	OFICINA DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO Y PRODUCCIÓN	Unidad del Centro de Control de Insumos y Residuos Tóxicos MET-UCCIRT/For-103	
		METODO DE ENSAYO: DETERMINACIÓN DE FIBRA CRUDA EN ALIMENTOS BALANCEADOS.	Revisión: 00



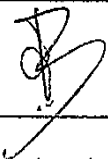


	Elaborado por:	Revisado por:	Aprobado por:
	Daniel Echevarria Rodríguez-Sawao Especialista UCCIRT	Orlando Lucas Aguirre Director UCCIRT	Roberto Acosta Gálvez Director OCDP
Firma			
Fecha	01/06/2015	10/06/2015	12/06/2015
	Jessica Pinco Mendo Técnico UCCIRT		
Firma			
Fecha	01/06/2015		

TABLA DE CONTENIDO:

Introducción

1. Objetivo
2. Alcance
3. Referencia
4. Definiciones
5. Metodología
6. Antecedentes
7. Anexos

	OFICINA DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO Y PRODUCCIÓN	Unidad del Centro de Control de Insumos y Residuos Tóxicos MET-UCCIRT/For-103	
	METODO DE ENSAYO: DETERMINACIÓN DE FIBRA CRUDA EN ALIMENTOS BALANCEADOS.	Revisión: 00	Página 2 de 7

INTRODUCCIÓN

Este método de ensayo es utilizado para la determinación de Fibra cruda en alimento balanceado.

Este método permite determinar el contenido de fibra en la muestra, después de ser digerida con soluciones de ácido sulfúrico e hidróxido de sodio y calcinado el residuo. La diferencia de pesos después de la calcinación nos indica la cantidad de fibra presente.

1. OBJETIVO

El presente documento describe el procedimiento de operación para la determinación del porcentaje de fibra cruda a través del equipo automático FIBRETERM.

2. ALCANCE

Aplicable a la determinación de fibra cruda en alimento balanceado.

3. REFERENCIAS

Método Oficial AOAC 962.09- Fibra Cruda en Alimentos para balanceados.

4. DEFINICIONES

Fibra Cruda: se puede definir como la parte de las plantas comestibles que resiste la digestión y absorción en el intestino delgado humano y que experimenta una fermentación parcial o total en el intestino grueso. Esta parte vegetal está formada por un conjunto de compuestos químicos de naturaleza heterogénea (polisacáridos, oligosacáridos, lignina y sustancias análogas).

5. METODOLOGÍA

5.1 Principio del Método


Cuando se hace un análisis de fibra cruda las partes son solubles con ácido sulfúrico e hidróxido de sodio, tales como celulosa, hemicelulosa y lignina se disuelven desde el material de la muestra.

El material residual sin digerir se seca, se pesa y luego se incinera. La diferencia entre el contenido de ceniza y las partes no digeridas es la fibra cruda.

Cuando se utilizan los fibrebag el proceso de dilución y de filtración se simplifica. La parte más importante en el análisis de la fibra es la observación exacta de los respectivos tiempos de la etapa de ebullición, así como los procedimientos de pesaje.

5.2 Precauciones de Seguridad.

5.2.1 Se requiere mandil, guantes y un respirador de media cara .

	OFICINA DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO Y PRODUCCIÓN	Unidad del Centro de Control de Insumos y Residuos Tóxicos	
		MET-UCCIRT/For-103	
	METODO DE ENSAYO: DETERMINACIÓN DE FIBRA CRUDA EN ALIMENTOS BALANCEADOS.	Revisión: 00	Página 3 de 7

5.2.2 Cuando se trabaje en la preparación de soluciones con Hidróxido de sodio, tener cuidado de usar guantes para evitar el efecto corrosivo del reactivo. Así mismo usar un respirador de cara completa para evitar inhalar los vapores que se produzcan y proteger la vista en el caso se produzca una reacción violenta.

5.2.3 Cuando se trabaje en la preparación de soluciones con Acido Sulfúrico, tener cuidado de usar guantes para evitar el efecto corrosivo del reactivo. Así mismo usar un respirador de cara completa para proteger el sistema respiratorio y la vista de los gases que emana y de alguna reacción violenta que pudiera producirse (El Acido Sulfúrico reacciona violentamente con el agua y materia orgánica).

5.3 Precauciones Analíticas.

5.3.1 Precauciones de Operación

- Es muy importante la limpieza del material de vidrio utilizado en este procedimiento para evitar interferencias durante el análisis. Se lava con solución de detergente especial (extrán alcalino Merck o similar).
- Se enjuaga con abundante agua de grifo.
- Se enjuaga con agua de grifo y finalmente con agua destilada.
- Se seca a temperatura ambiente.
- Los frascos utilizados para el almacenamiento de los reactivos y muestras pueden ser de vidrio o polietileno y deben seguir el mismo procedimiento de limpieza.
- Utilizar reactivos de grado analítico o superior que cumplan con las normas internacionales de calidad (ACS, ISO).
- Consultar el manual de operación del equipo, para el buen manejo y mantenimiento preventivo.
- Tener cuidado en la preparación de las Soluciones de NaOH y de H₂SO₄, debido a que son reactivos altamente corrosivos e irritantes.

5.3.2 Interferencias

NA


5.4 Equipos y materiales

5.4.1 Equipos

- Balanza analítica marca AND modelo GR 200 y sensibilidad 0.1 mg.
- Equipo Extractor de Fibra marca Gerhardt, modelo Fibretherm // FT12 .
- Estufa Memmert temp.105 °C.
- Mufla Barnstead temp.600 °C.
- Desecador.

5.4.2 Materiales

- FibreBags .
- Crisol.
- Espátula.

	OFICINA DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO Y PRODUCCIÓN	Unidad del Centro de Control de Insumos y Residuos Tóxicos	
	METODO DE ENSAYO: DETERMINACIÓN DE FIBRA CRUDA EN ALIMENTOS BALANCEADOS.	MET-UCCIRT/For-103	
		Revisión: 00	Página 4 de 7

- Pinzas.
- Probeta de 1000ml.
- Fiola de 1000ml.
- Placas Petri.

5.5 Reactivos

Se deben utilizar reactivos de grado analítico o superior que cumplan las normas internacionales de calidad (ACS, ISO).

Nota 1: Por lo general el tiempo de preservación de los reactivos es un año como máximo, salvo que se indique lo contrario. Todos los reactivos se deben almacenar en recipientes adecuados, provistos de etiquetas con el nombre del reactivo, fecha de preparación, fecha de vencimiento e iniciales del analista.

a.) Solución de hidróxido de sodio al 0.313 mol/l.

Se pesa 12.5 g de NaOH en una fiola de 1 litro; luego se coloca la fiola en un baño de agua con hielo y se disuelve el NaOH añadiendo lentamente agua ultra pura; se enfría y se diluye con agua ultra pura hasta alcanzar un volumen de 1000 ml.

b.) Solución de Ácido Sulfúrico, 0,13 mol/l.

En un frasco volumétrico de 1 Litro, se diluye con agua 6.9 mL de ácido sulfúrico Q.P. hasta 1000 mL.

c.) Acido sulfúrico concentrado Q.P


d.) Hidróxido de sodio Q.P

5.6 Análisis de la muestra

5.6.1 Se prepara los fibrebag colocándolos a la estufa a 105°C +/- 1°C por 1 hora, luego se enfría en el desecador a temperatura ambiente para luego ser pesado.

5.6.2 Se pesa 1 g de muestra y se coloca dentro del fibrebag , para el valor del blanco se coloca un fibrebag sin muestra, se recomienda que la muestra antes de analizar la fibra se le extraiga la grasa para asegurar una mejor digestión en el equipo.

5.6.3 Se coloca el fibrebag dentro del vidrio separador para luego colocarlos en el carrusel, previamente identificados.


	OFICINA DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO Y PRODUCCIÓN	Unidad del Centro de Control de Insumos y Residuos Tóxicos MET-UCCIRT/For-103	
	METODO DE ENSAYO: DETERMINACIÓN DE FIBRA CRUDA EN ALIMENTOS BALANCEADOS.	Revisión: 00	Página 5 de 7



- 5.6.4 Se enciende el equipo verificando que los reservorios de solución de NaOH Y H_2SO_4 estén en el nivel establecido, para que el sensor de los reservorios no presente ningún error, siempre se debe comprobar el volumen agregado por el equipo, utilizando una probeta después de succionar la cantidad indicada.
- 5.6.5 Se procede a seleccionar en la pantalla con la tecla menú “ Method Execution” , volvemos a presionar la tecla menú y aparece “Method Definition” , se presiona la tecla enter y aparece Method 1 y con la tecla star se iniciara la digestión de la muestra.



Extractor de Fibra

	OFICINA DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO Y PRODUCCIÓN	Unidad del Centro de Control de Insumos y Residuos Tóxicos MET-UCCIRT/For-103	
		METODO DE ENSAYO: DETERMINACIÓN DE FIBRA CRUDA EN ALIMENTOS BALANCEADOS.	Revisión: 00

Descripción del Método.

1	Method Definition	1	No	
2	<A> Detergente	H ₂ SO ₄	Tipo	
3	<A> Adicionar	1.3	litro	
4	<A> Energía de calefacción	40	%	La solución deberá hervir suavemente.
5	<A>Tiempo de circulación	10	s	
6	<A> Circulación pausa	30	s	
7	<A>Tiempo ebullición	30	min	
8	<A> Succión	3	min/s	El recipiente de ebullición debe estar vacía.
9	<A> Enjuague	2	ciclos	
10	 Detergente	NaOH	Tipo	
11	 Adicionar	1.3	litro	
12	 Energía de calefacción	40	%	La solución deberá hervir suavemente.
13	 Tiempo de circulación	10	s	
14	 Circulación pausa	20	s	
15	 Tiempo ebullición	30	min	
16	 Succión	3	min/s	El recipiente de ebullición debe estar vacía.
17	 Enjuague	2	ciclos	
18	<C> Detergente	H ₂ O	Tipo	
19	<C> Adicionar	1.3	litro	
20	<C> Energía de calefacción	55	%	
21	<C> Tiempo de circulación	10	s	
22	<C> Circulación pausa	15	s	
23	<C> Tiempo de ebullición	5	min	
24	<C> Succión	3	min/s	El recipiente de ebullición debe estar vacía.
25	<C> Enjuague	2	ciclos	
26	Final			

5.6.6 Secado de la FibreBag.


La FibreBag junto con los espaciadores de vidrio se sacan del carrusel, a continuación los espaciadores se retiran de la FibreBag ,enjuagar cuidadosamente con agua. La FibreBag drenado se pone en un crisol, que tiene que ser pre-calcinado a 600 °C y pesado. Luego se coloca en la estufa a 105 °C durante un mínimo de 4 horas o durante la noche y después se coloca en el desecador para enfriar a temperatura ambiente para luego ser pesado.

5.6.7 Incineración de la muestra.

Los crisoles con el fibrebags con muestra se llevan a la mufla para ser incinerados a 600 °C por 4 horas. Después de la incineración el crisol se enfría y se lleva a la estufa a 105°C por 30 minutos, luego es llevado al desecador para que enfríe a temperatura ambiente y obtener el peso final.

5.7 Cálculos y Expresión de resultados.

5.7.1. Análisis de datos

	OFICINA DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO Y PRODUCCIÓN	Unidad del Centro de Control de Insumos y Residuos Tóxicos	
	METODO DE ENSAYO: DETERMINACIÓN DE FIBRA CRUDA EN ALIMENTOS BALANCEADOS.	MET-UCCIRT/For-103	
		Revisión: 00	Página 7 de 7

El cálculo de % de fibra cruda se realiza a través de la siguiente fórmula :

$$\% \text{ Fibra cruda} = (m_3 - m_1 - m_4 - m_5) * 100 / m_2$$

Valor del blanco: $(m_7 - m_6)$

donde:

- m_1 = Peso FibreBag (g)
- m_2 = Peso de la muestra (g)
- m_3 = Peso del crisol con la fibrebag después de la digestión (g)
- m_4 = Peso del crisol después de la incineración (g)
- m_5 = Valor del Blanco(g)
- m_6 = Peso del crisol vacío para el blanco (g)
- m_7 = Peso del crisol después de la incineración del blanco fibrebag. (g)

El especialista una vez concluido el ensayo y los cálculos coloca los resultados en el sistema ubicado en <\\olucas\uccirt\hojas de trabajo\CCIA\Proximal> y reporta en la hoja de trabajo en REG-UCCIRT/Lab-61

6. ANTECEDENTES

No aplica.

7. ANEXOS

No Aplica.