



Universidad de San Carlos de Guatemala

Facultad de Ingeniería

Escuela de Ingeniería Química

**DISEÑO DE INVESTIGACIÓN PARA EL 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**

Rocio Desireé Villalta Castellanos

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

Guatemala, noviembre de 2019

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**DISEÑO DE INVESTIGACIÓN PARA EL 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

ROCIO DESIREÉ VILLALTA CASTELLANOS

ASESORADO POR LA M.A. INGA. KRYSTEL MARISOL MONROY MAHECHA

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERA QUÍMICA

GUATEMALA, NOVIEMBRE DE 2019

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. 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. Christian Daniel Estrada Santizo
VOCAL V	Br. Luis Diego Aguilar Ralón
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	Ing. Murphy Olympos Paiz Recinos
EXAMINADOR	Ing. César Alfonso García Guerra
EXAMINADOR	Ing. Víctor Herbert de León Morales
EXAMINADOR	Ing. José Manuel Tay Oroxom
SECRETARIA	Ing. Marcia Ivónne Véliz Vargas

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:

**DISEÑO DE INVESTIGACIÓN: 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 Ingeniería Química, con fecha 26 de julio de 2019.



Rocio Desiree Villalta Castellanos



EEPFI-676-2019

Guatemala, 17 de septiembre 2019.

Director
Ing. Williams Álvarez
Escuela de Ingeniería Química
Presente

Estimado Director:

Reciba un atento y cordial saludo de la Escuela de Estudios de Postgrado. El propósito de la presente es para informarle que se ha revisado los cursos aprobados del primer año y se ha validado la aprobación del Diseño de Investigación de la estudiante **Rocío Desireé Villalta Castellanos** carné número **200412941**, quien optó por la modalidad del **"PROCESO DE GRADUACIÓN DE LOS ESTUDIANTES DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA OPCIÓN ESTUDIOS DE POSTGRADO"**. Previo a culminar sus estudios en la **Maestría en Gestión Industrial**.

Y habiendo cumplido y aprobado con los requisitos establecidos en el normativo de este Proceso de Graduación en el Punto 6.2, aprobado por la Junta Directiva de la Facultad de Ingeniería en el Punto Decimo, Inciso 10.2, del Acta 28-2011 de fecha 19 de septiembre de 2011, firmo y sello la presente para el trámite correspondiente de graduación de Pregrado.

Sin otro particular, atentamente,

"Id y Enseñad a Todos"

MSc. Inga. Krystel Marisol Monroy Mahecha

Asesor (a)

Krystel Marisol Monroy Mahecha
Ingeniera Química
Colegiado No. 2140

Dr. Carlos Humberto Aroche Sandoval

Coordinador de Área
Gestión de Servicios

MSc. Ing. Edgar Darío Álvarez
Director

Escuela de Estudios de Postgrado
Facultad de Ingeniería
Universidad de San Carlos de Guatemala



Ref.EIQ.TG.068.2019

El Director de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el informe de la Dirección de Escuela de Estudios de Postgrado de la Facultad de Ingeniería de la estudiante, **ROCIO DESIREÉ VILLALTA CASTELLANOS**, ha optado por la modalidad de estudios de postgrado para el proceso de graduación de pregrado, que para ello el estudiante ha llenado los requisitos establecidos en el normativo respectivo y luego de conocer el dictamen de los miembros del tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química para revisar el **Informe del Diseño de Investigación del Programa de Maestría en GESTIÓN INDUSTRIAL** titulado **"DISEÑO DE INVESTIGACIÓN PARA EL 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"**. Procede a **VALIDAR** el referido informe, ya que reúne la coherencia metodológica requerida por la Escuela.

"Id y Enseñad a Todos"



Ing. Williams G. Álvarez Mejía: M.I.Q., M.U.I.E
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química

Guatemala, noviembre de 2019

Cc: Archivo
WGAM/ale



Ref. DTG.534-2019

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 Ingeniería Química, al trabajo de graduación titulado: **DISEÑO DE INVESTIGACIÓN PARA EL 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 estudiante universitaria: **Rocio Desireé Villalta Castellanos**, y después de haber culminado las revisiones previas bajo la responsabilidad de las instancias correspondientes, se autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE.

Inga. Aurelia Anabela Cordova Estrella
Decana



Guatemala, Noviembre de 2019

AACE/asga
cc

ACTO QUE DEDICO A:

Dios	Por ser mi 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 a 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 mi 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.
Virgen María	Por protegerme, guiarme e interceder por mí.
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.
Mis sobrinas	Stephanie Sofía y Valerie Michelle Villalta Villalta, por inspirarme a ser su ejemplo.
Mi cuñado	Javier Antonio Villalta Juarez por su apoyo y ayuda incondicional.
Mis abuelos	Por apoyarme y estar a mi lado. Especialmente a mi abuela María del Rosario Daniel.
Compañeros y amigos	Por su apoyo, cariño y amistad sincera.

Mi asesora	Krystel Marisol Monroy Mahecha, por su apoyo, amistad y cariño.
Familia Monroy Mahecha Familia Cordova Tercero	Por su apoyo, cariño y motivarme a finalizar mi formación académica.
Universidad de San Carlos De Guatemala	Por permitirme realizar mi formación profesional dentro de la Facultad de Ingeniería, especialmente a la Escuela de Ingeniería Química.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES	V
LISTA DE SÍMBOLOS	VII
GLOSARIO	IX
RESUMEN	XIII
1. INTRODUCCIÓN	1
2. ANTECEDENTES	5
3. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	9
3.1. Descripción del problema	9
3.2. Delimitación	10
3.3. Formulación del problema	11
3.3.1. Pregunta central	11
3.4. Preguntas auxiliares de investigación	11
3.5. Viabilidad	12
3.6. Consecuencia de la investigación	12
4. JUSTIFICACIÓN	15
5. OBJETIVOS	17
5.1. Objetivo general	17
5.2. Objetivos específicos	17
6. NECESIDADES A CUBRIR Y ESQUEMA DE SOLUCIÓN	19

7.	MARCO TEÓRICO	21
7.1.	Calidad	21
7.2.	Control de calidad	22
7.3.	Aseguramiento de calidad	23
7.3.1.	Laboratorio de Aseguramiento de Calidad.....	25
7.4.	Seguridad alimentaria	27
7.4.1.	Normativas seguridad alimentaria	28
7.4.2.	Norma mundial BRC (<i>British Retail Consortium</i>)	31
7.4.2.1.	HACCP	32
7.4.3.	Norma IFS (International Food Standard)	33
7.4.4.	Norma internacional ISO 22000	34
7.4.5.	Contaminantes químicos	36
7.4.5.1.	Contaminantes metálicos o metales pesados	37
7.4.5.1.1.	Arsénico (As)	38
7.4.5.1.2.	Cadmio (Cd)	39
7.4.5.1.3.	Mercurio (Hg).....	41
7.4.5.1.4.	Plomo (Pb).....	42
7.4.5.2.	Fuente de los metales pesados	45
7.5.	Aspectos metodológicos en el análisis de elementos traza	47
7.5.1.	Espectrofotometría	48
7.5.2.	Espectrofotómetros	49
7.5.2.1.	Espectrofotómetro de masas de plasma acoplado inductivamente (ICP-MS).....	50
7.5.3.	Interferencias en el análisis de ICP-MS	54
7.6.	Desarrollo de un método cuantitativo y su validación	55
7.6.1.	Métodos cuantitativos	55
7.6.2.	Validación de métodos	56

7.6.2.1.	Pasos para la validación de un método	57
7.6.2.2.	Mediciones estadísticas	57
7.6.2.3.	Parámetros de validación	59
7.6.2.3.1.	Linealidad	60
7.6.2.3.2.	Límites	61
7.6.2.3.3.	Exactitud	62
7.6.2.3.4.	Precisión	62
7.6.2.3.5.	Incertidumbre expandida	64
7.6.3.	Control de calidad métodos analíticos	64
8.	PROPUESTA DE INDICE DE CONTENIDO DE INFORME	67
9.	METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACION	71
9.1.	Diseño	71
9.2.	Tipo de estudio	71
9.3.	Alcance	72
9.4.	Variables e indicadores	72
9.5.	Fases	73
9.6.	Población y muestra	75
9.7.	Resultados esperados	76
10.	TÉCNICAS DE ANÁLISIS DE INFORMACIÓN	77
10.1.	Técnica documental	77
10.2.	Técnica de campo	77
10.3.	Plan de análisis de los resultados	78
10.3.1.	Métodos y modelos de los datos según tipo de variables	78

10.3.2.	Programas a utilizar para análisis de datos	79
11.	CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES	81
12.	RECURSOS NECESARIOS Y FACTIBILIDAD DEL ESTUDIO	83
12.1.	Recursos humanos disponibles.....	83
12.1.1.	Investigador	83
12.1.2.	Asesor	83
12.2.	Recursos materiales disponibles	83
12.2.1.	Equipo	84
12.2.2.	Materiales.....	84
12.2.3.	Cristalería	84
12.2.4.	Reactivos.....	85
12.3.	Presupuesto	85
13.	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	87
14.	APÉNDICES	91

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Control de contaminación y pérdidas	48
2.	Esquema de un espectrómetro de masas clásico	51
3.	Esquema de un analizador de masas cuadrupolar	52
4.	Sistema de introducción de muestras.....	53
5.	Metodología de determinaciones analíticas.....	56
6.	Diagrama de flujo validación del método	79
7.	Cronograma de actividades	81

TABLAS

I.	Comparación control de la calidad y aseguramiento de la calidad	25
II.	Comparación normas de seguridad alimentaria	35
III.	Parámetros de validación o verificación	60
IV.	Variables e indicadores	72
V.	Costos y recursos del diseño de investigación	86

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
Al	Aluminio
As	Arsénico
Bi	Bismuto
Cd	Cadmio
Cu	Cobre
Cr	Cromo
Fe	Hierro
Hg	Mercurio
Kg	Kilogramos
L	Litros
LoD	Límite de detección
LoQ	Límite de cuantificación
mg	Miligramos
mm	milímetros
Mn	Magnesio
Ni	Níquel
ng	Nanogramo
Pb	Plomo
PFA	Perfluoro-alkoxy-alcane (Teflón)
PP	Polypropylene
ppm	Partes por millón
ppt	Partes por trillón
Sn	Estaño

µg

Microgramos

V

Vanadio

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 satisfechos.
Calidad	La calidad se refiere a la capacidad que posee un objeto para satisfacer necesidades implícitas o explícitas según un parámetro.
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.
Contaminantes metálicos / metales pesados	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.

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	Hazard Analysis and Critical Control Points
IARC	International Agency for Research on Cancer
ICP-MS	Inductively coupled plasma mass spectrometry, 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.
PVC	Policloruro de vinilo
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 presente diseño de investigación detalla el proceso de validación de la metodología analítica para la determinación cuantitativa de contaminantes metálicos: Plomo, Cadmio, Mercurio y Arsénico por espectrofotometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS) basado en el estándar Europeo EN 15763:2009 “*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] 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 con el fin de cumplir con las normativas de seguridad alimentaria, mejorar la competitividad y la atención al cliente del laboratorio de aseguramiento de calidad.

Para realizar la validación del método espectrofotométrico, se evaluarán los siguientes parámetros: linealidad del método, límite de cuantificación, límite de detección, repetibilidad, exactitud, porcentaje de recuperación; cada uno de los parámetros evaluados deberá cumplir con los criterios de aceptabilidad establecidos. Este proceso se realizará en diferentes días por diferentes analistas calificados y competentes. Con los datos obtenidos en la parte experimental se realizará un análisis estadístico para evaluar cada uno de los parámetros indicados anteriormente para verificar el método, una vez verificados los resultados se realizará la documentación que respalda que el método ha sido validado y se dará por finalizado el proceso.

1. INTRODUCCIÓN

El presente diseño de investigación trata de una sistematización, que se llevará a cabo mediante la validación 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 a 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 esperado en este diseño de investigación será 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 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 iniciará 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*” (Comité Europeo Normalización CEN, 2009, p. 15). 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 establecerán los pasos a seguir para realizar la validación de la metodología analítica cuantitativa y posteriormente se realizará el trabajo de laboratorio.

Para realizar la validación del método espectrofotométrico, se evaluarán los siguientes parámetros: linealidad del método, límite de cuantificación, límite de detección, repetibilidad, exactitud, porcentaje de recuperación; cada uno de los parámetros evaluados deberá cumplir con los criterios de aceptabilidad establecidos. Este proceso se realizará en diferentes días por diferentes analistas calificados y competentes.

Con los datos obtenidos en la parte experimental se realizará un análisis estadístico para validar el cumplimiento de los parámetros establecidos anteriormente para el método espectrofotométrico, una vez verificados los

resultados se realizará la documentación que respalda que el método ha sido validado; obteniéndose 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.

En el primer capítulo se amplían conceptos relacionados con calidad, aseguramiento de calidad, así como normativas de seguridad alimentaria y descripción de los contaminantes químicos. Luego en el segundo capítulo se desarrollan los aspectos metodológicos en el análisis de elementos traza. El tercer capítulo hace referencia al desarrollo de un método cuantitativo y su validación y se evalúan los pasos y parámetros requeridos para la validación de un método. Se concluye en el quinto capítulo con una propuesta documentada, en ella que se encuentra la discusión de resultados que beneficiará a la empresa.

2. ANTECEDENTES

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, se presentó el trabajo titulado: Ingesta dietética de contaminantes metálicos (Hg, Pb, Cd, Fe, Cu, Zn y Mn) en la comunidad Autónoma Canaria. Evaluación Toxicológica. El autor Rubio (1998) 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. (p.1) además indica el procedimiento analítico para la determinación de metales mediante espectrofotometría. (p.6)

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, y afirma 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, este 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)

Para obtener el título de Master en ciencia y tecnología ambiental, Núñez (2014) realizó el trabajo de graduación Validación de ensayos para realizar la caracterización de jales mineros, en este indica que:

La validación de métodos analíticos permite evaluar diversos parámetros de desempeño y adecuación de las pruebas para el cumplimiento de los objetivos y el aseguramiento de la calidad de resultados mediante pruebas de ensayo. (p.1). La validación consiste en un proceso de pruebas encaminadas a corroborar que un método es adecuado para un propósito en particular. (p.8)

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, y 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/o toxinas. (p.24)

3. 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.

3.1. 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 puedan ser ricos en contaminantes metálicos, debido a las prácticas de fabricación, los aditivos, latas y envases utilizados. Durante mucho tiempo, estos contaminantes se consideraron 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.

3.2. Delimitación

El diseño de investigación se llevará a cabo en el laboratorio de aseguramiento de calidad cuyo giro comercial es la prestación de servicios analíticos y de asistencia técnica a las fábricas de la empresa de la región Centroamérica y Caribe, ubicado en el km 46.5 Carretera a Ciudad Vieja Sacatepéquez, Antigua Guatemala.

El estudio se limita a la validación de la metodología analítica para la determinación cuantitativa de cuatro contaminantes metálicos: Pb, Cd, Hg y As; en dos productos alimenticios desarrollados por la empresa: leche entera en polvo y cereal infantil de arroz durante el período Junio 2016 – 2017, utilizando espectrofotometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS) basado en el estándar Europeo EN 15763:2009 *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.

3.3. Formulación del problema

Para desarrollar el tema deben existir preguntas, a continuación, se establecen las preguntas centras y auxiliares que ayudaran a desarrollar dicho tema.

3.3.1. 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?

3.4. 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, límite de cuantificación y repetibilidad 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?

3.5. Viabilidad

El laboratorio de aseguramiento de calidad se encuentra altamente interesado en el desarrollo de la metodología analítica para la determinación cuantitativa de contaminantes metálicos, por lo que se cuenta con la autorización del Jefe del Laboratorio, el cual puso a disposición de la misma los recursos, equipo, reactivos y materiales necesarios para su desarrollo y validación. Así como la revisión de documentación relacionada a los clientes, para determinar su satisfacción.

Adicionalmente cuenta con el recurso humano y financiero por lo que la investigación es viable.

3.6. Consecuencia de la investigación

Con la validación de la metodología analítica para la determinación de contaminantes metálicos se ampliará 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. Por otra parte será de utilidad en el laboratorio de aseguramiento de calidad para entrenar y habilitar al personal.

Si no se lleva a cabo el desarrollo de la metodología analítica para la determinación de contaminantes metálicos se continuará con el incumplimiento de los análisis requeridos por las normativas internas de seguridad alimentaria, lo que provocará insatisfacción de los clientes y por consiguiente un aumento en los costos de operación del laboratorio.

4. JUSTIFICACIÓN

El diseño de investigación presentado se circunscribe en la línea de investigación de calidad de la Maestría en Gestión Industrial, haciendo énfasis en los sistemas de control de calidad, mediante las siguientes asignaturas del pensum de estudios de la maestría: principios y fundamentos de calidad, tecnologías de la calidad e implementación de sistemas de calidad. Con línea directa hacia la competitividad, porque pretende evaluar si la ampliación del portafolio analítico hace más competitivo el laboratorio, incrementando la satisfacción del cliente.

La importancia de realizar este diseño de investigación radica en el compromiso de la empresa con la salud, seguridad, cumplimiento, inocuidad y calidad de cualquier producto que reciben los consumidores, junto con la mejora de atención a las fábricas de la región en la gestión de controles apropiados de la cadena de producción, para entregar productos seguros, conformes y garantizar que la empresa está preparada en cuestiones emergentes de seguridad alimentaria.

Esta investigación se llevará a cabo cubriendo la necesidad de cumplir los estándares integrales relacionados con la vigilancia y monitoreo de contaminantes en alimentos, buscando a través del desarrollo de la metodología analítica que los productos desarrollados por la empresa se encuentran dentro de niveles seguros complementando el sólido sistema HACCP para la inocuidad de los alimentos de las fábricas certificadas según FSSC 22000.

El interés y motivación del investigador en la elaboración del diseño de investigación es brindar una metodología analítica estandarizada que será de utilidad en el laboratorio de aseguramiento de calidad para mejorar la atención a las fábricas de la región, así como entrenar y habilitar al personal, lo cual ayudará a mejorar la salud y seguridad alimentaria de los consumidores.

Los beneficios esperados de este diseño de investigación se verán reflejados en dos aspectos, el primero en un aumento de la capacidad de operación para hacer frente a la demanda en seguridad alimentaria que ha tenido mayor auge en los últimos años y uso eficiente de los recursos al ampliar el portafolio analítico, y segundo la satisfacción del cliente al contar con todos los análisis requeridos. Ambos beneficios representan un impacto importante en la búsqueda de ser el laboratorio de aseguramiento de calidad más competitivo a nivel regional.

El consumidor final será el principal beneficiario, ya que mediante el desarrollo de la metodología analítica para la determinación cuantitativa de contaminantes metálicos se asegurará la reducción de los riesgos en temas de salud y seguridad alimentaria, beneficiando también a los clientes internos, fábricas de la región Centroamérica y del Caribe, directivos, accionistas y propietarios.

5. OBJETIVOS

5.1. Objetivo general

Desarrollar la metodología analítica para la determinación cuantitativa de contaminantes metálicos en productos alimenticios.

5.2. Objetivos específicos

- Determinar los parámetros requeridos para la validación de un método analítico según la norma ISO 17025.
- Definir los límites de aceptación para los parámetros de linealidad, límite de detección, límite de cuantificación y repetibilidad requeridos para la validación del método analítico en dos productos alimenticios desarrollados por la empresa: leche entera en polvo y cereal infantil de arroz.
- Evaluar los resultados obtenidos para los parámetros validados: linealidad, límite de detección, límite de cuantificación y repetibilidad comparados con los límites de aceptación definidos para establecer la funcionalidad de la metodología analítica desarrollada.
- Medir la mejora en la atención al cliente mediante la evaluación del historial de análisis de contaminantes metálicos enviados a otros laboratorios que tendrá el laboratorio de aseguramiento de calidad al ampliar el portafolio analítico con la implementación de la metodología para la determinación de contaminantes metálicos.
- Cumplir con las normativas de seguridad alimentaria y mejorar la atención al cliente del laboratorio de aseguramiento de calidad.

6. NECESIDADES A CUBRIR Y ESQUEMA DE SOLUCIÓN

La principal necesidad a cubrir con el desarrollo de la presente investigación es apoyar a la empresa en la gestión de la seguridad alimentaria y calidad de los productos, cumpliendo los estándares integrales relacionados con la vigilancia y monitoreo de contaminantes en alimentos, para garantizar que la empresa cumple con las normativas internas de monitoreo complementando el sólido sistema FSSC 22,000 para la inocuidad de los alimentos y mejorar la atención a los clientes, aumentando la competitividad del laboratorio a nivel regional.

El esquema de solución del trabajo de investigación consiste en:

- Entender y evaluar la situación actual, para determinar el alcance del proyecto, plantear el objetivo a alcanzar, estimar los beneficios y hacer la planeación del proyecto.
- Investigación documental o bibliográfica, con el objeto de identificar y presentar una propuesta de desarrollo de la metodología analítica para la determinación de contaminantes metálicos.
- Establecer las variables y parámetros de aceptación que se deben evaluar para la validación del método analítico.
- Recolectar mediante ensayos de laboratorio los datos que permitirán validar y estandarizar la metodología analítica.
- Evaluar el impacto de la validación de la metodología analítica en el laboratorio de aseguramiento de calidad.
- Realizar evaluación del historial de análisis de contaminantes metálicos que han sido enviados a otros laboratorios por no contar con la

metodología analítica en laboratorio para calcular el porcentaje de mejora en la atención que tendrá el laboratorio de aseguramiento de calidad al ampliar el portafolio analítico.

7. 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. Manahan (2000) 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/o toxinas” (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.

7.1. Calidad

Para que exista calidad en un bien o bienes que se adquiere Galgano se refiere a esta como: “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 cualidad” (Galgano, 1993, 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 a los productos y / o 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, etc.” (Galgano, 1993, p.29). Todo va a depender de cada persona y de sus preferencias.

7.2. 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 consideración las etapas de planificación, control y mejora. La calidad, en este sentido, no solo se refiere a la durabilidad de un producto o la satisfacción en un servicio, sino que implica cumplir con estándares de rentabilidad

financiera, crecimiento comercial y seguridad técnica definidas por la dirección de la empresa. (Galgano, 1993, p.30)

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). Este permite contar con productos que satisfagan la confianza del consumidor.

7.3. Aseguramiento de calidad

Es necesario que la calidad exista para poder 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-Luzón, Peris y González, 2001, Ap.2.3 y 2.4, 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 de varios puntos de vista y dar diversidad de opiniones al respecto.

Tabla I. **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.
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.

7.3.1. Laboratorio de Aseguramiento de Calidad

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. (Paredes, 2014, p.1)

Los laboratorios de aseguramiento de calidad en este tiempo se han convertido en una herramienta muy útil para las empresas. Peña y Hernández (2002) afirman. “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” (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 a 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. (Galgano, 1995, p.40)

7.4. 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.

Chavarrías (2016) afirma que 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 refiera 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. (p.3)

Chavarrías (2016) afirma que:

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)

7.4.1. 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. Codex Alimentarius [CA] (2016)

En el CA (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. Agencia de Normativa Alimentaria [ANA] (2016)

Como ya se ha mencionada 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” (Codex Alimentarius, 2016). Por consiguiente esta es la normativa que toda empresa de alimentos se 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 llenen 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

Las normas ayudan a las empresas a establecer buenos procesos de fabricación para que puedan producir productos seguros que cumplan con la legislación sobre seguridad alimentaria y cumplir con los niveles de calidad que esperan los consumidores. ANA (2016)

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. (Agencia de Normativa Alimentaria, 2016)

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” (Agencia de Normativa Alimentaria, 2016).

Avantium Business Consulting [ABC] (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.
- Poder acceder a trabajar con las marcas de distribuidores de España, Alemania, Francia, Italia, Reino Unido.
- Conciliar la seguridad alimentaria y el control de calidad.
- Permitir la evaluación de los proveedores en base a 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.

7.4.2. 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 alimentarios con marca del minorista, productos alimentarios 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. ABC (2011)

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 alérgeno gestión, 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.

7.4.2.1. HACCP

El sistema HACCP se desarrolló por primera vez para el diseño y la fabricación de alimentos para el programa espacial estadounidense. “Los riesgos incluyen bacterias, virus, toxinas naturales, pesticidas, residuos de

fármacos, descomposición, parásitos, alérgenos, los aditivos alimenticios y colorantes no aprobados, y compuestos radiactivos” ANA (2013).

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” ANA (2013). 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.

7.4.3. 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. ABC (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” ABC (2011). El regular la calidad de los productos alimenticios permite que estos sean seguros y confiables.

7.4.4. 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 estén 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 II. 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.
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 APCC.
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*. Recuperado de <http://www.avantium.es/>.

7.4.5. 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.

7.4.5.1. Contaminantes metálicos o metales pesados

Los contaminantes metálicos o metales pesados están considerados como contaminantes químicos tóxicos de acuerdo a sus propiedades eco-toxicas, principios químicos, conductividad eléctrica, efectos biológicos, etc. 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. (Juárez, 2006, p.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)

7.4.5.1.1. 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. 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. (Eusko, 2011, p.41)

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. (Eusko, 2011, p.41)

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 sulfidrilo e inhibir la acción de determinadas enzimas relacionadas con el metabolismo celular y la respiración. (Eusko, 2011, p.42)

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. (Eusko, 2011, p.42)

7.4.5.1.2. 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. (Eusko, 2011, p. 34)

La producción comercial de cadmio y su utilización en distintas actividades como la galvanoplastia, la estabilización del PVC, la fabricación de pigmentos para esmaltes, la fabricación de pilas de Ni-Cd 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. (Eusko, 2011, p. 34)

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. (Eusko, 2011, p. 34)

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. (Eusko, 2011, p. 34)

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). (Eusko, 2011, 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.

7.4.5.1.3. 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. 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. (Eusko, 2011, p.36)

“La utilización de fungicidas alquimercuriales para el tratamiento de semillas fue también, hasta su prohibición, una fuente importante de este elemento” (Eusko, 2011, p.36).

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. (Eusko, 2011, p.37)

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 en cerebro así como en hígado y riñones. (Eusko, 2011, p.37)

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 etc.) para las que se permite hasta 1 mg/kg. (Eusko, 2011, p.37)

7.4.5.1.4. 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 si se pueden buscar medios para regularla.

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. (Eusko, 2011, p.31)

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. La utilización de soldaduras de plomo en las latas de conservas fue en su momento una fuente importante de contaminación de los alimentos, pero esta práctica hace años que ha sido abandonada. 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. (Eusko, 2011, p.31)

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. (Eusko, 2011, p.31)

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. (Eusko, 2011, p.31)

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). (Eusko, 2011, p.31)

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). (Eusko, 2011, p.32)

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. (Eusko, 2011, p.33)

7.4.5.2. 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, p. 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.

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” (García, 1997, p.13). La humanidad siempre va a estar realizando actividades que involucren metales. Por ejemplo:

- 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” (García, 1997, p.19). 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. (García, 1997, p.20)
 - 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. (García, 1997, p.21)

7.5. 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.

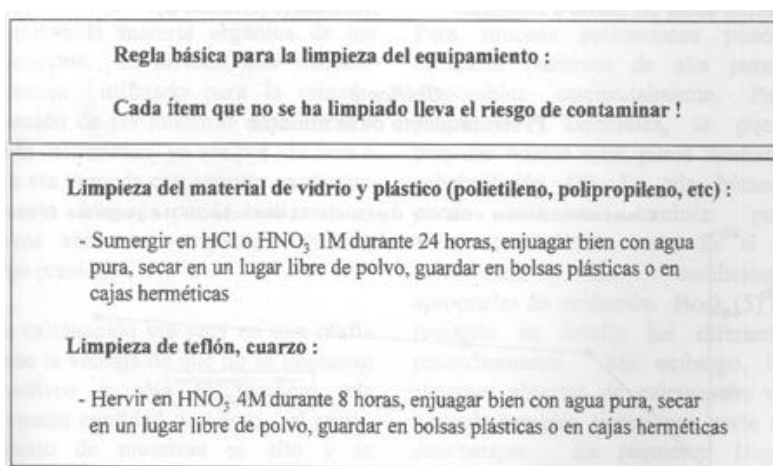
Las técnicas más empleadas son la espectrometría de absorción atómica con atomización de llama (FAAS), la espectrometría de absorción atómica con atomización electrotérmica o de horno de grafito (ETAAS), los de emisión atómica con fuentes de plasma de acoplamiento inducido (ICP-OES), y la espectrometría de masas con plasma de acoplamiento inducido (ICP-MS). (Mizuike, 1983, p.8)

Se tendrán reglas que permitan mantener un orden. “Las reglas básicas establecidas para el análisis traza e indicadas a continuación deberían ser seguidas para el procedimiento completo de análisis” (Mizuike, 1983, p.9). 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.
- (Mizuike, 1983, p.9)

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



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

7.5.1. Espectrofotometría

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. (Mizuike, 1983, p.10)

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 pueden haber problemas con la interferencia de otros metales. (Mizuike, 1983, p.11)

7.5.2. 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.

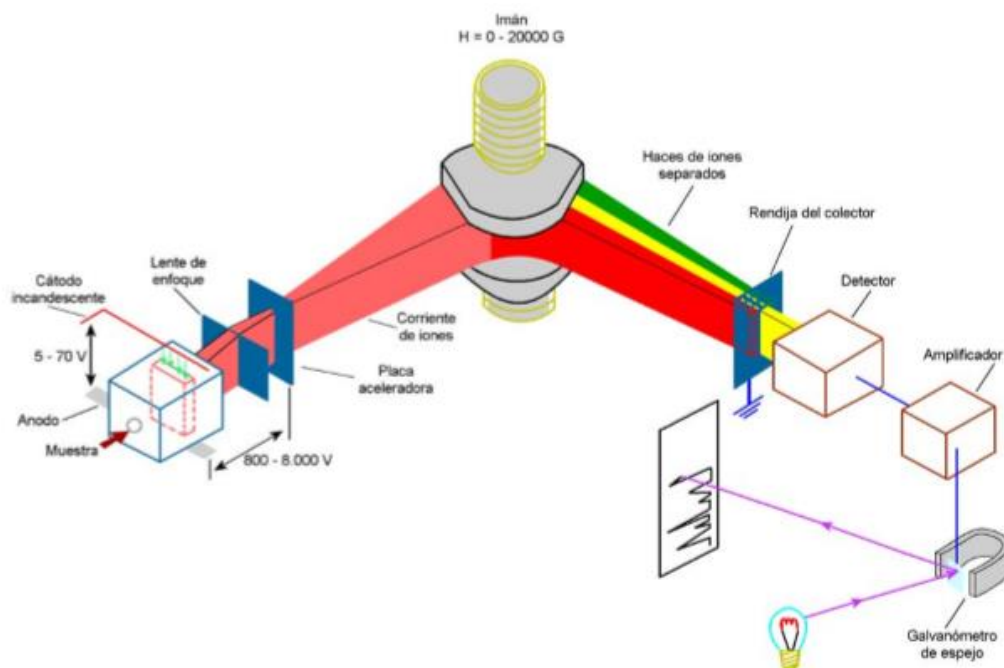
- Colimador: es un lente que lleva el haz de luz entrante con una determinada longitud de onda hacia un prisma, el cual separa todas las longitudes de onda de ese haz logrando que se redireccione hacia la abertura de salida.
- Compartimiento de muestra: es donde se lleva a cabo la interacción radiación 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.

7.5.2.1. 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.

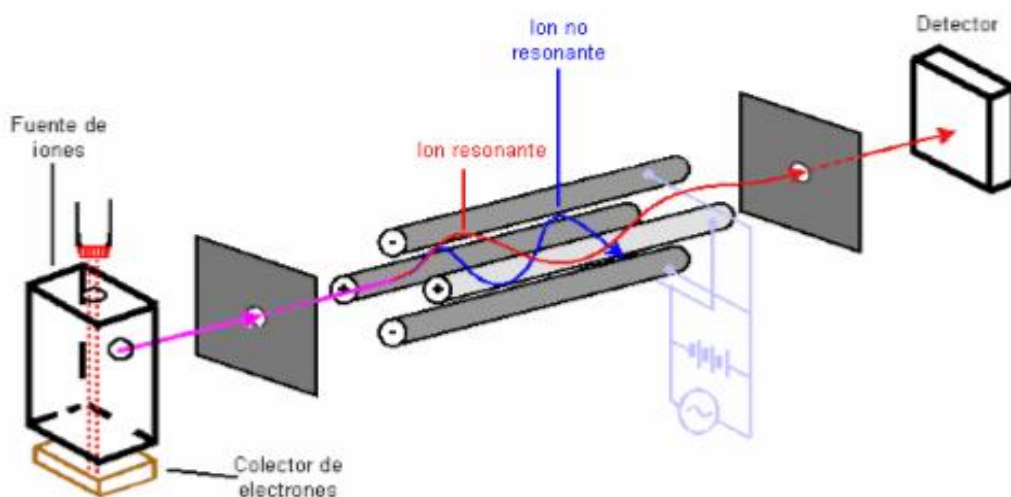
Figura 2. **Esquema de un espectrómetro de masas clásico**



Fuente: Gray, A., (1988). *Inorganic mass spectrometry*. 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 electrostáticos y desde allí extraídos hacia el analizador de masa. Para la mayoría de los tipos de ICP-MS, se utiliza un cuádrupolo para la separación de masa, pero recientemente se encuentran disponibles instrumentos de sector magnético de alta resolución. (Gray, 1988, p.300)

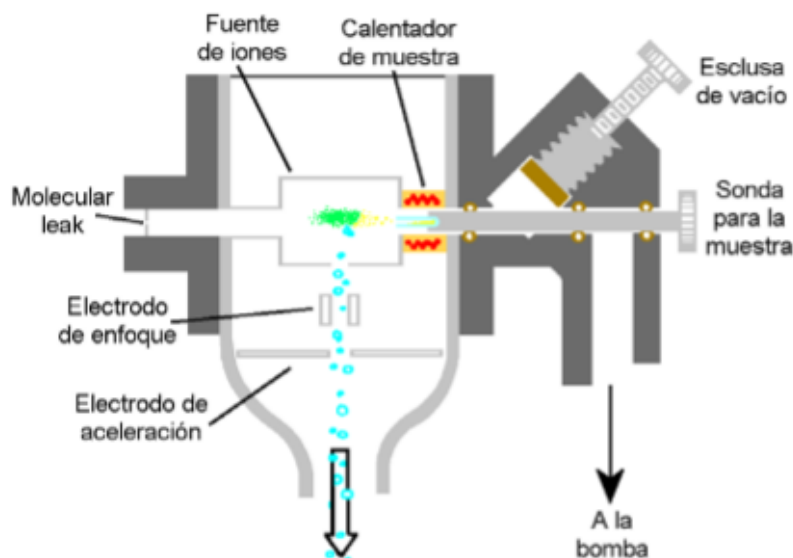
Figura 3. Esquema de un analizador de masas cuadrupolo



Fuente: Gray, A., (1988). *Inorganic mass spectrometry*. 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*. Recuperado de www.interscience.wiley.com.

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 electro-térmica, 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. (Gray, 1988, p.300)

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 una). (Gray, 1988, p.300)

7.5.3. 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 a 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 cuádrupolo 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.

7.6. Desarrollo de un método cuantitativo y su validación

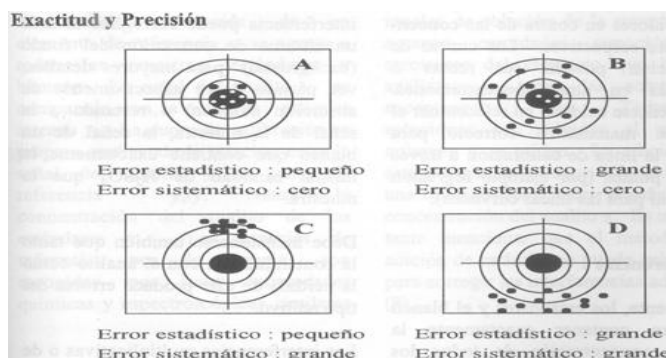
La principal dificultad en la determinación de elementos traza en el análisis de alimentos es la exactitud y precisión de los resultados analíticos, una técnica analítica bien desarrollada y validada debería proporcionar resultados sin error sistemático (exactos) y un pequeño error estadístico (precisos). 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)

7.6.1. 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*.

7.6.2. Validación de métodos

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. (Vaandecasteele, 1993, p.130)

7.6.2.1. Pasos para la validación de un método

Vaandecasteele (1993) indica que los pasos para la validación de un método son:

- Establecer parámetros a evaluar y criterios de aceptabilidad, se estable cuáles serán los parámetros de validación del método, se establece 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)

7.6.2.2. 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, 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.
(Aguirre, 2001, p.50)

$$X = \frac{\sum x_i}{n}$$

Donde:

x_i = valor de una lectura

n = número de lecturas

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

$$S = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - X)^2}}{n-1}$$

Donde:

x_i = valor de una lectura

X = promedio de la totalidad de lecturas

n = número de lecturas

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)

$$\%CV = \frac{S}{X} \times 100$$

Donde:

S = desviación estándar de las lecturas

X = promedio de la totalidad de lecturas

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

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - X)^2}{n-1}$$

Donde:

x_i = valor de una lectura.

X = promedio de la totalidad de lecturas.

n = número de lecturas

7.6.2.3. 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 III. 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	Critico (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	Sí

Fuente: Aguirre, L. (2001). *Validación de métodos analíticos*. Asociación Española de Farmacéuticos de Industria.

7.6.2.3.1. 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)

7.6.2.3.2. Límites

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

Límite de detección (LOD): 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 (Referencia del Manual del Codex Alimentarius).

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

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

Donde: S_o = Desviación estándar de las lecturas del blanco matriz

t = t-Student

v = grados de libertad

$1-\alpha$ = probabilidad b

$\text{LOD} = 3,29S_o$, 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:

$$\text{LOQ} = 10 S_o$$

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.

7.6.2.3.3. Exactitud

El manual del Codex Alimentarius 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.

Cuando se aplica a un método de ensayo, el término “exactitud” se refiere a una combinación de veracidad y precisión.

7.6.2.3.4. Precisión

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 ($CV_r\%$). (Aguirre, 2001, p.53)

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. (Aguirre, 2001, p.54)

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 ($CV_{R_i}\%$). (Aguirre, 2001, 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 corresponderá a un límite de reproducibilidad del 95% de confianza

7.6.2.3.5. Incertidumbre expandida

La incertidumbre posee fuentes que son analizadas. “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” (Aguirre, 2001, 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).

7.6.3. Control de calidad métodos analíticos

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. (Aguirre, 2001, p.40)

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). (Aguirre, 2001, p.40)

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. (Aguirre, 2001, p.41).

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). (Aguirre, 2001, p.41)

8. PROPUESTA DE INDICE DE CONTENIDO DE INFORME

INDICE DE ILUSTRACIONES

INDICE DE TABLAS

LISTA DE SIMBOLOS

GLOSARIO

RESUMEN

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA Y FORMULACIÓN DE PREGUNTAS
ORIENTADORAS

OBJETIVOS E HIPÓTESIS

RESUMEN DE MARCO METODOLÓGICO

INTRODUCCION

1. MARCO TEÓRICO

1.1. Aseguramiento de calidad

1.1.1. Laboratorio de Aseguramiento de Calidad

1.2. Seguridad alimentaria

1.2.1. Normativas seguridad alimentaria

1.2.1.1 Norma mundial BRC

1.2.1.1.1. HACCP

1.2.1.2 Norma IFS (International Food Standar)

1.2.1.3 Norma Internacional ISO 22000

1.3. Contaminantes químicos

1.3.1. Contaminantes metálicos o métales pesados

1.3.1.1. Arsénico (As)

1.3.1.1. Cadmio (Cd)

1.3.1.1. Mercurio (Hg)

- 1.3.1.1. Plomo (Pb)
 - 1.4. Aspectos metodológicos en el análisis de elementos traza
 - 1.4.1. Espectrofotometría
 - 1.4.2. Espectrofotómetros
 - 1.4.2.1. Espectrofotómetro de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS)
 - 1.4.2. Interferencias en el análisis de ICP-MS
 - 1.5 Desarrollo de un método cuantitativo y su validación
 - 1.5.1. Métodos cuantitativos
 - 1.5.2. Validación de métodos
 - 1.5.2.1. Pasos para la validación de un método
 - 1.5.2.2. Mediciones estadísticas
 - 1.5.2.3. Parámetros de validación
 - 1.5.2.3.1. Linealidad
 - 1.5.2.3.2. Límites
 - 1.5.2.3.3. Exactitud
 - 1.5.2.3.4. Precisión
 - 1.5.2.3.5. Incertidumbre
 - 1.5.4. Control de calidad
- 2. DIAGNÓSTICO
- 3. DESARROLLO DE LA INVESTIGACIÓN
- 4. PRESENTACIÓN DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

CONCLUSIONES

RECOMENDACIONES

BIBLIOGRAFÍA Y REFERENCIAS

APÉNDICES

ANEXOS

9. METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACION

El enfoque que se utilizará es mixto, a través de variables cuantitativas para determinar la situación actual por medio de mediciones y evaluaciones, y cualitativo por qué utiliza la revisión documental cuando se investigan los antecedentes del problema.

9.1. Diseño

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.

9.2. Tipo de estudio

El tipo de investigación es descriptivo-explicativo por que se desarrollaran los pasos a seguir 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 resaltará las consecuencias de la insatisfacción del cliente.

9.3. Alcance

El alcance del diseño de investigación es de tipo descriptivo ya que se pretende desarrollar el procedimiento que permita validar la técnica analítica 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.

9.4. Variables e indicadores

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

Tabla IV. Variables e indicadores

Objetivo		Variable	Tipo	Indicador	Herramienta
General	Validar la metodología analítica para la determinación cuantitativa de contaminantes metálicos en productos alimenticios para cumplir con las normativas de seguridad alimentaria y mejorar la atención al cliente del laboratorio de aseguramiento de calidad	Metodología analítica cuantitativa a utilizar	Cualitativa nominal	No aplica	No aplica

Continuación de la tabla IV.

Específicos	Definir los parámetros requeridos para el desarrollo de un método analítico según la norma ISO 17025	- Materiales y equipos - Métodos y normas de referencia - Patrones de referencia	Cualitativa nominal	No aplica	No aplica
	Definir los límites de aceptación para los parámetros requeridos para la validación del método analítico	- Linealidad del metodo - Límite de cuantificación - Límite de detección - Repetibilidad - Exactitud	Dependiente	- Linealidad, coeficiente de correlación 0.995 - Límite mg/Kg - Repetibilidad (r%)	Estadística robusta con un nivel de confianza del 95%
	Evaluar los resultados obtenidos para los parámetros validados comparados con los límites de aceptación definidos para establecer la funcionalidad de la metodología analítica desarrollada.	- Porcentaje de recuperación - Incertidumbre del método	Dependiente	- % de recuperación - % Incertidumbre típica y expandida	Estadística robusta con un nivel de confianza del 95%
	Medir mediante un análisis estadístico el incremento de volumen analítico e ingresos que tendrá el laboratorio de aseguramiento de calidad al ampliar el portafolio analítico con la implementación de la metodología para la determinación de contaminantes metálicos	- Volumen analítico - Ingresos	Cualitativa ordinal	% de incremento volumen analítico - % Incremento ingresos	Análisis estadístico

Fuente: elaboración propia.

9.5. Fases

El procedimiento para lograr los objetivos planteados se describe en las siguientes fases:

- Fase 1: revisión documental para construir los antecedentes y marco teórico de la problemática plateada
 - Revisión de bibliografía
 - Revisión de trabajos de investigación previos
 - Entrevista y recolección de la información

- Fase 2: plan de muestreo para identificar y desarrollar la metodología analítica
 - Revisión de documentación
 - Establecer variables metodológicos
 - Establecer interferencias en la metodología
 - Definir variables de operación del equipo a utilizar

- Fase 3: diseño de instrumentos de recolección de información
 - Desarrollar el plan de autocontrol del método
 - Desarrollar el Plan de autocontrol del equipo
 - Encuesta de satisfacción del cliente

- Fase 4: trabajo de laboratorio, para desarrollar el procedimiento para determinar contaminantes metálicos
 - Establecer materiales y equipo
 - Establecer el procedimiento de preparación de reactivos
 - Establecer el procedimiento de preparación de la muestra
 - Definir el procedimiento de análisis
 - Definición del principio del método
 - Realizar repeticiones del método para obtener datos para evaluar la confiabilidad.
 - Análisis de los parámetros para validar el método.
 - Documentación de la validación del método.

- Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información.
 - Análisis estadístico.
- Fase 5: determinar la satisfacción del cliente al ampliar el portafolio analítico
 - Realizar una encuesta
 - Tabulación de la información generada
 - Conclusión de la información

9.6. Población y muestra

La población definida para esta investigación serán los análisis realizados en productos alimenticios durante el período junio 2016 - 2017.

La muestra es probabilística ya que se tomarán todos los resultados obtenidos durante el trabajo de laboratorio para tener representatividad de la muestra.

La fórmula para calcular el tamaño de muestra cuando se conoce el tamaño de la población es la siguiente:

$$n = \frac{N \times Z_a^2 \times p \times q}{d^2 \times (N - 1) + Z_a^2 \times p \times q}$$

En donde:

N = tamaño de la población

Z = nivel de confianza

P = probabilidad de éxito, o proporción esperada

Q = probabilidad de fracaso

D = precisión (Error máximo admisible en términos de proporción).

9.7. Resultados esperados

Con la metodología de trabajo previamente descrita, se busca mejorar la atención al cliente mediante el desarrollo del método analítico para la evaluación de contaminantes metálicos necesario para verificar el cumplimiento de la seguridad alimentaria de los productos elaborados por las fábricas de la región de Centroamérica y el Caribe.

10. TÉCNICAS DE ANÁLISIS DE INFORMACIÓN

De acuerdo a la naturaleza del diseño de investigación se estudiarán dos formas generales:

10.1. Técnica documental

Recopilación de información bibliográfica para sustentar el diseño de investigación y determinar la metodología analítica a utilizar

10.2. Técnica de campo

- Iniciando con la observación
- Desarrollo de la Técnica de análisis cuantitativo
- Seguidamente la recolección y tabulación de los datos del trabajo de laboratorio en los registros elaborados del plan de autocontrol tanto del método como del equipo, este proceso se realizará en diferentes días por diferentes analistas.
- Evaluación de la información mediante el uso de
 - Mediciones estadísticas
 - Media
 - Desviación estándar
 - Coeficiente de variación
 - Varianza
 - Pruebas de parámetros de validación
 - Linealidad
 - Repetibilidad

- Exactitud
 - Porcentaje de recuperación
 - Límite de detección y cuantificación
- Análisis de estadística robusta para conocer la incertidumbre de las medidas realizadas con un nivel de confianza del 95 %.

Los resultados de la parte experimental se tabularán en el programa Microsoft Excel, los documentos serán realizados utilizando el programa Microsoft Word.

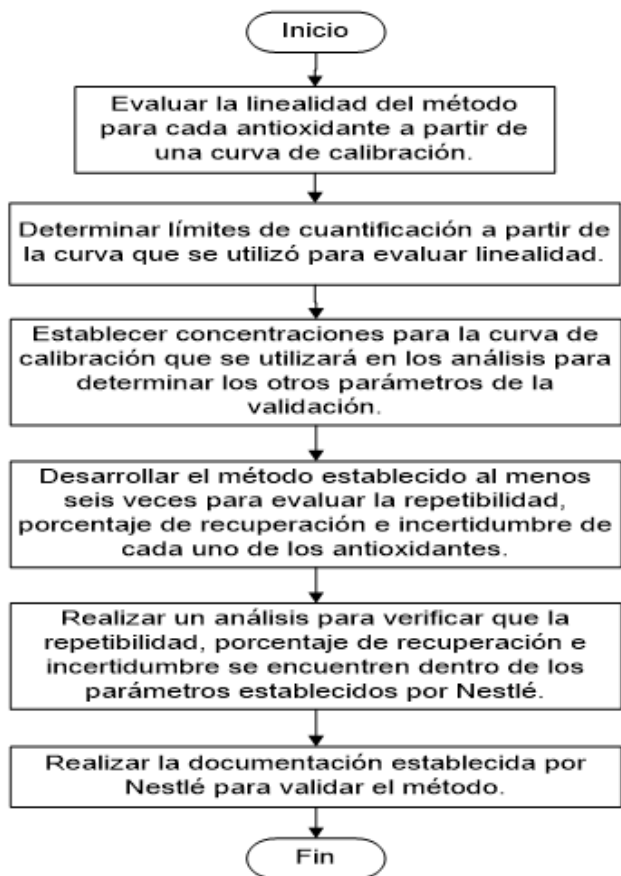
10.3. Plan de análisis de los resultados

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 validación.

10.3.1. Métodos y modelos de los datos según tipo de variables

Se realizará un análisis estadístico para conocer la incertidumbre del método, utilizando estadística robusta con un nivel de confianza del 95 %, siguiendo el siguiente procedimiento de validación:

Figura 6. Diagrama de flujo validación del método



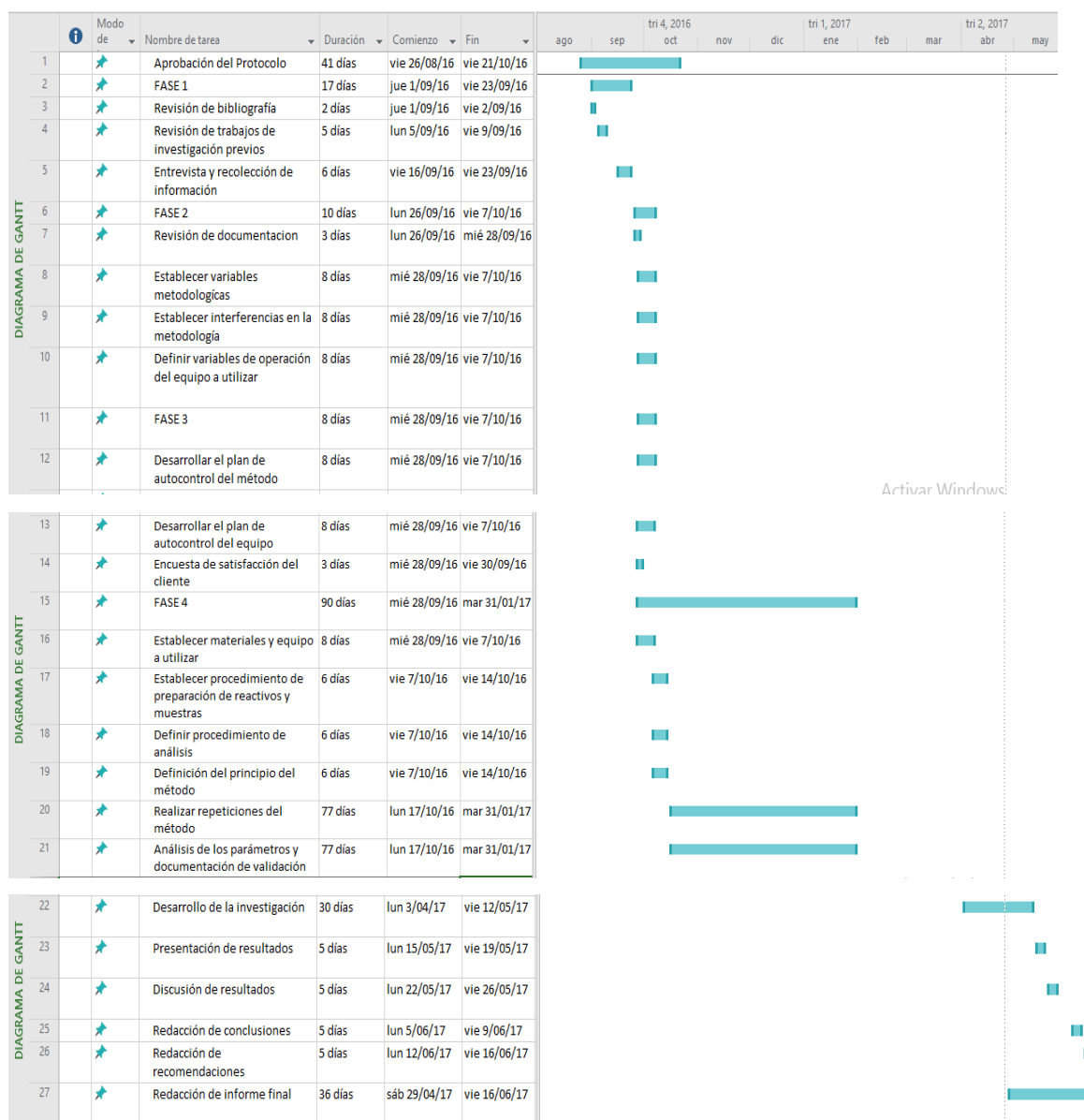
Fuente: elaboración propia.

10.3.2. Programas a utilizar para análisis de datos

Los resultados obtenidos por el análisis serán calculados utilizando el software Q-Stat, programa utilizado internamente para realizar validaciones, verificaciones, entre otros.

11. CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES

Figura 7. Cronograma de actividades



Fuente: elaboración propia.

12. RECURSOS NECESARIOS Y FACTIBILIDAD DEL ESTUDIO

El estudio se realizará en tiempo normal de labores, en horario de lunes a viernes, éste será financiando en su totalidad por el laboratorio de aseguramiento de calidad.

12.1. Recursos humanos disponibles

Los recursos humanos con los que se cuenta para llevar a cabo el diseño de investigación son los siguientes:

12.1.1. Investigador

El desarrollo del método, el manejo de datos que se obtendrá luego de realizar la experimentación y su posterior interpretación, estará a cargo de la estudiante de ingeniería química Rocío Desireé Villalta Castellanos.

12.1.2. Asesor

El desarrollo del diseño de investigación será asesorado por la ingeniera química Krystel Marisol Monroy Mahecha.

12.2. Recursos materiales disponibles

Los recursos materiales con los que se contará para desarrollar el diseño de investigación son:

12.2.1. Equipo

Para realizar la parte experimental se cuenta con 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.

12.2.2. Materiales

- Balones volumétricos plásticos (PP)
- Micropipetas ajustables (5, 50, 200 ul)
- Recipientes PFA, para los estándares y ácido nítrico destilado
- Viales de 15 y 40 mL
- Unidad de destilación de ácidos
- Balanza analítica

12.2.3. Cristalería

Se utilizará cristalería volumétrica estándar clase A de diferentes volúmenes, tales como:

- Pipeta volumétrica
- Balón aforado

12.2.4. Reactivos

- Solución patrón Arsénico grado ICP, 1000 mg/L
- Solución patrón Cadmio grado ICP, 1000 mg/L
- Solución patrón Indio grado ICP, 1000 mg/L
- Solución patrón Mercurio grado ICP, 1000 mg/L
- Solución patrón Plomo grado ICP, 1000 mg/L
- Estándar multielemental CPI International.
- Solución Tuning para ICP-MS NexION 300D
- Ácido nítrico 65% para análisis purificado en unidad de destilación
- Ácido nítrico 65% suprapur
- Ácido clorhídrico fumante 37%
- Peróxido de hidrogeno para análisis 30%
- Isopropanol para análisis
- Agua ultrapura
- Argón, 99.999% de pureza
- Helio, 99.999% de pureza

12.3. Presupuesto

El estudio se realizará en tiempo normal de labores, en horario de lunes a viernes, por lo que el impacto económico solo se cuantifica para fines de cálculo, y evaluar el costo beneficio de dicho diseño de investigación, éste será financiando en su totalidad por el laboratorio de aseguramiento de calidad.

Tabla V. **Costos y recursos del diseño de investigación**

	No.	Concepto	Cantidad	Meses	Precio unitario	Sub-total	Total
Recurso humano	1	Investigador	1	6	-	-	
	2	Asesor	1	6	Q2,500	Q2,500	Q2,500
Recursos físicos	1	Oficinas	1	6	-	-	
	2	Escritorio	1	6	-	-	
	3	Silla	1	6	-	-	
	4	Área de análisis fisicoquímicos	1	6	-	-	-
Recursos tecnológicos	1	Computadora	1	6	-	-	
	2	Impresora	1	6	-	-	
	3	Equipo ICP-MS	1	6	-	-	-
Materiales e insumos	1	Resmas de papel	1	-	Q40	Q40	
	2	Bolígrafos	2	-	Q4	Q8	Q4048
	3	Cristalería	-	6	-	-	
	4	Reactivos	10	6	Q4000	Q4000	
						TOTAL	Q6548

Fuente: elaboración propia.

13. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

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://funvidesas.blogspot.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, vol. (40), pp.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: Person Education.

14. APÉNDICES

Apéndice 1. Formato plan de autocontrol método y equipo



E.042 - ICP-MS
LI-00.848-2 Elementos Traza por ICP-MS
2445.PAC.05.005.1

Punto de control	Propósito (Porqué)	Control				Norma		Acciones correctivas en caso de desvío
		Qué	Cuándo	Quién	Cómo	Límites	Registro	

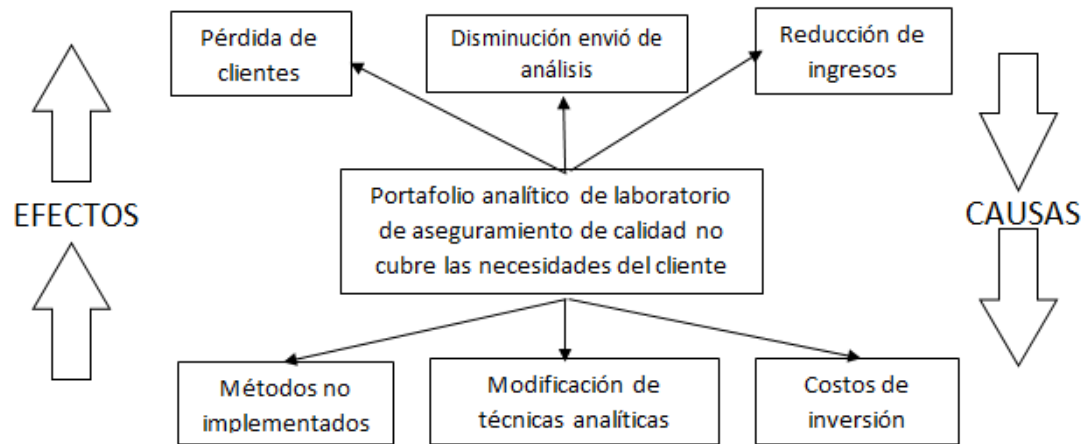
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2. Formato para recolección de datos

[illegible]

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 3. Árbol de problemas



Fuente: elaboración propia.

