

LACM®/División de Metrología		Página 1 de 4 páginas	
DM_FT_EA_09 Ficha Técnica Ensayo de Aptitud. Determinación de la composición química gruesa de alimentos extruidos y deshidratados destinados a la alimentación de salmón o trucha		Versión: 07/08/2023	Última revisión: 07/08/2023
Preparado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	Revisado por: Andrés Soto Encargado de Análisis de Datos e Informes	Autorizado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	



Universidad Austral de Chile
 Instituto de Ciencia y Tecnología de los Alimentos
LACM®/División de Metrología

FICHA TECNICA ENSAYO DE APTITUD
Determinación de la composición química gruesa de alimentos extruidos y deshidratados destinados a la alimentación de salmón o trucha.

Objetivos y alcance	<p>- Proteína bruta: Permitir a los laboratorios participantes comprobar si ejecutan su ensayo con una desviación estándar de la reproducibilidad igual al 1,25% del contenido de proteína bruta y comparar sus resultados y el método que emplean con el promedio robusto consensual y con los resultados de métodos alternativos.</p> <p>- Materia grasa: Permitir a los laboratorios participantes comprobar que operan con una reproducibilidad que conforma con una meta de 0,55 g/100g. La evaluación se realizará con base a un promedio robusto consensual, pero considerando solamente observaciones basadas en métodos explícitos para alimentos de consumo animal y que incorporen una etapa de hidrólisis ácida, previa a la extracción con solvente. La naturaleza del solvente no se restringe como tampoco la automatización del procedimiento. Excepcionalmente otros métodos podrán ser evaluados, pero no se incluirán en el promedio robusto.</p> <p>- Ceniza: Permitir a los laboratorios participantes comprobar que operan con una reproducibilidad que conforma con una meta de 0,25 g/100g. La evaluación se realiza con base a un promedio robusto consensual, pero considerando solamente observaciones basadas en métodos explícitos para alimentos de consumo animal.</p> <p>- Humedad: Permitir a los laboratorios participantes comprobar si ejecutan su ensayo con una desviación estándar de la reproducibilidad igual a 0,35 g/100g y comparar sus resultados y el método que emplean con el promedio robusto consensual y con los resultados de métodos alternativos.</p>	
Naturaleza del material de ensayo	Alimentos formulados deshidratados obtenidos por extrusión y que son destinados actualmente para la alimentación de salmones o truchas en la acuicultura chilena	
Mensurandos	Componente	Definición de mensurando
	Proteína bruta (n*6,25)	Fracción de masa de Proteína bruta en g (Nitrógeno x 6,25)/100 g de alimento para peces , referido a la fracción de masa de nitrógeno determinada por método macro Kjeldahl, Kjeldahl en bloque por o método de combustión Dumas.
	Materia grasa total	Fracción de masa de Materia grasa en g/100 g de alimento para peces , definida como la fracción de masa de sustancias lipídicas obtenidas por método gravimétrico y de extracción con diferentes tipos de solvente, con hidrólisis ácida previa.

VÁLIDO PARA USO EN ENSAYO DE APTITUD: EA CQ AS 2302

LACM®/División de Metrología		Página 2 de 4 páginas	
DM_FT_EA_09 Ficha Técnica Ensayo de Aptitud. Determinación de la composición química gruesa de alimentos extruidos y deshidratados destinados a la alimentación de salmón o trucha		Versión: 07/08/2023	Última revisión: 07/08/2023
Preparado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	Revisado por: Andrés Soto Encargado de Análisis de Datos e Informes	Autorizado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	

	Ceniza	Fracción de masa de Ceniza en g/100 g de alimento para peces , definido como el residuo (expresado como fracción de masa) obtenido por método gravimétrico con calcinación en mufla a 550 ° C hasta ceniza blanca y 5 g de muestra o por métodos equivalentes con temperaturas de calcinación entre 525 y 600 °C.
	Humedad	Fracción de masa de Humedad en g/100 g de alimento para peces , definido como el agua “libre” o “disponible” para su participación en reacciones químicas, y obtenida como la pérdida de masa al secado por método gravimétrico a peso constante a temperaturas entre 103 a 106 °C (ú 80 a 95 °C y vacío)
Métodos de ensayo aplicables	Componente	Métodos
	Proteína bruta	<ul style="list-style-type: none"> a) Método macro Kjeldahl: ISO 5983-1 y equivalentes b) Método Kjeldahl (en bloque, cobre y ácido bórico): ISO 5983-2; AOAC 2001.11 y equivalentes c) Método Dumas (combustión): ISO 16634-1:2008; AOAC 990.03 y equivalentes
	Materia grasa total	<p>Métodos de extracción con hidrólisis ácida:</p> <ul style="list-style-type: none"> a) Extracción en Soxhlet o Soxtec. Con hidrólisis (ISO 6492:1999) b) Extracción con éter, método Mojonnier (AOAC 954.02) <p>Otros métodos podrán ser incorporados y los resultados de ellos serán evaluados, pero no se incluirán en el promedio robusto consensual. Ejemplos:</p> <ul style="list-style-type: none"> c) Extracción en Soxhlet o Soxtec. Sin hidrólisis (ISO 6492:1999) d) Extracción directa o indirecta con éter (AOAC 920.39) e) Método de extracción con acetona (AOAC 948.16) f) Métodos automáticos o semi-automáticos tales como Soxtec, SoxCap y ANKOM.
	Ceniza	<p>Métodos gravimétricos, calcinación en mufla:</p> <ul style="list-style-type: none"> a) A 600 ° C por 2 horas y 2 g de muestra (AOAC 942.05); b) A 550 ° C por 3 horas o hasta ceniza blanca y 5 g de muestra (ISO 5984:2002) c) Métodos equivalentes, con rangos de temperatura de calcinación entre 525 y 600 °C
	Humedad	<p>Métodos gravimétricos, secado en horno:</p> <ul style="list-style-type: none"> a) A 103 °C ó 80 °C y vacío (ISO 6496:1999); b) A 95 °C y vacío, por 5 h (AOAC 934.01); c) A 103 °C a 104 °C (AOAC 935.29); d) A 103 °C, 4 a 6 h (NCh 512. Of 80) e) Métodos equivalentes, con temperaturas de secado no mayores a 106 °C

VÁLIDO PARA USO EN ENSAYO DE APTITUD: EA CQ AS 2302

LACM®/División de Metrología		Página 3 de 4 páginas	
DM_FT_EA_09 Ficha Técnica Ensayo de Aptitud. Determinación de la composición química gruesa de alimentos extruidos y deshidratados destinados a la alimentación de salmón o trucha		Versión: 07/08/2023	Última revisión: 07/08/2023
Preparado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	Revisado por: Andrés Soto Encargado de Análisis de Datos e Informes	Autorizado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	

Contenido o rango de la propiedad a ensayar	Componente		Rango (g/100g)
	Proteína bruta		37 - 63
	Materia grasa total		11 - 28
	Ceniza		4 - 43 15
Humedad		Inferior a 12	
Número de ítems de ensayo (niveles)	03		
Número de réplicas requerido por cada muestra de laboratorio	02		
Cantidad de material y su envase	100 gramos envasados en una bolsa de film trilaminado		
Plazo límite para informar (enviar) los resultados	Máximo 10 días hábiles a partir de la fecha en que el participante recibe las muestras.		
Método de asignación de valores (valores de referencia) a los ítems de ensayo	<p>Promedio consensual robusto que incorpora los resultados de todos los participantes, a excepción del valor asignado para el mensurando materia grasa, en el cual se considerarán sólo aquellos obtenidos por método ISO 6492 (alternativa B, con hidrólisis ácida) o equivalentes.</p> <p>Se utiliza el estimador robusto conocido como Biweight de Tukey, con escala igual a MADn y constante de ajuste k igual a 4,685.</p>		
Prueba de homogeneidad	<p>La homogeneidad del material se verifica mediante análisis de materia grasa por método de hidrólisis ácida y extracción con éter (método Mojonnier), según AOAC 954.02, y análisis de humedad por método gravimétrico a 103 °C (ISO 6496). Los análisis son realizados por LACM®/División Analítica en duplicado a 2 unidades (bolsas) de cada uno de los 3 niveles. La prueba de homogeneidad se realiza en forma simultánea al ensayo. Para el análisis de los datos se aplica el método de descomposición de varianza a partir de una tabla ANDEVA, siguiendo las recomendaciones del Protocolo IUPAC (“The International Harmonized Protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories”)</p>		
Evaluación de los resultados para establecer conformidad	Las metas para la evaluación de la aptitud $\hat{\sigma}$ son:		
	Componente	Desviación estándar para la evaluación $\hat{\sigma}$	
	Proteína bruta	$\hat{\sigma} = 0,0125w_p$, w_p = contenido de proteína en g/100g.	
	Materia grasa total	$\hat{\sigma} = 0,55 \text{ g/100g}$	
	Ceniza	$\hat{\sigma} = 0,25 \text{ g/100g}$	
	Humedad	$\hat{\sigma} = 0,35 \text{ g/100g}$	
<p>En el caso de que $0,4\hat{\sigma} < u_x$ (siendo u_x la incertidumbre del promedio robusto) se realizará una evaluación de los participantes aplicando como meta para la evaluación de la aptitud $\hat{\sigma}$ la estimación robusta de escala Q_n (Croux C y Rousseeuw, 1999, “Time-efficient algorithms for two highly robust estimators of scale”. Computational Statistics, Volume 1).</p> <p>Se asigna un score z (ISO 13528:2022, subcapítulo 9.4) por participante para cada nivel. El score z se interpreta de la siguiente manera: si $z \leq 2$ el resultado del participante es satisfactorio; si $2 < z < 3$ el resultado indica un signo de advertencia sobre su</p>			

VÁLIDO PARA USO EN ENSAYO DE APTITUD: EA CQ AS 2302

LACM®/División de Metrología		Página 4 de 4 páginas	
DM_FT_EA_09 Ficha Técnica Ensayo de Aptitud. Determinación de la composición química gruesa de alimentos extruidos y deshidratados destinados a la alimentación de salmón o trucha		Versión: 07/08/2023	Última revisión: 07/08/2023
Preparado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	Revisado por: Andrés Soto Encargado de Análisis de Datos e Informes	Autorizado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	

	performance; si $ z \geq 3$ entonces es un signo de acción para que el laboratorio mejore su performance.
Forma de despacho del material	En caja de aislapol.
Preservación	En lugar fresco y seco, muestra sellada
Norma general que se aplica	NCh-ISO 17043:2011. Ensayo de aptitud acreditado bajo la norma ISO 17043:2010 por la entidad mexicana de acreditación a.c. (ema) (certificado de acreditación N° PEA-ENS-14)
Subcontratación	Varios aspectos del programa de ensayos de aptitud se pueden eventualmente subcontratar. Cuando se realiza la subcontratación, ésta se adjudica a un subcontratista competente y LACM®/División de Metrología es responsable de este trabajo. La planificación del programa de EA, evaluación del desempeño o autorización de informe final no serán subcontratados.

VÁLIDO PARA USO EN ENSAYO DE APTITUD: EA CQ AS 2302