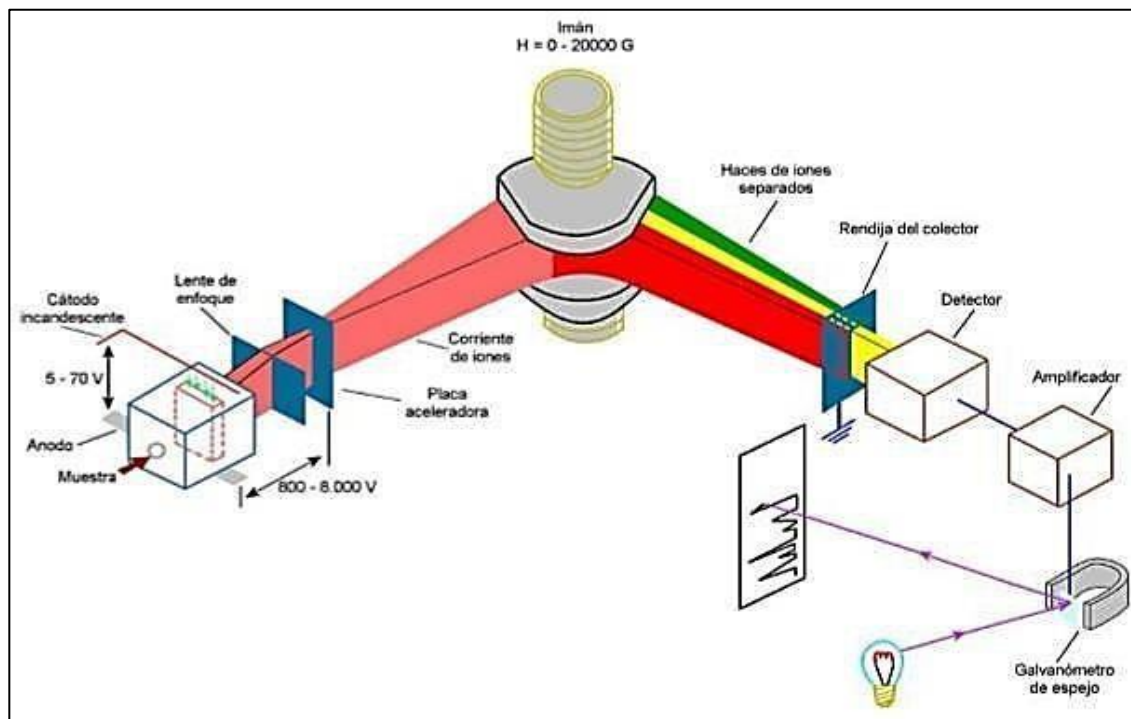
1.6.2.1. Espectrofotómetro de masas de plasma acoplado inductivamente (ICP-MS)

Las técnicas de análisis ayudan a poder determinar ciertos componentes. “Aunque la ICP-MS es una técnica analítica relativamente nueva, se ha

posicionado rápidamente como una de las técnicas más útiles y versátiles para la determinación de trazas en el análisis de alimentos” (Gray, 1988, p. 258). El análisis muestra la existencia de elementos que se pretenden estudiar y conocer más a fondo.

Mediante la espectrometría de masas con plasma de acoplamiento inductivo es posible determinar de forma cuantitativa la mayoría de los elementos de la tabla periódica a niveles de traza y ultratrazas, partiendo de muestras en disolución acuosa.

Figura 2. **Esquema de un espectrómetro de masas clásico**

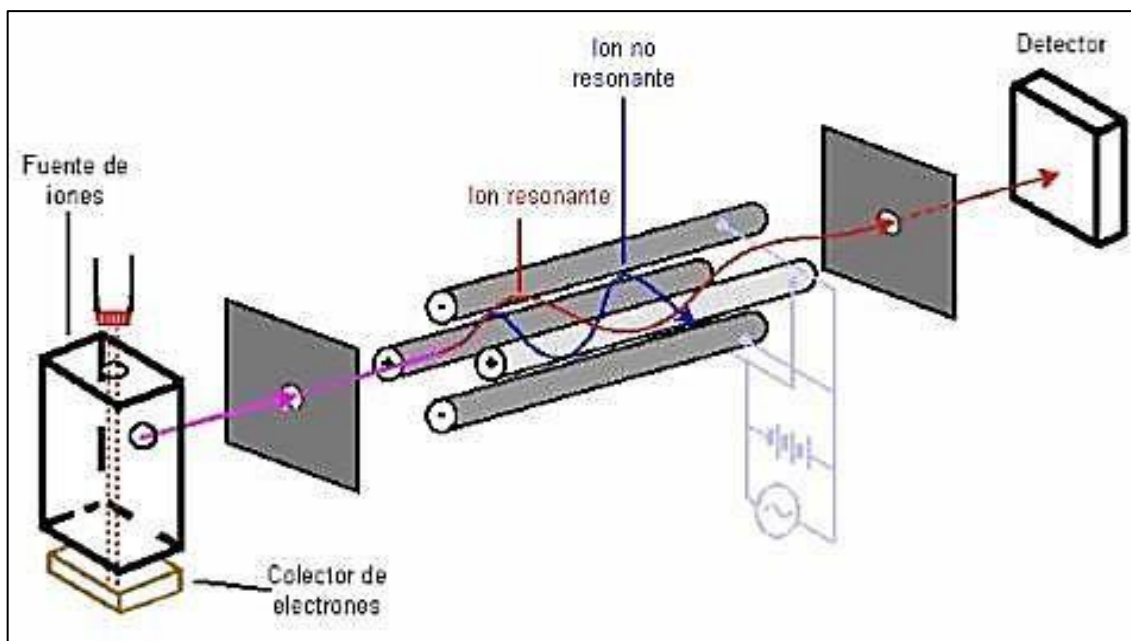


Fuente: Gray, A. (1988). *Inorganic mass spectrometry*. Consultado el 2 de junio de 2020.

Recuperado de www.interscience.wiley.com.

En esta técnica se combina una fuente de ion plasma a alta temperatura y a presión atmosférica con un espectrómetro de masa bajo vacío como un detector sensible. Los iones producidos en el plasma son maestreados en una dirección axial a través de un orificio estrecho (aproximadamente 0,7- 1,2 mm de diámetro) dentro de un interfaz bombeado diferencialmente con lentes electroestáticas y desde allí extraídos hacia el analizador de masa. Para la mayoría de los tipos de ICP-MS, se utiliza un cuadrupolo para la separación de masa, pero recientemente se encuentran disponibles instrumentos de sector magnético de alta resolución. (Gray, 1988, p. 300)

Figura 3. **Esquema de un analizador de masas cuadrupolar**

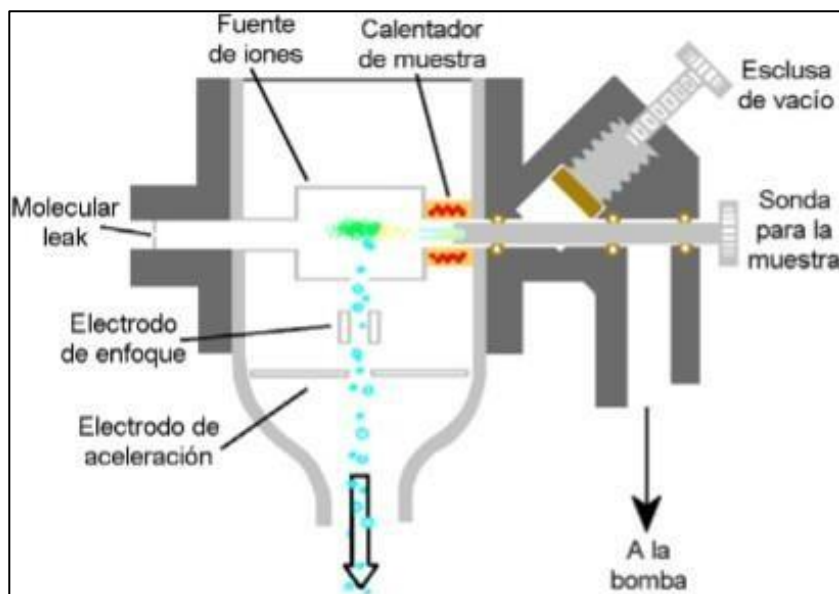


Fuente: Gray, A., (1988). *Inorganic mass spectrometry*. Consultado el 2 de junio de 2020.
Recuperado de www.interscience.wiley.com.

Los iones transmitidos son detectados por un multiplicador de electrones fuera de eje, el cual puede operarse en los modos análogo y/o conteo de

pulso. La captura de los datos puede hacerse en los modos de exploración (scanning) o de pico. En el primer modo, se explora la región de la masa con los isótopos de interés mientras que en el modo de pico sólo se miden los iones preseleccionados. La forma más común de introducir la muestra es la inyección directa de soluciones utilizando un nebulizador neumático y una cámara spray. (Gray, 1988, p. 300)

Figura 4. **Sistema de introducción de muestras**



Fuente: Gray, A., (1988). *Inorganic mass spectrometry*. Consultado el 19 de junio de 2020.

Recuperado de www.interscience.wiley.com.

Según Gray (1988):

Debido a la alta temperatura del plasma, los compuestos del analito en el aerosol son disociados eficientemente, atomizados y se forman iones con una carga positiva. La forma más común de introducción de la muestra en ICP-MS es la nebulización de la solución de la muestra. Durante los

últimos años se ha desarrollado una gran variedad de otros métodos. Las muestras sólidas pueden ser analizadas directamente, sin una disolución preliminar, mediante volatilización electrotérmica, nebulización termospray o ablación láser. Las muestras gaseosas tales como hidruros volátiles o compuestos que eluyen de una cromatografía de gas también pueden introducirse en forma directa y eficiente dentro de ICP.

Los límites de detección de los instrumentos con cuádrupolo para la mayoría de los elementos son mejores que 0,1 µg/L. Los instrumentos de sector magnético de alta resolución permiten límites de detección inferiores a 0,05 ng/L. Ventajas adicionales, más allá de los excelentes límites de detección, incluyen un rendimiento de muestras extremadamente alto (>100 muestras/día) y la disponibilidad de información isotópica. La principal desventaja de la ICP-MS consiste en el alto costo del instrumento y de funcionamiento (derivado principalmente de un gran consumo de gas argón puro y la existencia de interferencias isobáricas en el rango de masa baja (< 80 urna) (p. 300).

1.6.3. Interferencias en el análisis de ICP-MS

Interferencias las hay de muchas clases. “El análisis está sujeto a distintos tipos de interferencias” (Vaandecasteele, 1993, p. 92). Estas se dan de acuerdo con lo que se está investigando o estudiando.

- Picos de iones de óxidos, iones cargados doblemente e iones poliatómicos ya sea a partir del analito, la matriz de la muestra o del solvente. Estos picos complican el espectro y pueden causar serias interferencias espectrales si ocurren en masas de iones con carga individual. Ellos no pueden ser resueltos utilizando analizadores

cuadripolo pero pueden minimizarse optimizando las condiciones de funcionamiento de los instrumentos o utilizando métodos alternativos de introducción de la muestra.

- Elección del solvente puede contribuir a reducir las interferencias de fondo.
- Interferencias poliatómicas en muchos casos pueden eliminarse utilizando instrumentos de sector magnético de alta resolución de mayor costo, lo cual permite una resolución de masa hasta 8000.
- La ICP-MS también sufre de efectos de la matriz, por ejemplo la matriz induce cambios de la intensidad de la señal iónica especialmente en concentraciones de > 1 g/L de sólidos disueltos. En altas concentraciones de sales, pueden observarse efectos de la matriz tales como supresión de la ionización o efectos de carga espacial. Se utilizan diversos métodos para corregir o superar estos efectos de la matriz: dilución de la muestra, compatibilización de la matriz, uso de un estándar interno, adición de estándar, separación química dilución isotópica.

1.7. Desarrollo de un método cuantitativo y su validación

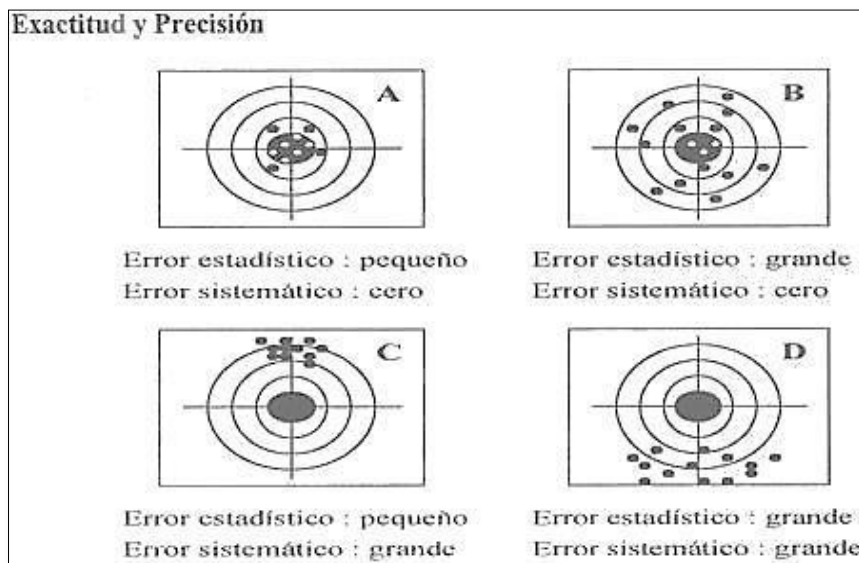
La principal dificultad en la determinación de elementos traza en el análisis de alimentos es la exactitud y precisión de los resultados analíticos, una técnica analítica bien desarrollada y validada debería proporcionar resultados sin error sistemático (exactos) y un pequeño error estadístico (precisos). Los métodos absolutos como por ejemplo volumetría, gravimetría, electro gravedad, colorimetría y dilución isotópica son, por lo general, muy precisos y exactos pero, a menudo, no pueden

aplicarse a los análisis de minerales o elementos traza. (Vaandecasteele, 1993, p. 100)

1.7.1. Métodos cuantitativos

“Método que permite determinar la presencia o ausencia de un analito en una muestra o matriz. Los métodos comparativos tales como los métodos espectro químicos requieren de calibración contra estándares conocidos para obtener resultados cuantitativamente exactos”. (Vaandecasteele, 1993, p. 120)

Figura 5. Metodología de determinaciones analíticas



Fuente: Vandecasteele, C. (1993). *Modern Methods for Trace Element Determination*.

1.7.2. Validación de métodos

Para Vaandecasteele (1993):

La validación de un método analítico es un paso fundamental para asegurar que los resultados entregados por dicho método son confiables. Cuando se realiza la validación de un método por parte del laboratorio, lo que se busca es poder determinar con fundamento estadístico que el método es adecuado para los fines previstos. Es esencial, entonces conocer el método a validar y su aplicabilidad, es decir, el analito, su concentración y la matriz (o matrices) en las cuales se desea utilizar.

- Pasos para la validación de un método
 - Establecer parámetros a evaluar y criterios de aceptabilidad, se estable cuáles serán los parámetros de validación del método, se estable el diseño experimental (materiales, recursos, equipos, reactivos) y el número de análisis que se va a realizar.
 - Desarrollo de pruebas experimentales, se lleva a cabo el desarrollo analítico del método, se realizan todas las pruebas experimentales necesarias.
 - Evaluación de resultados, se analizan los resultados que se obtuvieron en el desarrollo experimental y se verifica que el método cumpla con el fin establecido.
 - Informe de validación, se pone por escrito todo el proceso que se realizó para la validación. (p. 130)

1.7.2.1. Mediciones estadísticas

Para los fines de una validación, se utilizan normalmente ciertas mediciones estadísticas, que nos ayudan a establecer si el método se encuentra dentro de un parámetro aceptable, normalmente se determinan las siguientes:

- Media: conocida también como media aritmética o promedio, para Aguirre (2001) “es la cantidad total de la variable (muestra o medida) distribuida a partes iguales entre cada observación. En términos matemáticos, es igual a la suma de todos sus valores dividida entre el número de sumandos” (p. 50).

$$X \equiv \frac{\sum x_i}{n} \quad (\text{Ecuación 1})$$

Donde:

x_i = valor de una lecturan = número de lecturas

- Desviación estándar: es el promedio de lejanía de los valores obtenidos (lecturas) respecto del promedio.

$$(r) = 1,0484 * Med\{x_{i1} - x_{i2}\} \quad (\text{Ecuación 2})$$

Donde:

- (r) = desviación estándar de repetibilidad.
- Med = mediana de los datos obtenidos

- x_{i1} y x_{i2} = son los dos resultados de cada repetición

“Coeficiente de Variación (CV): desviación estándar dividida por la media. También es conocida como desviación estándar relativa (RSD). El coeficiente de variación puede ser expresado en porcentaje”. (Aguirre, 2001, p. 51)

$$(r) \equiv \frac{SD(r)}{Med} * 100 \quad \text{(Ecuación 3)}$$

Donde:

- (r) = coeficiente de variación de repetibilidad
- (r) = desviación estándar de repetibilidad
- Med = mediana de los datos obtenidos

Existen varias mediciones estadísticas y cada una tiene su propia función y la fórmula que la identifica. para Aguirre (2001) la varianza “es una medida de dispersión definida como el cuadrado de la desviación estándar” (p. 52). Estas permiten desarrollar un procedimiento para obtener un resultado.

1.7.2.2. Parámetros de validación

Hay diversos tipos de métodos que se emplean para validar. “En relación a los parámetros de validación o verificación estos deberán determinarse de acuerdo al tipo de método” (Aguirre, 2001, p. 50). Sus funciones son según sus características.

Tabla IV. **Parámetros de validación o verificación**

PARAMETRO A EVALUAR	CARACTERISTICA(S)	METODO CUALITATIVO	METODO CUANTITATIVO		
			NORMALIZADO	MODIFICADO	NUEVO
SELECTIVIDAD	Identificación analito Interferencia de matriz	Sí	No	Sí	Sí
LINEALIDAD	Rango lineal	No	Sí	Sí	Sí
SENSIBILIDAD	Pendiente	No	Sí o No	Sí	Sí
LIMITES	Crítico (LC) Detección (LOD) Cuantificación (LOQ)	Sí	Sí o No	Sí	Sí
PRECISION	Repetibilidad Reproducibilidad	No	Sí	Sí	Sí
VERACIDAD	Sesgo (s) Recuperación (R)	No	Sí o No	Sí o No	Sí
ROBUSTEZ	Test de Youden y Steiner	No	No	Sí o No	Sí
APLICABILIDAD	-----	Sí	Sí	Sí	Activar Síndov Ve a Configuración

Fuente: Aguirre (2001). *Validación de métodos analíticos*.

- **Linealidad**

La linealidad es la capacidad de un método de análisis, dentro de un determinado intervalo, de dar una respuesta o resultados instrumentales que sean proporcionales a la cantidad del analito que se habrá de determinar en la muestra de laboratorio. Con el fin de determinar el rango lineal se puede realizar mediante un gráfico de concentración versus respuesta, que se conoce como Función Respuesta (normalmente llamada recta de calibrado). Ésta se establece cada día con una cierta cantidad de valores formados por un blanco y los patrones de trabajos limpios de valor teórico conocido, que cubran el intervalo de trabajo. (Aguirre, 2001, p. 55)

- Límites

Límites se tienen de acuerdo a la necesidad que se presente. “Se debe tener en consideración los siguientes parámetros: límite de detección (LD) y límite de cuantificación (LC)” (Aguirre, 2001, p. 55). Se usan según los lineamientos que cada uno tenga.

Límite de detección (LD): concentración o cantidad real del analito presente en el material objeto de análisis que llevará, con una probabilidad $(1-\beta)$, a la conclusión de que la concentración o cantidad del analito es mayor en el material analizado que en el material testigo.

Se recomienda para su cálculo a lo menos seis mediciones de blanco matriz, testigo reactivo o concentración estimada cercana al blanco.

$$LOD = 2 t (1 - \alpha; v) \times S_o \text{ Si: } t (0.05, \infty) \rightarrow 1,645 LOD = 3,29 \times S_o \text{ (Ecuación 4)}$$

Donde:

- S_o = desviación estándar de las lecturas del blanco matriz $t = t$ -Student
- v = grados de libertad $1-\alpha$ = probabilidad b
- $LD = 3,29S_o$, cuando la incertidumbre del valor medio (esperado) del material testigo es insignificante, $\alpha=\beta = 0,05$ y el valor estimado tiene una distribución normal con una varianza constante conocida.

Límite de cuantificación (LOQ): una característica del funcionamiento del método que suele expresarse como señal del valor (verdadero) de la medición

que producirá estimaciones con una desviación estándar relativa (RSD) generalmente de 10 % (o 6 %). El LOQ se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$LOQ = 10 S_o \quad \text{(Ecuación 5)}$$

Se recomienda para su cálculo a lo menos seis mediciones de blanco matriz, testigo reactivo o concentración estimada cercana al blanco.

En este caso, el LOQ es exactamente 3,04 veces el límite de detección, dada la normalidad y $\alpha = \beta = 0,05$. En el LOQ es posible lograr una identificación positiva con un nivel de confianza razonable.

- Exactitud

El manual del Codex Alimentarius (2016) define la exactitud como el grado de concordancia entre el resultado de un ensayo y el valor de referencia. “El término “exactitud”, esta aplicado a un conjunto de resultados de un ensayo, y supone una combinación de componentes aleatorios y un componente común de error sistemático o sesgo” (p. 39). Cuando se aplica a un método de ensayo, el término exactitud se refiere a una combinación de veracidad y precisión.

- Precisión

Para Aguirre (2001):

La precisión podrá establecerse en términos de repetibilidad y reproducibilidad. El grado de precisión se expresa habitualmente en

términos de imprecisión y se calcula como desviación estándar de los resultados. Repetibilidad es la precisión bajo las condiciones de repetibilidad, es decir, condiciones donde los resultados de análisis independientes se obtienen con el mismo método en ítems de análisis idénticos en el mismo laboratorio por el mismo operador utilizando el mismo equipamiento dentro de intervalos cortos de tiempo. Se puede determinar registrando a lo menos 6 mediciones bajo las mismas condiciones (mismo operador, mismo aparato, mismo laboratorio y en corto intervalo de tiempo) de un analito en un Material de Referencia. Calcular la Desviación Estándar (S_r) y el porcentaje de coeficiente de variación ($CVR\%$).

Reproducibilidad intermedia es la precisión bajo las condiciones de reproducibilidad, es decir, condiciones donde los resultados de los análisis se obtienen con el mismo método de análisis en condiciones diferentes ya sea de laboratorio, diferentes operadores, usando distintos equipos, entre otros. Para determinar la precisión de la reproducibilidad intralaboratorio (R_i) es decir, la precisión dentro de un laboratorio, se sugiere realizar 3 mediciones de un Material de Referencia (MRC o material control) una vez por cada semana o el comportamiento de la curva de calibración en 3 días distintos.

También, se puede determinar registrando a lo menos 10 mediciones en días distintos, o en un mismo día cambiando a lo menos una condición analítica (ejemplo: operador, aparato, reactivos y largo intervalo de tiempo) de un analito en un Material de Referencia. Calcular la desviación estándar (S_{R_i}) y el porcentaje de coeficiente de variación ($CVR_i\%$). (p. 54)

La reproducibilidad intermedia puede ser calculada realizando tres mediciones de un Material de Referencia por tres diferentes analistas calificados como $[X_1 - X_2]$ esta no debe ser mayor al 35 % que corresponderáa un límite de reproducibilidad del 95 % de confianza

- Incertidumbre expandida

La incertidumbre posee fuentes que son analizadas. Para Aguirre (2001) “la incertidumbre de una medición es el parámetro asociado al resultado, es decir, caracteriza la dispersión de los valores que razonablemente pueden ser atribuidos al mesurando” (p .55).

La incertidumbre expandida debe ser obtenida a partir del análisis de dos matrices diferentes en triplicado en tres días diferentes obteniendo una diferencia menor al 40 % entre las mediciones.

Es necesario contar con un esquema cuando a fuentes de incertidumbre se trata. “Generalmente para el análisis de las fuentes de incertidumbre se utiliza el diagrama de espina de pescado u otro tipo de diseño esquemático que permita con facilidad identificar las fuentes de incertidumbre presentes durante el proceso analítico” (Aguirre, 2001, p. 54).

1.7.3. Control de calidad métodos analíticos

Para Aguirre (2001):

Cuando se desarrolla un nuevo método analítico, tiene que revisarse la exactitud para asegurar que se obtengan resultados confiables. Existen varias posibilidades para este propósito. Si se encuentra disponible en el

laboratorio otro método analítico validado, puede analizarse una serie de muestras por ambos métodos y comparar los resultados utilizando regresión lineal.

Los resultados obtenidos con el nuevo método se grafican en el eje y, y aquellos obtenidos con el método estándar en el eje x. El coeficiente de correlación y la línea de regresión dan información sobre la concordancia entre los métodos (por ejemplo, intercepto = 0, pendiente = 1, $r = 1$ en el caso ideal de una perfecta concordancia).

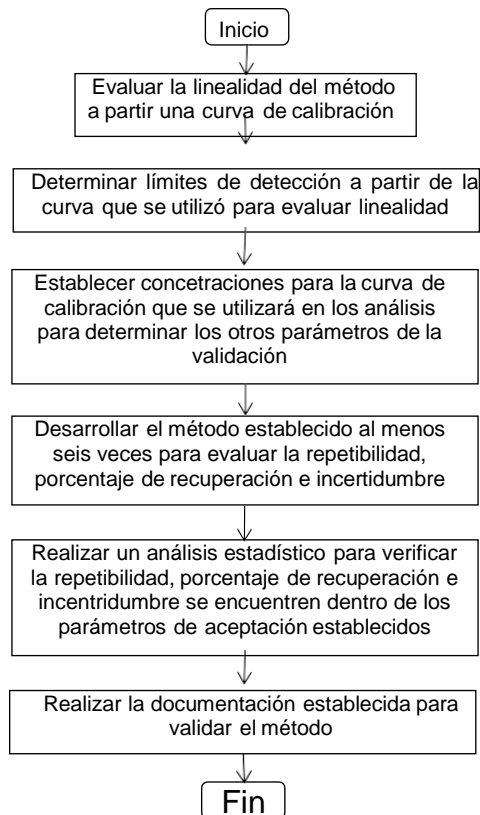
La exactitud de los resultados también puede revisarse analizando un material de referencia (MR) adecuado junto con la muestra. Los materiales de referencia son sustancias donde la concentración de uno o más elementos es certificada por un procedimiento técnicamente válido mediante un ente certificador prestigioso.

Es importante que el contenido del elemento y la matriz del material de referencia sean similares a aquellos de la muestra. Otro enfoque es el uso de métodos estándares de análisis emitidos por instituciones tales como la Asociación Americana de Químicos Analíticos Oficiales (AOAC). (pp. 40-41).

2. DESARROLLO E LA INVESTIGACIÓN

Durante la investigación, recopilación y ordenamiento de datos, fue necesario definir los parámetros para evaluar el método y realizar su validación. Se llevó a cabo una serie de repeticiones del método de determinación de contaminantes metálicos por espectrofotometría de absorción atómica, esto se hizo para tener los suficientes datos para realizar un análisis que permitiera evaluar la confiabilidad de la realización del método.

Figura 6. **Diagrama de flujo validación del método**



Fuente: elaboración propia.

Después de realizar la parte experimental se procedió evaluar la linealidad del método, los límites de detección, la repetibilidad y un análisis estadístico para conocer la incertidumbre del método. Esto se hizo para cada uno de los contaminantes metálicos: Plomo (Pb), Cadmio (Cd), Mercurio (Hg) y Arsénico (As).

Al tener todos los datos necesarios se realizó el documento que respalda que se ha desarrollado el método, en dicho documento se describe: el método, el grado de validación, la linealidad, los límites de detección, la repetibilidad y la incertidumbre de cada uno de los contaminantes metálicos que se evaluaron.

Para el desarrollo del método analítico se trabajó leche entera en polvo y cereal infantil de arroz. La parte experimental consistía en analizar las matrices con una concentración conocida de cada uno de los contaminantes metálicos que establece el método para después extraerlos y cuantificarlos, esto se realizó con el fin de conocer la eficiencia y exactitud del método.

El primer parámetro que se debía verificar era la linealidad del método, esto se debía realizar para cada uno de los contaminantes metálicos (Pb, Cd, Hg y As). La linealidad de cada uno de los contaminantes metálicos fue calculada utilizando una curva de área en función de la concentración, para determinar si el método era lineal en cada uno de los contaminantes metálicos se debía evaluar su coeficiente de correlación R^2 , el cual debía ser mayor a 0,995.

Posterior a la verificación de la linealidad se determinaron los límites de detección para cada uno de los contaminantes metálicos. Para evaluar estos parámetro se eligió una de las metodologías establecidas por el laboratorio de

aseguramiento de calidad, la cual consiste en elegir el punto más bajo de la curva señal en función de concentración en donde es lineal el método.

Los parámetros de repetibilidad e incertidumbre, fueron evaluados a partir de los datos obtenidos en la parte experimental, la cual consistía analizar las matrices con una concentración conocida de cada uno de los contaminantes metálicos. La extracción y cuantificación de los contaminantes metálicos se realizó en diferentes días para poder evaluar que independientemente de las condiciones ambientales y del analista el procedimiento establecido brindaba resultados verídicos.

Los resultados de la parte experimental se tabularon en el programa Microsoft Excel, concluida la parte experimental del proceso se dio inicio a realizar la documentación que respalda el desarrollo del método, inicialmente se verificó que los parámetros de linealidad, límite de detección, repetibilidad e incertidumbre cumplieran con los targets establecidos, estos parámetros fueron verificados utilizando el programa Q-Stat. Ya verificados los targets se procedió a realizar el documento de validación del método, para la realización de dicho documento se utilizó el programa Microsoft Word y los gráficos se realizaron en el programa Qti-Plot.

Se realizó un análisis estadístico para conocer la incertidumbre del método, este análisis utiliza estadística robusta y brinda un nivel de confianza del 95 %.

Los resultados obtenidos fueron calculados utilizando el software Q-Stat, programa utilizado internamente para realizar validaciones y verificaciones.

Q-Stat es un software utilizado para la evaluación estadística de la calidad en la información, así como para la evaluación de procesos, metodologías y sistemas, basado en los métodos estadísticos ampliamente reconocidos de evaluación y procedimientos, así como las normas de la industria y directrices empresariales.

3. PRESENTACIÓN DE RESULTADOS

En el presente capítulo se presentan los resultados obtenidos para el Desarrollo de la metodología analítica de espectrofotometría de absorción atómica para la determinación cuantitativa de contaminantes metálicos: Pb, Cd, Hg y As para verificar el cumplimiento de la seguridad alimentaria de leche entera en polvo y cereal infantil de arroz, estos fueron desarrollados tomando como referencia los objetivos de la investigación.

- Objetivo 1: definir los parámetros de linealidad, límite de detección repetibilidad, reproducibilidad y porcentaje de recuperación requeridos para la validación de un método analítico según el estándar Europeo EN 15763:2009

Se realizó la revisión del estándar Europeo EN 15763:2009 así como de la norma COGUANOR NTG ISO/IEC ISO 17025 con el objeto de determinar los parámetros necesarios para desarrollar y un método analítico previo al desarrollo de la metodología analítica.

La validación es la confirmación por pruebas y evidencias objetivas de que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico. Para validar un método analítico se debe tener documentos que demuestren científicamente que tiene la capacidad de cumplir con un fin previsto.

En un laboratorio analítico se valida con el fin de brindar a sus clientes resultados exactos, precisos, confiables y que sean reproducibles. La norma COGUANOR NTG ISO/IEC 17025 establece en el inciso 5.4.5.2: El laboratorio debe validar los métodos no normalizados, los métodos que diseña o desarrolla,

los métodos normalizados empleados fuera de alcance previsto, así como las ampliaciones y modificaciones de los métodos normalizados, para confirmar que los métodos son aptos para el fin previsto.

Durante la investigación, recopilación y ordenamiento de datos, fue necesario contar con las siguientes variables para evaluar el método y realizar su validación.

Tabla V. **Definición de parámetros a desarrollar para la determinación de contaminantes metálicos**

Parámetros	Objetivo
Linealidad	> 0.995
Límite de detección (LD)	$\geq 10 \mu\text{g} / \text{Kg}$
Límite de repetibilidad relativa (r%) para duplicados	< 20 %
Límite de reproducibilidad intermediorelativo (iR%) para duplicados	< 35 %
Recuperación (%) para duplicados	80 % -120 %

Fuente: elaboración propia.

El primer parámetro que se debe verificar es la linealidad del método para cada uno de los contaminantes metálicos (As, Pb, Cd y Hg). Para determinar si el método es lineal el coeficiente de correlación R^2 , debe ser mayor a 0,995.

Posterior a la verificación de la linealidad se debe determinar los límites de detección, el cual corresponde al punto más bajo de la curva de intensidad en función de concentración en donde es lineal el método, el cual debe ser menor o igual a $10 \mu\text{g}/\text{Kg}$.

Los parámetros de repetibilidad, reproducibilidad y porcentaje de recuperación del método, deben ser evaluados a partir de los datos obtenidos en la parte experimental, realizada en diferentes días para poder evaluar que

independientemente de las condiciones ambientales y del analista el procedimiento establecido brindaba resultados verídicos, para lo cual se deben obtener valores de repetibilidad menores al 20 %, reproducibilidad menor al 35 % y una recuperación que se encuentre en el rango de 80 a 120 %

- Objetivo 2: evaluar la linealidad del método y determinar los límites de detección para cada uno de los contaminantes metálicos para la validación del método analítico.

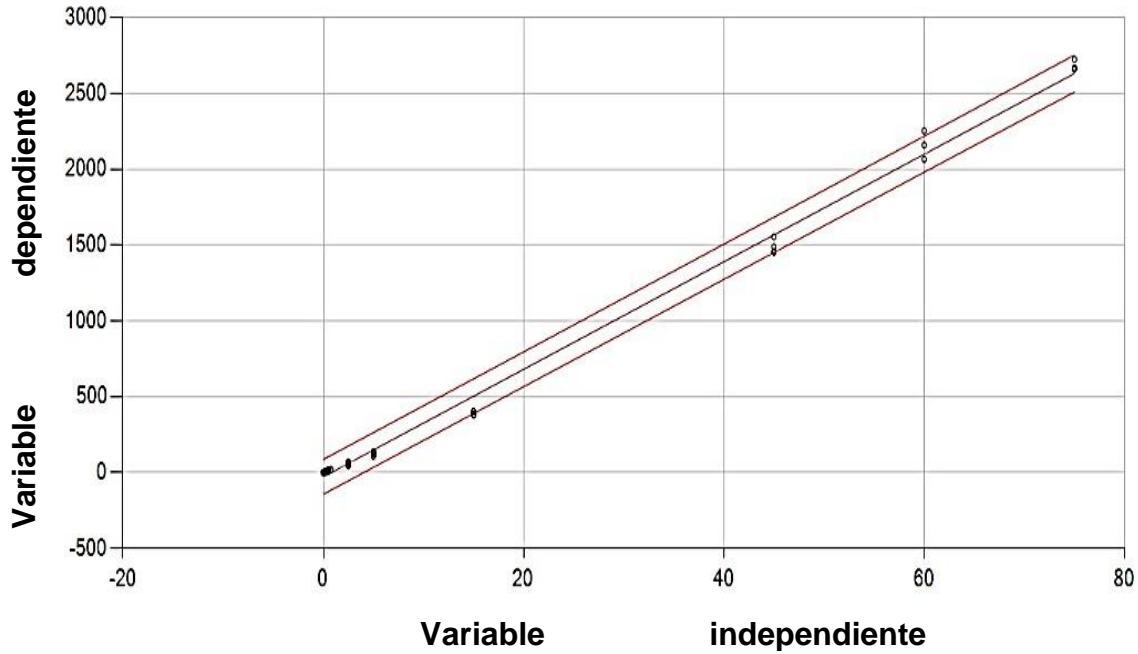
Para realizar la parte experimental se utilizó un espectrofotómetro de masas con plasma acoplado inductivamente ICP-MS Perkin Elmer NexION 300, con celda de colisión para reducir interferencias poliatómicas. El equipo también posee un automuestreador, bomba peristáltica, bomba de vacío, nebulizador, celda de colisión con uso de Helio para análisis simultáneo de 10 elementos traza.

El software propio del espectrofotómetro muestra los resultados obtenidos de las lecturas, estos son trasladados sin conversión a una hoja de cálculo de Excel para luego ser analizados para cada uno de los parámetros.

- De las lecturas obtenidas por el ICP-MS se construyeron curvas de calibración. En el eje x se colocaron los valores de los estándares y en el eje y las intensidades obtenidas por el equipo.

Con base en las lecturas obtenidas, se construyeron las siguientes curvas de calibración.

Figura 7. **Regresión lineal Arsénico (As)**



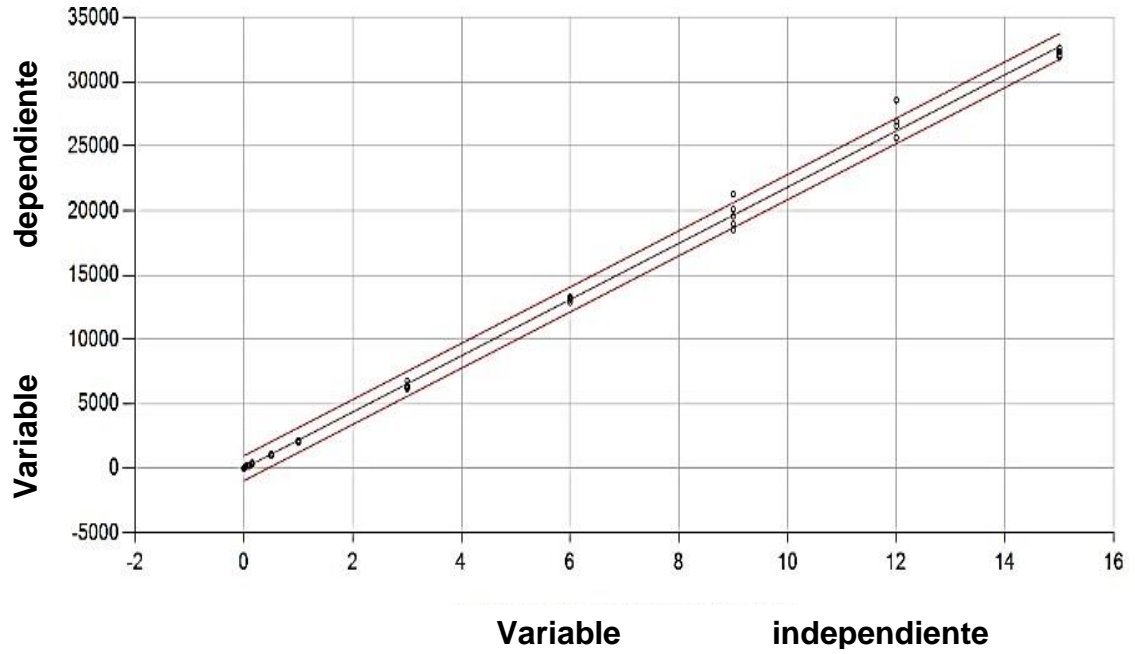
Fuente: elaboración propia.

Tabla VI. **Descripción de la gráfica de regresión lineal Arsénico (As)**

Modelo matemático	R ²	Desviación estándar de los residuales	Pendiente e intercepto (Intervalo de confianza 95 %)				
			Descripción	Inferior	Centro	Superior	Incluye 0
$Y = -28.090 + 35.439 * X$	0,995	56.384	Pendiente	4.753	35.439	36.125	No
			Intercepto	-46.586	-28.090	-9.593	No

Fuente: elaboración propia.

Figura 8. **Regresión lineal Cadmio (Cd)**



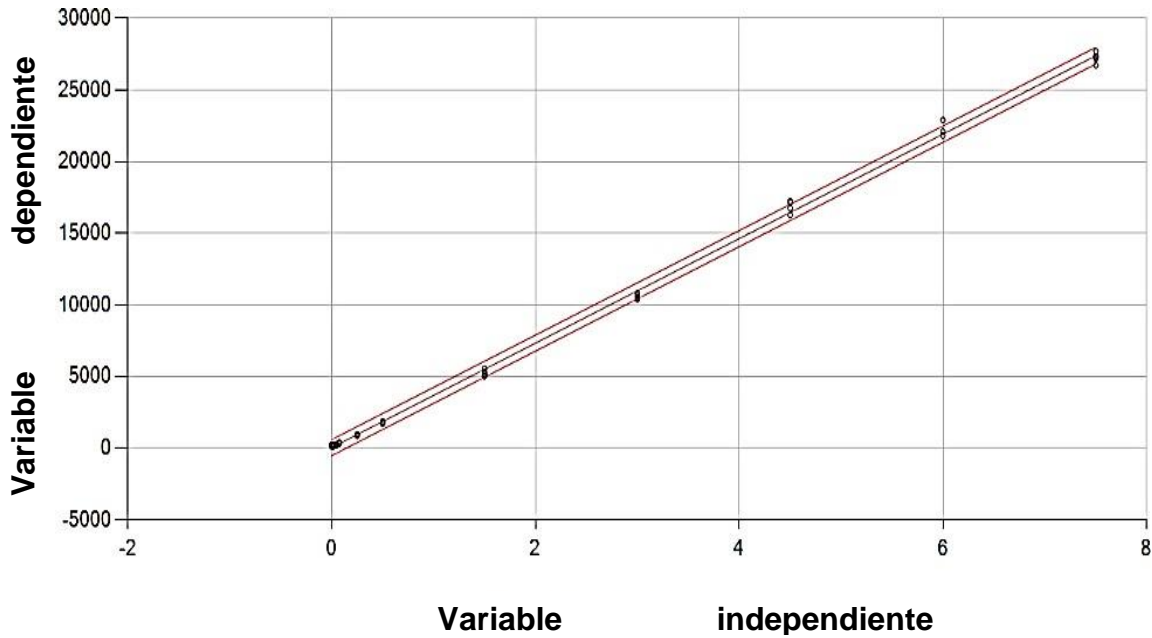
Fuente: elaboración propia.

Tabla VII. **Descripción de la gráfica de regresión lineal Cadmio (Cd)**

Modelo matemático	R ²	Desviación estándar de los residuales	Pendiente e intercepto (Intervalo de confianza 95 %)				
			Descripción	Inferior	Centro	Superior	Incluye 0
$Y = 11.596 + 2189.06 * X$	0,998	477.062	Pendiente	2157.8	2182.4	2206.9	No
			Intercepto	-141.60	11.596	164.798	Si

Fuente: elaboración propia.

Figura 9. **Regresión lineal Mercurio (Hg)**



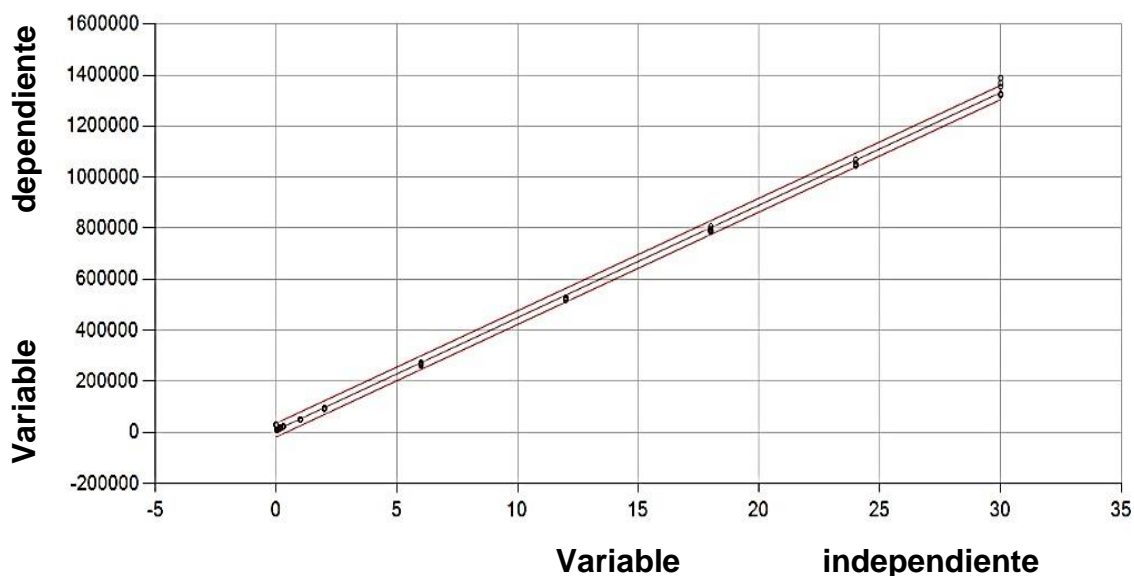
Fuente: elaboración propia.

Tabla VIII. **Descripción de la gráfica de regresión lineal Mercurio (Hg)**

Modelo matemático	R ²	Desviación estándar de los residuales	Pendiente e intercepto (Intervalo de confianza 95 %)				
			Descripción	Inferior	Centro	Superior	Incluye 0
			Pendiente	3618.6	3647.5	3676.56	No
$Y = 32.290 + 3647.59 * X$	0,999	276.535	Intercepto	-52.272	32.290	116.853	Si

Fuente: elaboración propia.

Figura 10. **Regresión lineal Plomo (Pb)**



Fuente: elaboración propia.

Tabla IX. **Descripción de la gráfica de regresión lineal Plomo (Pb)**

Modelo matemático	R ²	Desviación estándar de los residuales	Pendiente e intercepto (Intervalo de confianza 95 %)				
			Descripción	Inferior	Centro	Superior	Incluye 0
			Pendiente	43715.32	44050.06	44384.80	No
$Y = 9672.616 + 44050.064 * X$	0,999	13246.853	Intercepto	5626.656	9672.616	13718.57	No

Fuente: elaboración propia.

La linealidad de cada uno de los contaminantes metálicos fue calculada utilizando una curva intensidad en función de la concentración, para determinar si el método es lineal se evaluó su coeficiente de correlación R^2 , el cual debía ser mayor a 0,995.

Los coeficientes de correlación R^2 de las curvas es mayor o igual a 0,995, lo cual indica que el método es lineal para cada uno de los contaminantes metálicos estudiados.

Las figuras 7 a la 10, representan el comportamiento de la intensidad en función de la concentración, las gráficas muestran que dicho comportamiento es lineal para los contaminantes metálicos: As, Cd, Hg y Pb. Los coeficientes de correlación R^2 de las curvas es mayor o igual a 0,995, lo cual indica que el método es lineal para cada uno de los contaminantes metálicos estudiados.

- Todo método químico analítico tiene un límite de detección el cual se refiere al nivel mínimo de la sustancia estudiada para que el método la pueda detectar con resultado confiable.

El límite de detección se determinó evaluando la respuesta del equipo para cada concentración en la curva de calibración, el cual corresponde al punto más bajo de la curva intensidad en función de concentración en donde es lineal el método.

Tabla X. **Límite de detección (LD) de los contaminantes metálicos**

Analito	Productos secos en polvo		Productos líquidos	
	Concentración de la curva de calibración ($\mu\text{g} / \text{L}$)	LD ($\mu\text{g} / \text{Kg}$)	Concentración de la curva de calibración ($\mu\text{g} / \text{L}$)	LD ($\mu\text{g} / \text{Kg}$)
Arsénico	0,10	7,00	0,10	1,00
Cadmio	0,02	1,00	0,02	0,10
Mercurio	0,04	3,00	0,04	0,30
Plomo	0,04	3,00	0,04	0,30

Fuente: elaboración propia.

El valor del límite de detección es el punto más bajo en donde la curva de intensidad en función de concentración es lineal. La tabla X, presenta el límite de detección de los contaminantes metálicos evaluados, como se puede observar para productos secos el límite de detección para arsénico es 7 µg /Kg, cadmio 1 µg /Kg, mercurio 3 µg /Kg y plomo 3 µg /Kg; y para productos líquidos el límite de detección para arsénico es 7 µg /Kg, cadmio 1 µg /Kg, mercurio 3 µg/Kg y plomo 3 µg /Kg, todos estos límites menores al objetivo establecido 10 µg/Kg.

- Objetivo 3: evaluar la precisión (repetibilidad, reproducibilidad) y porcentaje de recuperación del método utilizando un análisis estadístico para establecer la funcionalidad de la metodología analítica desarrollada.

La verificación de la metodología analítica de espectrofotometría de absorción atómica para la determinación cuantitativa de contaminantes metálicos: Pb, Cd, Hg y As, se realizó según el estándar Europeo EN 15763:2009, obteniendo los siguientes resultados, para cada uno de los parámetros de verificación establecidos.

- La precisión de la metodología se evalúa a través del grado de repetibilidad y reproducibilidad; y se calcula como la desviación estándar de los resultados obtenidos.

La repetibilidad se obtiene bajo condiciones donde los resultados de los análisis se consiguen con el mismo método, mismo laboratorio, mismo analista y utilizando el mismo equipo de trabajo.

La reproducibilidad es la precisión bajo condiciones donde los resultados de los análisis se obtienen con el mismo método, pero puede variarse el

laboratorio, diferentes analistas, utilizando diferentes equipos de trabajo. En este caso, únicamente se analizó la reproducibilidad variando a los analistas.

Tabla XI. **Precisión - repetibilidad y reproducibilidad intermedia para cada uno de los contaminantes metálicos en cereal infantil de arroz**

Analito	Unidad	Número de días * número de réplicas	Mediana	Repetibilidad				Reproducibilidad intermedia			
				DEG)	CV (r) [%]	r	r% [%]	SD (iR)	CV (iR) [%]	iR	iR% [%]
Arsénico	mg / kg	n = 4, k = 8	1596.3	49,59	3.11	137,4	8,61	130,61	8.18	362.0	22,68
Cadmio			278,53	14.09	5,06	39.05	14.02	42.07	15.10	116,6	32.22
Mercurio			129.53	2,04	1,57	5,64	4.36	5.88	4.54	16.30	12.59
Plomo			640,18	24,17	3,78	67,00	10,47	51,34	8.02	142.3	22.23

Fuente: elaboración propia.

Tabla XII. **Precisión - repetibilidad y reproducibilidad intermedia para cada uno de los contaminantes metálicos en leche en polvo**

Analito	Unidad	Número de días * número de réplicas	Mediana	Repetibilidad				Reproducibilidad intermedia			
				DEG)	CV (r) [%]	r	r% [%]	SD (iR)	CV (iR) [%]	iR	iR% [%]
Arsénico	mg / kg	n = 4, k = 25	0,160	0,0063	3,93	0.0174	10,90	0.0184	11.52	0.0511	31,94
Cadmio			0.0288	0,0010	3,65	0,0029	10.11	0,0034	11,70	0,0093	34,42
Mercurio			0.0200	0,0010	5.24	0,0029	14.53	0,0022	11.57	0,0061	30,70
Plomo			0.0705	0,0031	4.46	0,0087	12.37	0,0072	10,23	0,02	28,35

Fuente: elaboración propia.

En las tablas XI y XII, se encuentran descritos los valores de repetibilidad y reproducibilidad para contaminantes metálicos. Se concluye entonces que la precisión de la metodología utilizada es aceptable en el grado de reproducibilidad y repetibilidad.

- Para evaluar el porcentaje de recuperación, se trabajó con dos tipos de muestra con concentraciones de valor conocido. De las muestras se obtuvieron los siguientes resultados.

El porcentaje de recuperación permite evaluar el rendimiento de un método analítico en cuanto al proceso de extracción y la cantidad del analito presente en la muestra original. En relación al porcentaje de recuperación se observa que la mejor recuperación fue para el arsénico y la menor recuperación se dio en cadmio.

Tabla XIII. **Porcentaje de recuperación para cada uno de los contaminantes metálicos en cereal infantil de arroz**

Analito	Unidad	Número de días	Valor de Referencia	Incertidumbre del valor de ref.	Mediana	Rec [%]	SD (Rec)	Rec =100%? (S / N)	SD (Rec) corregido
Arsénico			1666,67	0,00	1731.27	103,88	0,02	si	0,02
Cadmio		n = 4,	333,33	0,00	287.40	86.22	0,01	No	0,07
Mercurio	%	k = 8	166,67	0,00	145.18	87.11	0,01	No	0,07
Plomo			666.667	0,00	627.19	94.08	0,01	No	0,03

Fuente: elaboración propia.

Tabla XIV. **Porcentaje de recuperación para cada uno de los contaminantes metálicos en leche en polvo**

Analito	Unidad	Número de días	Valor de Referencia	Incertidumbre del valor de ref.	Mediana	Rec [%]	SD (Rec)	Rec = 100%? (S / N)	SD (Rec) corregido
Arsénico			1666,67	0,00	1871.48	112,2	0,010	No	0.062
Cadmio		n = 4,	333,33	0,00	287.356	86,2	0,019	No	0.071
Mercurio	%	k = 8	166,67	0,00	149.048	89,4	0,014	No	0,050
Plomo			666.667	0,00	613.051	92,0	0,020	No	0,045

Fuente: elaboración propia.

- La incertidumbre es un parámetro que caracteriza la dispersión de los valores obtenidos, puede ser expresada por incertidumbre típica que se expresa como desviación estándar o como incertidumbre expandida, que es expresada con un intervalo de confianza del 95 %.

Tabla XV. Incertidumbre para cada uno de los contaminantes metálicos en cereal infantil de arroz

Analito	Unidad	Mediana	CV (iR) [%]	RSD (Rec) corregido [%]	Incertidumbre estándar		Incertidumbre ampliada	
					u	U relativa [%]	U	U relativa [%]
Arsénico	µg / Kg	1731.27	7.75	2.10	139.08	8.03	1731.27 ± 278.16	1731.27 ± 16.07
Cadmio		287.40	4.73	8.11	26.97	9.38	287.40 ± 53,94	287.40 ± 18,77
Mercurio		145.18	5.78	7.59	13,85	9.54	145,18 ± 27,69	145,18 ± 19,08
Plomo		627.19	4.26	3.38	34,10	5.44	627.19 ± 68,20	627.19 ± 10,87

Fuente: elaboración propia.

Tabla XVI. Incertidumbre para cada uno de los contaminantes metálicos en leche en polvo

Analito	Unidad	Mediana	CV (iR) [%]	RSD (Rec) corregido [%]	Incertidumbre estándar		Incertidumbre ampliada	
					u	U relativa [%]	U	Relativo U [%]
Arsénico	µg / Kg	1888.00	4,98	6.04	147,71	7.82	1888.00 ± 295,42	1888.00 ± 15,65
Cadmio		287.18	6,49	8.29	30.23	10,53	287.18± 60,46	287.18 ± 21.05
Mercurio		148,50	4.65	6.26	11.58	7.80	148,50 ± 23,17	148,50 ± 15,60
Plomo		604,99	3,76	5.25	39.07	6,46	604,99± 78,14	604,99± 12,92

Fuente: elaboración propia.

La incertidumbre expandida representa la dispersión de los valores en un intervalo de confianza del 95 %, los valores calculados de incertidumbre se presentan en las tablas XV y XVI. En el caso de cereal infantil de arroz se

puede observar que la dispersión es mayor en los antioxidantes cadmio y mercurio, mientras que la menor dispersión se da para plomo. En el caso de leche en polvo se tiene una mayor dispersión para el cadmio y una menor dispersión para plomo.

- La funcionalidad de la metodología se determina a través del grado de coincidencia existente entre el valor promedio obtenido y el valor de referencia aceptado, se define como la diferencia entre los valores obtenidos durante la práctica del ensayo y los valores esperados

Tabla XVII. **Funcionalidad de la metodología evaluada para cereal infantil de arroz**

Característica de rendimiento	Analito	Valor objetivo (requisito analítico)	Valor medido (verificación)	¿Objetivo alcanzado? (Si / No)
Repetibilidad (r)	Arsénico	<20,0 %	8.61	Si
Reproducibilidad (iR)		<35,0 %	22.68	Si
% Recuperación		80 % - 120 %	103.88	Si
Repetibilidad (r)	Cadmio	<20,0 %	14.02	Si
Reproducibilidad (iR)		<35,0 %	32.22	Si
% Recuperación		80 % - 120 %	86.22	Si
Repetibilidad (r)	Mercurio	<20,0 %	4.36	Si
Reproducibilidad (iR)		<35,0 %	12.59	Si
% Recuperación		80 % - 120 %	87.11	Si
Repetibilidad (r)	Plomo	<20,0 %	10.47	Si
Reproducibilidad (iR)		<35,0 %	22.23	Si
% Recuperación		80 % - 120 %	94.08	Si

Fuente: elaboración propia.

Tabla XVIII. **Funcionalidad de la metodología evaluada para leche en polvo**

Característica de rendimiento	Analito	Valor objetivo (requisito analítico)	Valor medido (verificación)	¿Objetivo alcanzado? (Si /No)
Repetibilidad (r)		<20,0 %	10.90	Si
Reproducibilidad (iR)		<35,0 %	31.94	Si
% Recuperación	Arsénico	80 % - 120 %	112.2	Si
Repetibilidad (r)		<20,0 %	10.11	Si
Reproducibilidad (iR)		<35,0 %	34.42	Si
% Recuperación	Cadmio	80 % - 120 %	86.2	Si
Repetibilidad (r)		<20,0 %	14.53	Si
Reproducibilidad (iR)		<35,0 %	30.70	Si
% Recuperación	Mercurio	80 % - 120 %	89.4	Si
Repetibilidad (r)		<20,0 %	12.37	Si
Reproducibilidad (iR)		<35,0 %	28.35	Si
% Recuperación	Plomo	80 % - 120 %	92.0	Si

Fuente: elaboración propia.

Evaluando el grado de coincidencia entre el valor obtenido y el valor objetivo se concluye que el método es funcional.

- Objetivo 4: realizar un análisis de la disminución de costos al ampliar el portafolio analítico del laboratorio mediante la evaluación del historial de análisis subcontratados a otros laboratorios, lo cual tendrá un impacto en la mejora de atención al cliente

Se analizó la situación actual del laboratorio de aseguramiento de calidad conforme a los análisis subcontratados durante el período de tiempo en el que no se contaba con una metodología interna desarrollada. Se evaluó el costo de implementación y la disminución del costo al ampliar el portafolio analítico.

Tabla XIX. **Análisis comparativo de costos**

Esquema actual		Esquema propuesto	
Costo de análisis subcontratado	Q. 2,500	Costo de análisis interno	Q. 1,200
Cantidad de análisis realizados en 1 año	670	Cantidad de análisis realizados en 1 año	670
TOTAL	Q. 1,675,000	TOTAL	Q. 804,000

Fuente: elaboración propia.

El porcentaje de reducción en los costos al ampliar el portafolio analítico será de 52 % en comparación con el esquema de outsourcing al subcontratar el análisis de contaminantes metálicos.

- Propuesta de solución: desarrollar la metodología analítica de espectrofotometría de absorción atómica para la determinación cuantitativa de contaminantes metálicos: Pb, Cd, Hg y As para verificar el cumplimiento de la seguridad alimentaria de leche entera en polvo y cereal infantil de arroz

Para desarrollar una metodología analítica por medio de espectrofotometría de absorción atómica para la determinación de contaminantes metálicos es necesario iniciar definiendo los parámetros de validación: linealidad, límite de detección, repetibilidad, recuperación e incertidumbre, seguidamente se deben establecer los límites o valores que se deben alcanzar para lograr la aceptabilidad de la metodología analítica.

Posterior a la definición de los límites se debe elegir los productos que se analizarán y conocer la cantidad de contaminantes metálicos para evaluar los parámetros indicados.

El primer parámetro que se debe verificar es la linealidad del método a través de una curva de intensidad en función de la concentración, adicional se debe determinar el límite de detección a partir de la curva de linealidad ya que este corresponde al punto más bajo en donde es lineal el método.

Para evaluar la repetibilidad (precisión), porcentaje de recuperación (exactitud) e incertidumbre del método se realizó el procedimiento de extracción-cuantificación de los contaminantes metálicos en cada una de las matrices (leche en polvo y cereal infantil de arroz). Este proceso debe realizarse en diferentes días y por diferentes analistas. Con los datos obtenidos en la parte experimental se evalúa cada uno de los parámetros necesarios para verificar el método.

Luego de haber determinado cada uno de los parámetros de validación se verifica que estos cumplan con los límites establecidos por el laboratorio para validar el método, una vez verificados los resultados se obtiene una metodología validada y verificada que cumple con los requisitos técnicos de la norma ISO 17025 y puede ser reproducida sin presentar inconvenientes, asegurando la reducción de los riesgos en temas de salud y seguridad alimentaria.

Con el desarrollo de la metodología analítica para la determinación de contaminantes metálicos se amplió el portafolio analítico obteniéndose la preferencia de los clientes, mayor volumen de análisis y por consiguiente una reducción de los costos operacionales del laboratorio, apoyando la seguridad alimentaria de los consumidores al asegurar que recibirán productos con un contenido de contaminantes metálicos menor a los límites establecidos e incrementando la satisfacción de los clientes.

4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

A continuación, en la discusión de resultados se presenta: un análisis interno, para confirmar la validez de los datos de la investigación; un análisis externo, para determinar que tanto se puede generalizar el estudio a otros productos o empresas.

4.1. Análisis interno

Los resultados obtenidos son confiables y la metodología es funcional de acuerdo al grado de coincidencia existente entre el valor promedio obtenido y el valor de referencia aceptado. La precisión de la metodología es aceptable en el grado de reproducibilidad y repetibilidad obtenido, así mismo se cuenta con un buen rendimiento de la metodología evaluada a través del porcentaje de recuperación.

Una fortaleza de la investigación es que tiene como sólido fundamento que la metodología analítica fue realizada por personal altamente calificado y certificado en las tareas, así como también los registros de los datos son guardados en una plataforma digital. Las debilidades de la metodología analítica desarrollada se relacionan a las variaciones de los parámetros evaluados de acuerdo a las condiciones de la operación.

Otra fortaleza importante de mencionar en el trabajo de investigación es que se logró compilar información completa del 100 % de la muestra planteada y se llevaron a cabo de manera exitosa toda la toma de datos en lo planteado.

Los métodos de investigación empleados permitieron obtener la información necesaria para conseguir los objetivos planteados en la investigación.

4.2. Análisis externo

Los resultados obtenidos corresponden a cuatro contaminantes metálicos, se puede generalizar la metodología a otros contaminantes metálicos que puedan ser determinados a través de espectrofotometría de absorción, más no es certero generalizarlo a contaminantes metálicos que requieren otra forma de extracción y determinación.

Al ampliar el portafolio analítico de un laboratorio aumenta la competitividad y se obtiene una mayor capacidad de operación, para hacer frente a la demanda en seguridad alimentaria que ha tenido mayor auge en los últimos años y el uso eficiente de los recursos.

A nivel global se establecen reglas relacionadas con la salud humana para eliminar, reducir y prevenir el riesgo en los procesos que se llevan a cabo en la cadena alimentaria, incluyendo todas las actividades que se llevan a cabo durante la manipulación y producción de alimentos. Para los fabricantes y sus proveedores un mal funcionamiento del sistema de seguridad alimentaria puede llevar a una pérdida de confianza y perjudicar la reputación de la compañía.

En la Universidad de la Laguna España, Rubio (1998) presentó el trabajo titulado *Ingesta dietética de contaminantes metálicos (Hg, Pb, Cd, Fe, Cu, Zn y Mn) en la comunidad Autónoma Canaria. Evaluación Toxicológica*, en el cual indica que los numerosos procesos industriales a que se ven sometidos los alimentos durante su procesado hacen que la investigación de la concentración

de metales en alimentos sea un tema de interés, además el procedimiento analítico para la de determinación de metales mediante espectrofotometría

La seguridad de los alimentos tiene una estrecha relación con la salud teniendo en algunos casos consecuencias graves para los consumidores, es por ello que las empresas prestan especial atención a la mejora que se debe tener en la gestión de los contaminantes químicos que puedan tener los alimentos.

Del Departamento de Química de la Universidad Nacional de Colombia, para obtener el título de Magister en Ciencias Químicas, Sánchez (2010) presentó como trabajo de graduación *Metodologías analíticas para la determinación de metales tóxicos en muestras de interés ambiental*, indica que:

La determinación de metales pesados regularmente requiere de instrumentos costosos, que hacen que los controles no sean tan frecuentes, ni fáciles como debieran ser, la alta persistencia y toxicidad de los metales pesados hacen que se crucial conocer el contenido total de estos elementos empelando diversos métodos y técnicas analíticas que permitan cuantificar los analitos de interés en las diversas matrices. (p. 1)

En la mayoría de las industrias los procesos de decisión relacionados con la seguridad alimentaria se basan en resultados analíticos de laboratorios de aseguramiento de calidad, complementados por otras actividades de control e inspección. Por lo que estos resultados analíticos, deben ser técnicamente confiables utilizando pruebas de aceptación internacional acreditadas, para demostrar que los productos cumplen los requisitos de seguridad alimentaria y se encuentran dentro de niveles seguros en todo momento.

En la Universidad Central de Venezuela, Carrión (2002), presentó el trabajo titulado *Determinación de metales pesados: Métodos de análisis en ambiente y sistemas biológicos*, indica que:

Debido a la importancia de la determinación de los elementos traza se exige que los métodos utilizados tengan niveles de sensibilidad, límites de detección y confiabilidad de los resultados en el orden de los ppt, hoy en día métodos tales como, espectroscopia de masas con plasma inductivamente acoplado cumplen con estos requisitos. (p. 2)

En la Universidad de San Carlos de Guatemala para obtener el título de Magister en Seguridad Alimentaria y nutricional con énfasis en gestión local, Bustillo (2014) , presentó la monografía *Capacidades de generación y gestión del conocimiento en Seguridad Alimentaria y Nutricional -SAN- en los municipios miembros de la mancomunidad MAMBOCAURE, Departamento de Choluteca, Honduras*, afirma que:

“Durante las últimas décadas, el aumento de la demanda de seguridad alimentaria ha estimulado la investigación sobre el riesgo asociado con el consumo de productos contaminados con plaguicidas, metales pesados y toxinas”. (p. 24)

El aporte de la investigación fue el desarrollo de una metodología validada y verificada que cumple con los requisitos técnicos de la norma ISO 17025 y puede ser reproducida sin presentar inconvenientes, asegurando la reducción de los riesgos en temas de salud y seguridad alimentaria.

CONCLUSIONES

1. Se definió que el primer parámetro que se debe verificar es la linealidad con un coeficiente de correlación $R^2 \geq 0,995$, el límite de detección corresponde al punto más bajo de la curva el cual debe ser $\leq 10 \mu\text{g/Kg}$, se debe obtener valores de repetibilidad menores al 20 %, reproducibilidad menor al 35 % y una recuperación que se encuentre en el rango de 80 a 120 % requeridos para la validación de un método analítico según el estándar europeo EN 15763:2009.
2. Al evaluar la linealidad del método se determinó que el método es lineal para cada uno de los contaminantes metálicos estudiados y que los límites de detección son menores al objetivo establecido $10 \mu\text{g/Kg}$.
3. Se evaluó el grado de coincidencia entre el valor obtenido y el valor objetivo concluyendo que el método es funcional. El porcentaje de la repetibilidad para cada uno de los contaminantes metálicos se encuentra entre 4 %-14 %, el porcentaje de la reproducibilidad menor a 35 % y el porcentaje de recuperación entre 80 %-120 %.
4. Se determinó que al ampliar el portafolio analítico del laboratorio se tendrá un impacto en la mejora de atención al cliente con una reducción del 52 % de los costos de análisis

RECOMENDACIONES

1. Previo al desarrollo de cualquier metodología analítica se sugiere definir los parámetros de linealidad, límite de detección, repetibilidad, reproducibilidad y porcentaje de recuperación requeridos para la validación de un método analítico.
2. Para la validación de cualquier método analítico se requiere evaluar la linealidad del método y determinar los límites de detección.
3. Utilizar un análisis estadístico para establecer la funcionalidad de la metodología analítica desarrollada a través de la evaluación de la precisión (repetibilidad, reproducibilidad) y porcentaje de recuperación.
4. Implementar la propuesta para obtener disminución de costos al ampliar el portafolio analítico del laboratorio con lo cual adicionalmente se tendrá mejor atención al cliente.

REFERENCIAS

1. Aguirre, L. (2001). *Validación de métodos analíticos*. Barcelona, España: Asociación Española de Farmacéuticos de Industria
2. Agencia de Normativa Alimentaria. (2013). *Higiene de alimentos. Una guía para las empresas*. Londres, Inglaterra. Recuperado de <http://www.rentokil.es/seguridad-alimentaria/normas-y-estandares-de-seguridad-alimentaria/>.
3. Álvarez M. (1997). *Acreditación de laboratorios analíticos*. Ciudad de La Habana, Cuba: Ecured.
4. Avantium Business Consulting. (2011). *Normas de Seguridad Alimentaria*. Barcelona. Recuperado de <http://www.avantium.es/>.
5. Bustillo, O. (2014). *Capacidades de generación y gestión del conocimiento en Seguridad Alimentaria y Nutricional -SAN- en los municipios miembros de la mancomunidad MAMBOCAURE, Departamento de Choluteca, Honduras* (Tesis de Maestría). Universidad de San Carlos de Guatemala. Guatemala.
6. Carrión, N. (2010). *Determinación de metales pesados: Métodos de análisis en ambiente y sistemas biológicos* (Tesis de Licenciatura). Universidad Central de Venezuela. Caracas, Venezuela.

7. Chavarrías, M. (2016). *Qué se entiende por seguridad alimentaria*. FUNVIDESA. Perú. Recuperado de <https://funvidesablogspot.com/>
8. Codex Alimentarius. (2016). *Normas internacionales de los alimentos. Acerca del codex*. Recuperado de <http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/about-codex/es/>
9. Crompton, T. (1996). *Analysis of solid in natural water*. Germany: Springer-verlag Berlín Heidelberg.
10. Eusko, J. (2011). *Metales pesados y arsénico*. Gobierno Vasco, España. Recuperado de <https://www.osakidetza.euskadi.eus/>
11. Galgano, A., (1993). *Calidad total*. Madrid, España: Díaz de Santos.
12. García, G. (1997). *Determinación y cuantificación de elementos tóxicos y sustancias tóxicas por método espectrofotométrico en tejido muscular de Chichlasoma managuense (Gunter) Guapote o pez de tigre en el Lago de Amatitlán* (Tesis de Licenciatura). Universidad de San Carlos de Guatemala, Guatemala.
13. Gray, A. (1988). *Inorganic mass spectrometry*. New York, USA: Wiley-Interscience.
14. Juárez, P. (2006). *Determinación de elementos tóxicos y surfactantes alquilbencénicos en sedimentos del Lago de Petén Itzá, Guatemala* (Tesis de Licenciatura). Universidad de San Carlos de Guatemala, Guatemala.

15. Manahan, S., (2000). *Environmental chemistry*. New York, EEUU: Lewis Publisher.
16. Maio, C. (2014). *Teitral Consultores. Seguridad alimentaria*. Recuperado de <http://slideplayer.es/slide/39848/>
17. Mizuike, A., (1983). *Enrichment techniques for inorganic trace analysis*: Springer Verlag. New York, EEUU: Lewis Publisher.
18. Moreno-Luzón, Peris, y González. (2001) *Gestión de la calidad y diseño de organizaciones: Teoría y estudio de casos*. Madrid, España: Prentice-Hall.
19. Núñez, M. (2014). *Validación de ensayos para realizar la caracterización de los jales mineros* (Tesis de Maestría). Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S.C. Chihuahua, México.
20. Paredes, M. (2014). *Centro de Investigación en Alimentación y Desarrollo A.C.* Hermosillo, Sonora, México. Recuperado de <http://www.ciad.mx/coordinaciones/unidad-guaymas/servicios/laboratorio-aseguramiento-calidad.html>
21. Peña, F. (2015) *¿Qué es el aseguramiento de la calidad y cómo se consigue?* Córdoba, España. Recuperado de <https://www.isotools.org/2015/03/20/>
22. Peña y Hernández. (2002). *Aseguramiento de la calidad en un laboratorio acreditado*. Revista Cubana de Higiene y Epidemiología, 40 (1), 16-19.

23. Rubio, C. (1998). *Ingesta dietética de contaminantes metálicos (Hg, Pb, Cd, Fe, Cu, Zn y Mn) en la comunidad Autónoma Canaria*. Evaluación toxicológica (Tesis de Maestría). Universidad de la Laguna. España.
24. Sánchez, J. (2010). *Metodologías analíticas para la determinación de metales tóxicos en muestras de interés ambiental*, (Tesis de Maestría). Universidad Nacional. Colombia.
25. Soraya, Toutcha, Quintana y Quintana. (2006). *Contaminación por elementos tóxicos en suelo provocado por la industria*. Ecología aplicada. Lima, Perú.
26. Vandecasteele, C. (1993). *Modern Methods for Trace Element Determination*. New York, USA: Wiley & Sons, Chichester.
27. Vázquez, M. (2008). *Avances en seguridad alimentaria*. España: Pearson Education.


APÉNDICES

Apéndice 1. Matriz de coherencia

Objetivos	Conclusiones	Recomendaciones
Definir los parámetros de linealidad, límite de detección, repetibilidad, reproducibilidad y porcentaje de recuperación requeridos para la validación de un método analítico según el estándar Europeo EN 15763:2009.	Se definió que el primer parámetro que se debe verificar es la linealidad con un coeficiente de correlación $R^2 \geq 0,995$, el límite de detección corresponde al punto más bajo de la curva el cual debe ser $\leq 10 \mu\text{g/Kg}$, se debe obtener valores de repetibilidad menores al 20 %,reproducibilidad menor al 35 % y una recuperación que se encuentre en el rango de 80 a 120 % requeridos para la validación de un método analítico según el estándar europeo EN 15763:2009.	Previo al desarrollo de cualquier metodología analítica se sugiere definir los parámetros de linealidad, límite de detección, repetibilidad, reproducibilidad y porcentaje de recuperación requeridos para la validación de un método analítico
Evaluar la linealidad del método y determinar los límites de detección para cada uno de los contaminantes metálicos para la validación del método analítico.	Al evaluar la linealidad del método se determinó que el método es lineal para cada uno de los contaminantes metálicos estudiados y que los límites de detección son menores al objetivo establecido $10 \mu\text{g/Kg}$.	Para la validación de cualquier método analítico se requiere evaluar la linealidad del método y determinar los límites de detección.
Evaluar la precisión (repetibilidad, reproducibilidad) y porcentaje de recuperación del método utilizando un análisis estadístico para establecer la funcionalidad de la metodología analítica desarrollada.	Se evaluó el grado de coincidencia entre el valor obtenido y el valor objetivo concluyendo que el método es funcional. El porcentaje de la repetibilidad para cada uno de los contaminantes metálicos se encuentra entre 4 %-14 %, el porcentaje de la reproducibilidad menor a 35 % y el porcentaje de recuperación entre 80 %-120 %.	Se sugiere el uso de un análisis estadístico para establecer la funcionalidad de la metodología analítica desarrollada a través de la evaluación de la precisión (repetibilidad, reproducibilidad) y porcentaje de recuperación.
Determinar la disminución de costos al ampliar el portafolio analítico del laboratorio mediante la evaluación del historial de análisis subcontratados a otros laboratorios.	Se determinó que al ampliar el portafolio analítico del laboratorio se tendrá un impacto en la mejora de atención al cliente con una reducción del 52 % de los costos de análisis.	Se sugiere la implementación de la propuesta para obtener disminución de costos al ampliar el portafolio analítico del laboratorio con lo cual adicionalmente se tendrá mejor atención al cliente.

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2. **Formato plan de autocontrol método y equipo**

<p style="text-align: center;">  E.042 - ICP-MS LI-00.848-2 Elementos Traza por ICP-MS 2445.PAC.05.005-1 </p>									
Punto de control	Propósito (Porqué)	Control				Norma		Acciones correctivas en caso de desvío	
		Qué	Cuándo	Quién	Cómo	Límites	Registro		

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 3. Formato para recolección de datos

Preparación de Muestras	
Budista	
Fecha	
Lectura de Muestras	
Budista	
Fecha	
Budista (D/S)	
Selecciones Preparadas	
Tipo	Budista
Etiqueta	
Etiqueta (C)	
Cantidad de Lote	

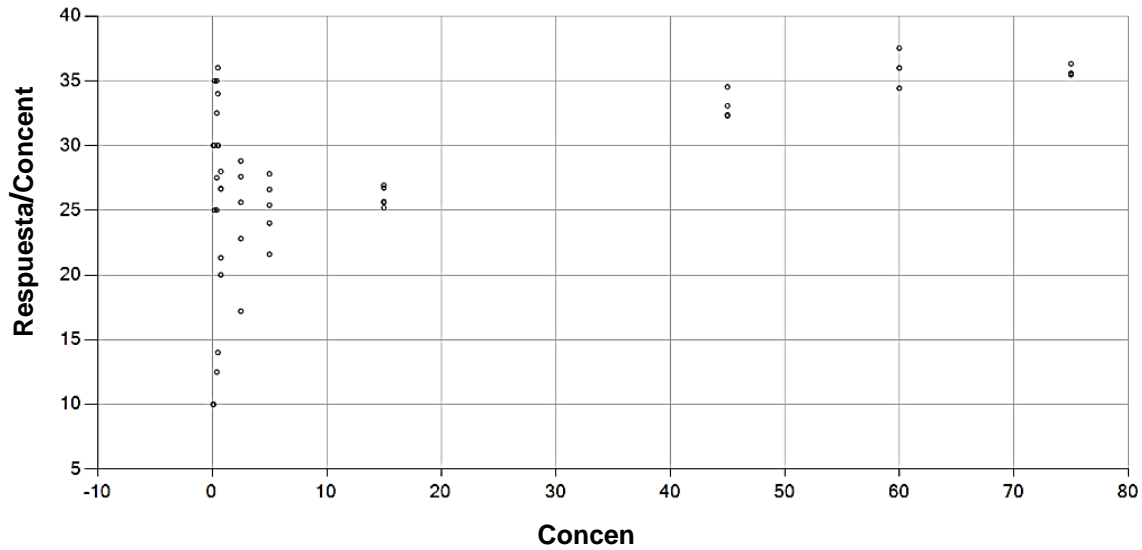
Muestras de Muestra (Comp. 2) (Ver Cuadro 2)			
Budista	Período	Cantidad	Tr.
A ₁			
C1			
B ₁			
P1			

Muestreo del Muestreo de equipo											
AC											
[B1 + A ₁ - Sp1] / C1 - Sp1 / B ₁ - A ₁ - Sp1 / P1 - Sp1											
Budista	Comp.	Resultad.	Comp.	Resultad.	Comp.	Resultad.	Comp.	Resultad.	Comp.	Resultad.	Resultad.
A ₁											
C1											
B ₁											
P1											

CADERNO DE TRABAJO - ELEMENTOS TRAZA POR ICP-MS											
Etiqueta	Fecha de inscripción	Nombre de día	Descripción	N.º. Item	Prep. [mL]	Flujo [ng/mL]	Budista	Cantidad [mg/L]	Muestreo		
							A ₁				
							C1				
							B ₁				
							P1				
							A ₁				
							C1				
							B ₁				
							P1				

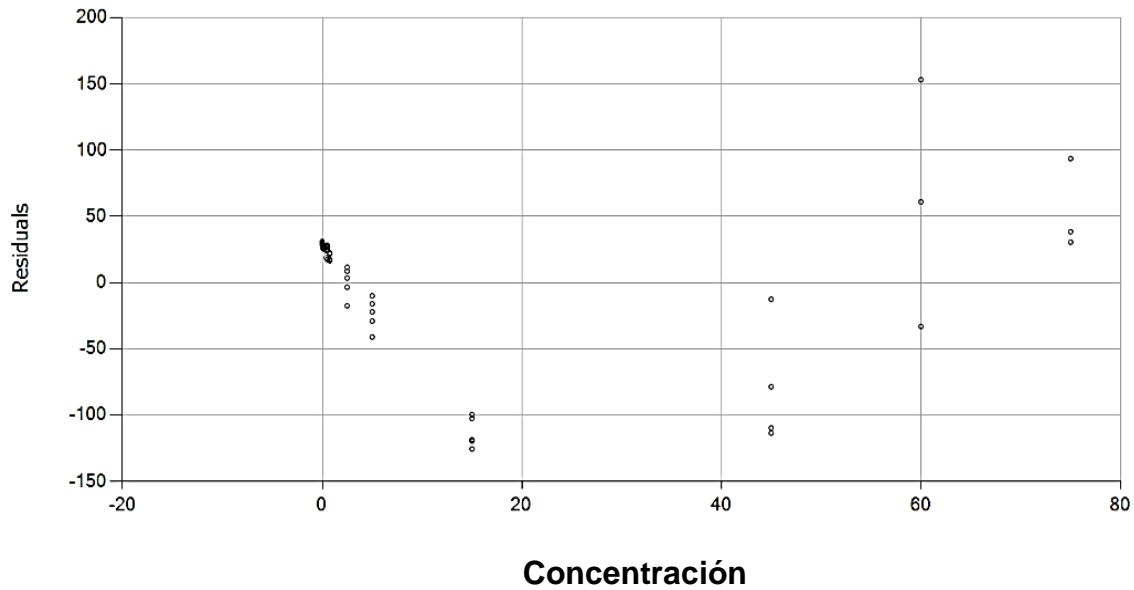
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4. **Datos preliminares para la obtención de la curva de calibración para el factor de respuesta Arsénico (As)**



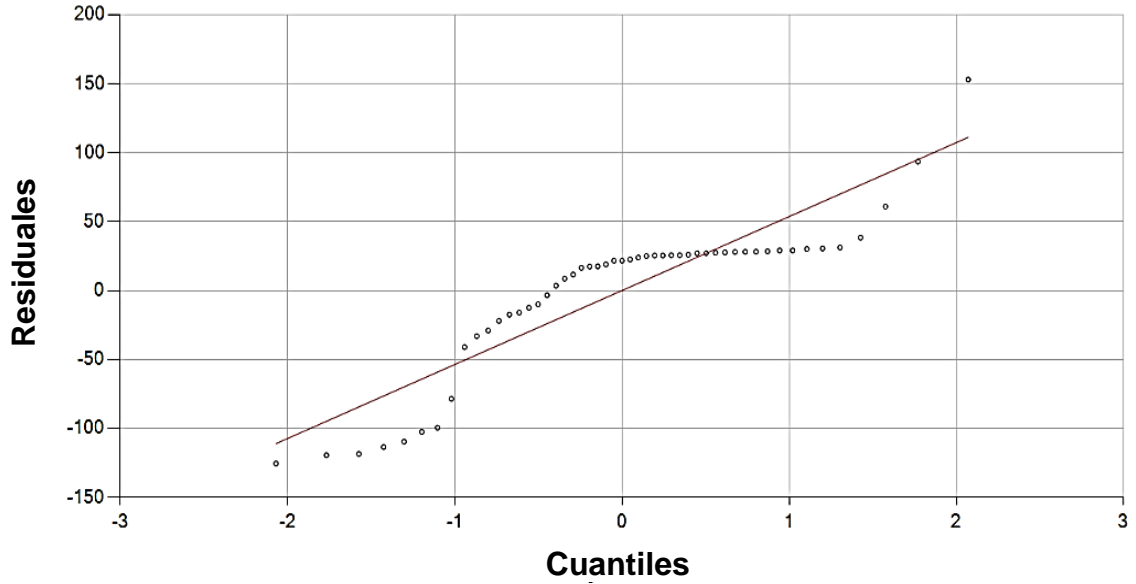
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 5. **Datos preliminares para la obtención de la curva de calibración para residuales Arsénico (As)**



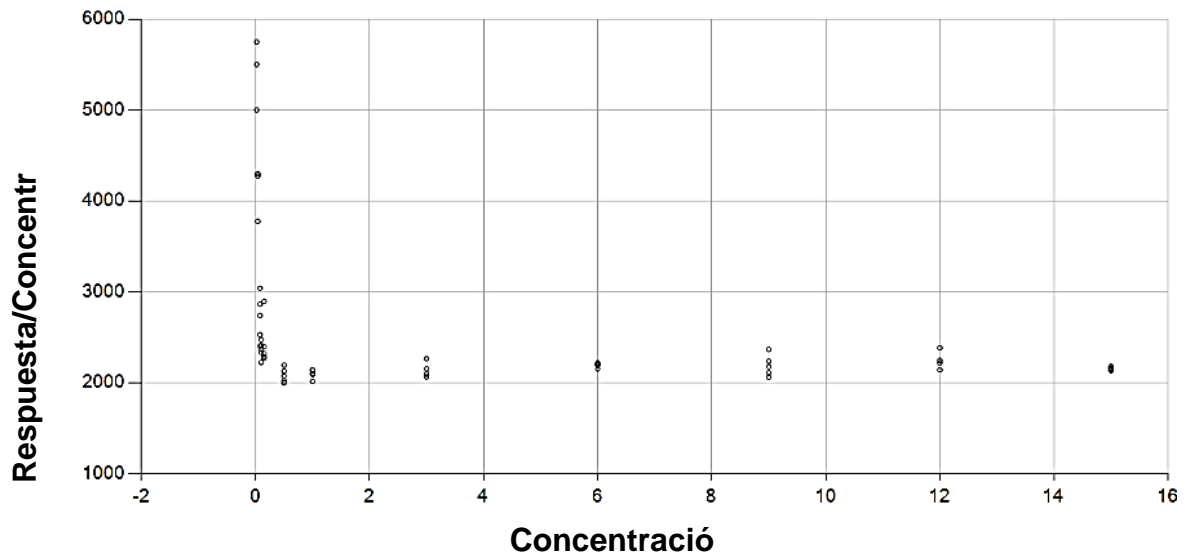
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 6. **Gráfico de los residuales y cuantiles Arsénico (As)**



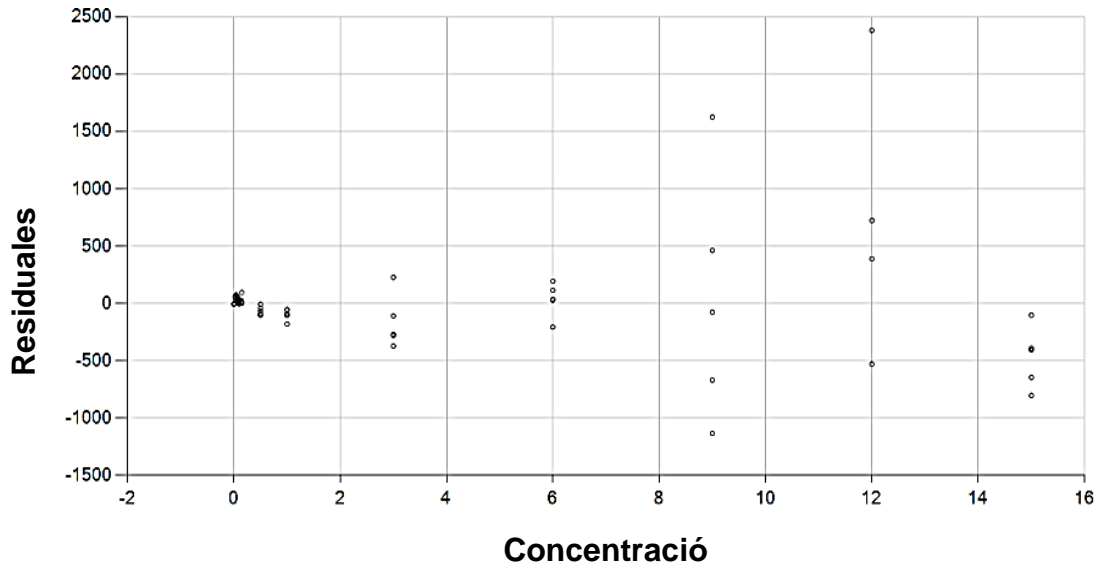
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 7. **Datos preliminares para la obtención de la curva de calibración para Cadmio (Cd)**



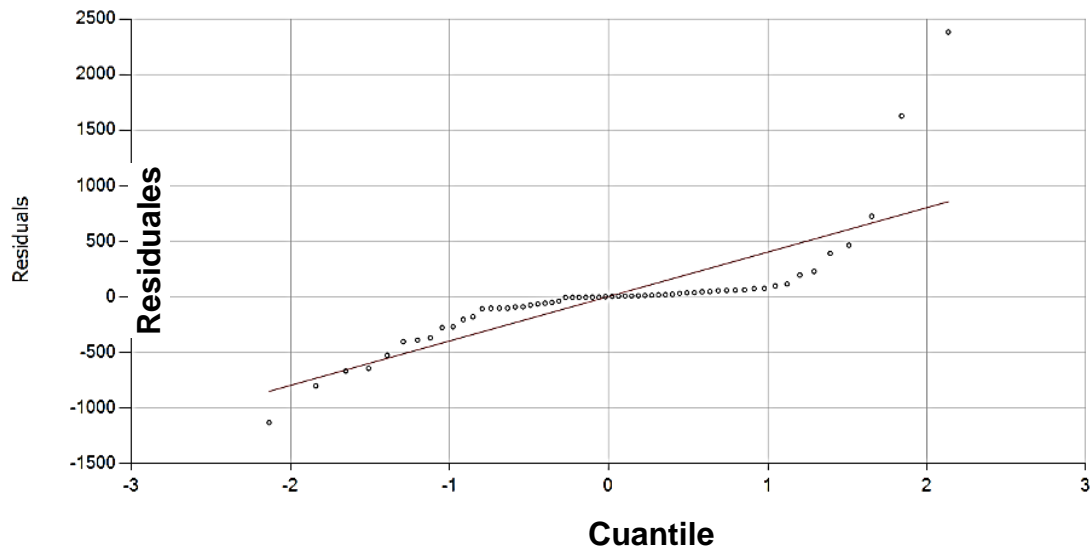
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 8. **Datos preliminares para la obtención de la curva de calibración para Residuales Cadmio (Cd)**



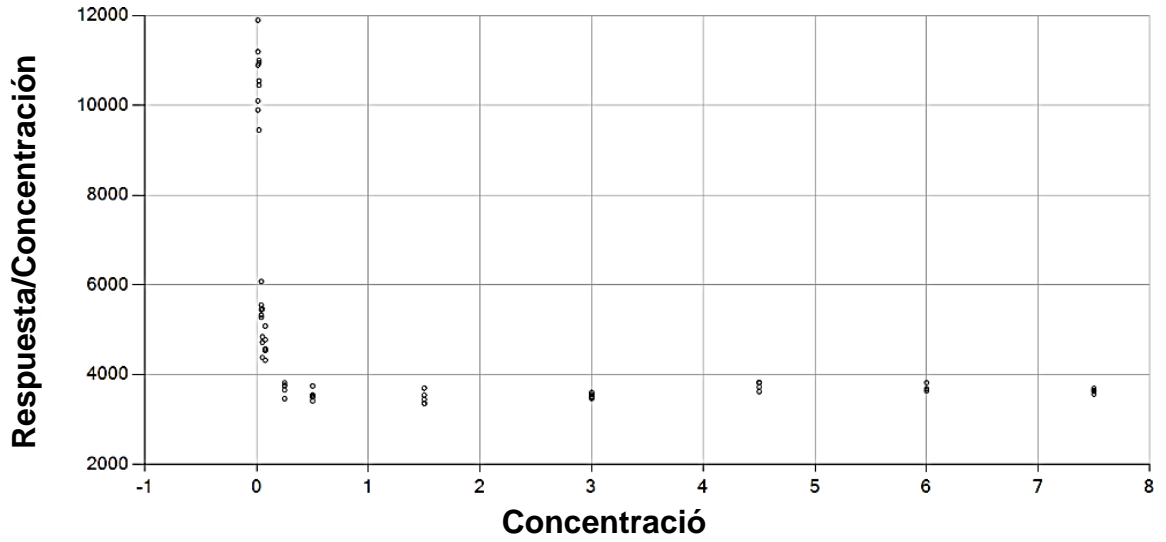
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 9. **Gráfico de los residuales/cuantiles Cadmio (Cd)**



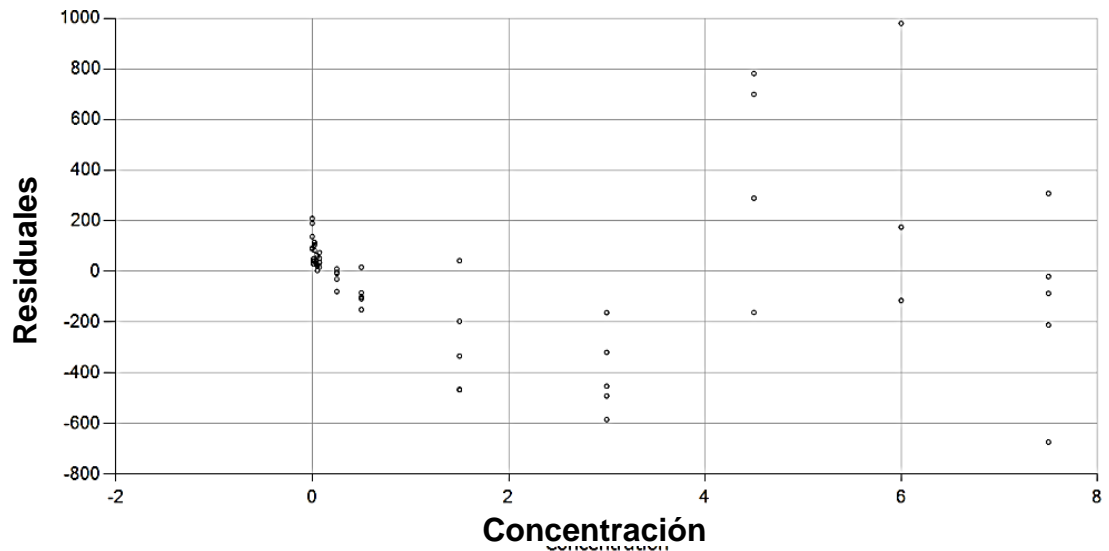
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 10. **Datos preliminares para la obtención de la curva de calibración para Mercurio (Hg)**



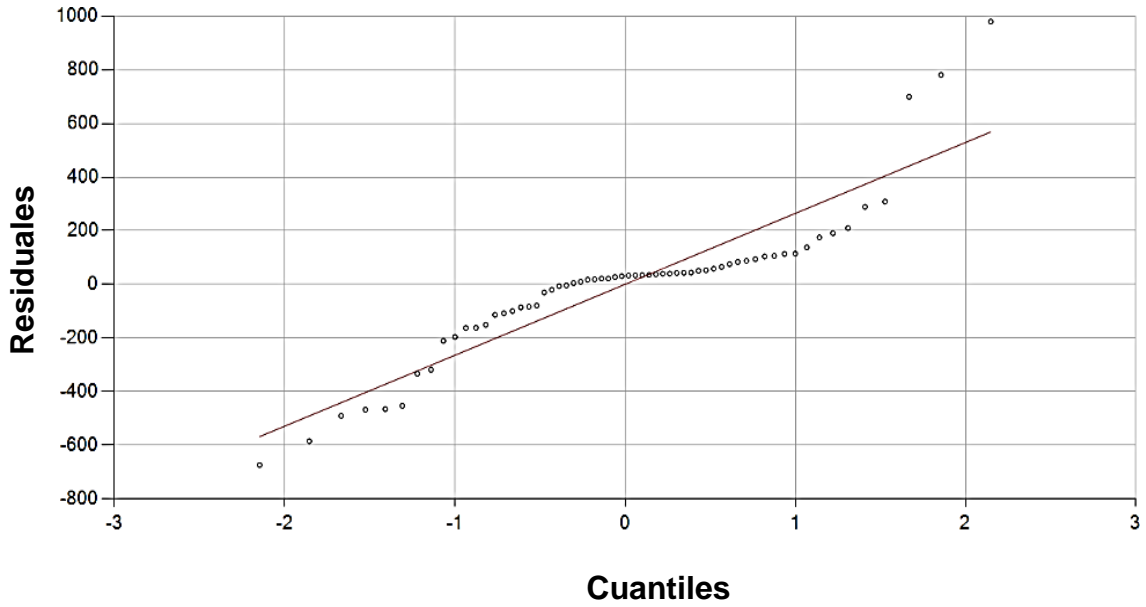
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 11. **Datos preliminares para la obtención de la curva de calibración para residuales Mercurio (Hg)**



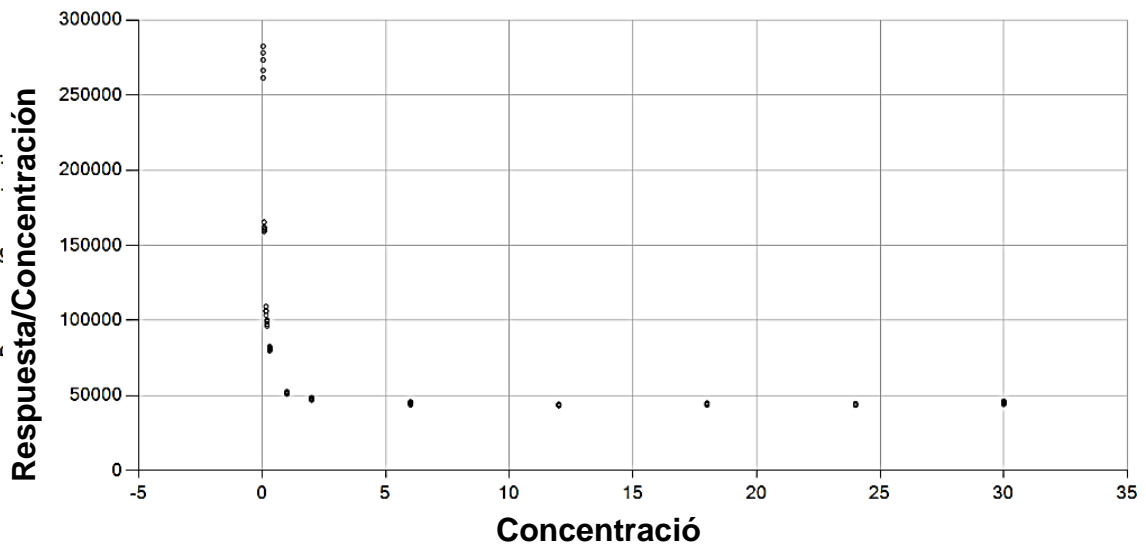
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 12. **Gráfico de los residuales/cuantiles Mercurio (Hg)**



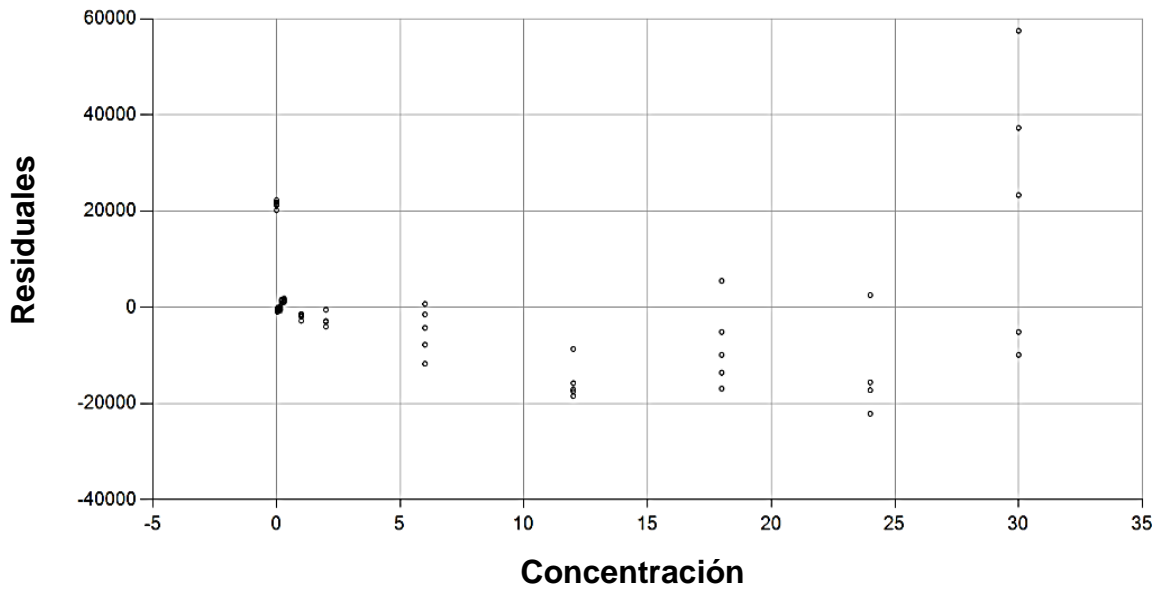
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 13. **Datos preliminares para la obtención de la curva de calibración para Plomo (Pb)**



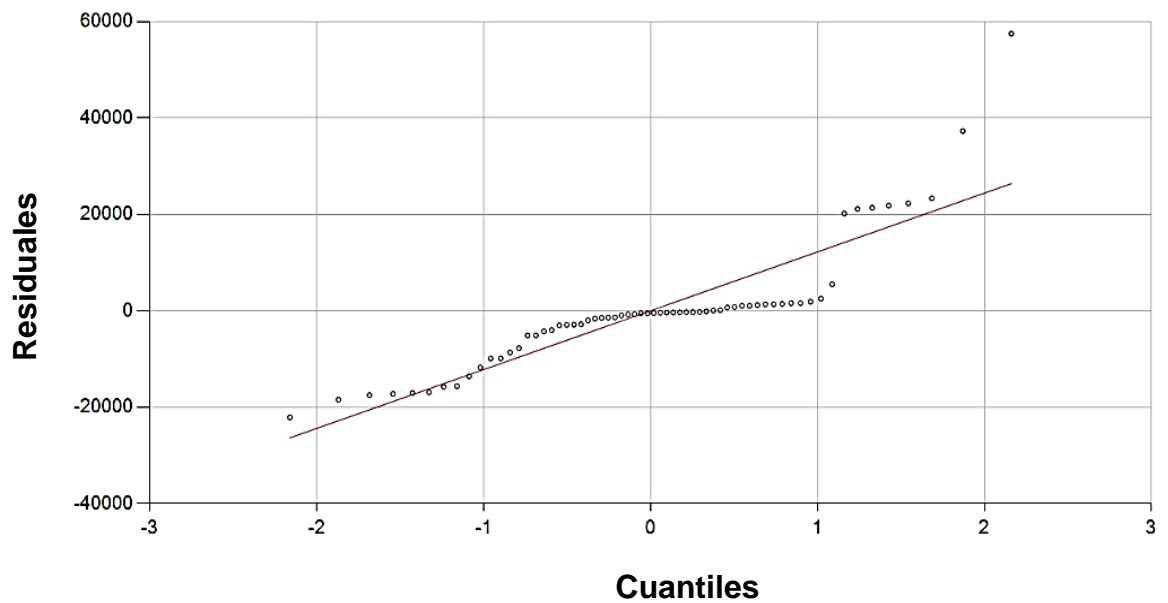
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 14. **Datos preliminares para la obtención de la curva de calibración para Residuales Plomo (Pb)**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 15. **Gráfico de los residuales/cuantiles Plomo (Pb)**



Fuente: elaboración propia.

