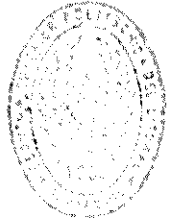




ESCUELA SUPERIOR POLITECNICA DEL LITORAL
Facultad de Ingeniería Marítima y Ciencias del Mar



BIBLIOTECA
FAC. ING.
MARITIMA

"ESTUDIO COMPARATIVO DE EL METODO DE DESTI-
LACION VS. EL METODO DE MACERACION TITULACION
PARA LA DETERMINACION DEL RESIDUAL DE META-
BISULFITO EXPRESADO COMO (SO₂) EN PRODUCTO
CONGELADO DE PENAEUS VANNAMEI"

TESIS DE GRADO

Previo a la Obtención del Título de:

ACUICULTOR

Presentada por:

Jacqueline Yungán Yunga

Guayaquil - Ecuador

1995

**AGRADECIMIENTO
DEDICATORIA**



BIBLIOTECA
FAC. ING.
MARITIMA

A MI MADRE

Por tu palabra comprensiva me has ayudado; lenta, lentamente ha recuperarme; no sólo fue la vida; fue ante todo la paciencia, que hiciste beso dulce y con tu gran ternura, poco a poco la vas haciendo también parte de la mía.

**A la Dra. Nelly Camba por su colaboración en la
elaboración de esta tesis.**

Porque es tu ternura que todo me lo hace más liviano, y así voy consiguiendo finalmente ver otra vez mi corazón activo sonriéndole a la vida planarmente.

**Al Ing. Diego Buenaventura. Gerente de Producción en la
empresa "El Rosario".**

Al Ing. Arturo Gonzalez

Al personal Técnico del Instituto Nacional de Pesca

(Lab. de Química y Lab. Control de Calidad).

Al personal Técnico de "El Rosario".

Al Ac. Fabricio Marcillo

Al Ing. Bolivar Yungán Y.

A MI PADRE

Y MIS HERMANOS

DECLARACION EXPRESA

DEDICATORIA

La responsabilidad por los hechos, ideas y doctrinas expuestas en este tesis, me corresponden exclusivamente, y el patrimonio intelectual de la misma, a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL.

A TI MADRE

Por tu palabra comprensiva me has ayudado; lenta, lentamente ha recuperarme; no sólo fue la vida: fue ante todo la paciencia, que hiciste beso dulce y con tu gran ternura, poco a poco la vas haciendo también parte de la mía.

Luz es tu ternura que todo me lo hace más liviano, y así voy consiguiendo finalmente ver otra vez mi corazón altivo sonriéndole a la vida plenamente.

MADRE



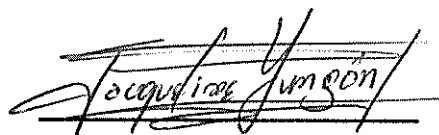
Podría así seguir porque no hay límite a todo lo que puedo decirte. Yurpa Yurpa

A MI PADRE

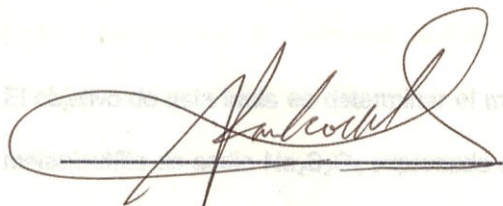
Y MIS HERMANOS

DECLARACION EXPRESA

" La responsabilidad por los hechos, ideas y doctrinas expuestas en esta tesis, me corresponden exclusivamente; y el patrimonio intelectual de la misma, a la ESCUELA SUPERIOR POLITECNICA DEL LITORAL. "

A handwritten signature in black ink, reading "Jacqueline Yungán Yunga". The signature is written in a cursive style and is positioned above a solid horizontal line.

Jacqueline I. Yungán Yunga



Ing. Raúl Coello F.

DECANO

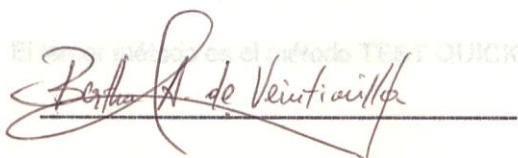


Dra. Nelly Camba

DIRECTOR DE TESIS



BIBLIOTECA FR. Part 100.1
140. ING.
MARILINA



Ing. Bertha Andrade

MIEMBRO PRINCIPAL



Ing. Oswaldo Valle

MIEMBRO PRINCIPAL

De esta manera obtendremos resultados para las cuatro pruebas.



BIBLIOTECA
FAC. ING.
ZARAGOZA

RESUMEN

El objetivo de esta tesis es determinar el método más idóneo para la determinación del residual de metabisulfito de sodio $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ expresado como dióxido de azufre (SO_2) en muestras de producto congelado de *Penaeus vannamei*. Para efecto de esta investigación trabajaremos con 3 métodos de análisis de dióxido de azufre SO_2 .

El primer método es el que utilizaremos como patrón (control) y es el método de MONIER WILLIAMS con el equipo de destilación KJELDAHL, el cual es el Método Oficial de análisis de la (AOAC) Asociación de Químicos Análitas Oficiales. (Registro Federal Part V, Departamento de Salud y Servicios Humanos. Food and Drug Administration 21 CFR. Part 101.)

El segundo método es el de MONIER WILLIAMS MODIFICADO POR SHIPTON con el equipo de DESTILACION SIMPLE.

El tercer método es el método TEST QUICK Maceración Titulación en frío.

Y por último se trabajará con el sistema de reactivos del segundo método en el equipo de destilación KJELDAHL. A fin de dar las mismas condiciones a ambos métodos tanto al MONIER WILLIAMS como al de MONIER WILLIAMS MODIFICADO POR SHIPTON.

De esta manera obtendremos resultados para las cuatro pruebas.

Se realizarán un total de 216 análisis químico en muestras tomadas al azar del producto congelado en cajetas de 2 Kg., clasificación (80 - 100) camarón de 12 gramos de peso promedio. Para cada uno de las pruebas se realizaran análisis por duplicado en la misma muestra. Reportandose el promedio de los resultados.

Nuestro diseño experimental fue completamente aleatorio, muestreo al azar para lo cual analizamos 27 muestras. Resolveremos el diseño experimental con un análisis de varianza de dos vía (ANOVA). El mismo que nos determinará si hay diferencias significativas ó no, entre los métodos con un nivel de significancia de 0,01

Para investigar. ¿Cuál método difiere de los otros y cuales son iguales entre sí?. Someteremos a las medias de cada uno de los métodos a un análisis estadístico de COMPARACIONES MULTIPLES utilizando las pruebas de STUDENT NEWMAN KEULS (SNK) donde el análisis de varianza es en una dimensión para tamaños muestrales iguales, con un nivel de significancia de 0,01

Por último realizaremos un estudio económico de los costos de inversión para cada uno de los métodos. A fin de determinar el método más factible por sus resultados y costos.

INDICE GENERAL

PAG.

RESUMEN	VI
INDICE GENERAL	VIII
INDICE DE TABLAS	XII
INDICE DE GRAFICOS	XIII
INDICE DE FIGURAS	XIII
INTRODUCCION	XIV

CAPITULO I

PAG.

GENERALIDADES	15
1.1 PRESENTACION DE LAS ESPECIES DE CAMARONES DE MAYOR VALOR COMERCIAL PARA EXPORTACION.....	15
1.1.1 POSICION DE LA INDUSTRIA CAMARONERAS EN TERMINOS MUNDIALES ..	16
1.2 METABISULFITO, CARACTERISTICAS Y FORMAS DE PRESENTACION.....	17
1.2.1. EL DIOXIDO DE AZUFRE Y LOS SULFITOS.....	17
1.2.2. METABISULFITO PROPIEDADES FISICOS QUIMICAS.....	18
1.2.3. NORMAS Y REGULACIONES INTERNACIONALES.....	23
1.3 BREVE RESEÑA DEL TRATAMIENTO QUIMICO DEL PRODUCTO DESDE SU COSECHA HASTA LA EMPACADORA.....	26
1.3.1 ORGANIZACION DE LA COSECHA Y TRATAMIENTO QUIMICO EN LA CAMARONERA	26

1.3.2	PROCESAMIENTO DEL CAMARON ENTERO (CON CABEZA) Y SU TRATAMIENTO QUIMICO EN LA EMPACADORA	29
1.4	EXPRESIONES DE LA CONCENTRACION DE UNA SOLUCION.....	32
1.4.1.	METODOS DE EXPRESAR LA CONCENTRACION DE UNA SOLUCION	32
1.4.2.	FUNDAMENTOS DEL ANALISIS VOLUMETRICO	36
1.4.3.	FUNDAMENTOS PARA LA PREPARACION DE LOS REACTIVOS	39
1.5	CONSIDERACIONES SOBRE EL TRABAJO PREVIO DE LABORATORIO...	43
1.5.1	ALGUNAS INSTRUCCIONES GENERALES PARA EL TRABAJO DE LABORATORIO	43



BIBLIOTECA
FAC. ING.
ZARAGOZA

CAPITULO II

	PAG.
IMPLEMENTACION, MONTAJE Y UTILIZACION DEL METODO DE DESTILACION.....	45
2.1 DESCRIPCION DEL MONTAJE DEL EQUIPO DE DESTILACION SIMPLE..	45
2.2 MATERIALES Y EQUIPOS.....	46
2.3 FUNDAMENTO.....	48
2.4 PROCEDIMIENTO.....	49
2.5 CALCULOS.....	50
2.6 TABLA DE DATOS Y RESULTADOS.....	52
2.7 INTERPRETACION DE RESULTADOS Y DISCUCION.....	53

CAPITULO III

	PAG.
IMPLEMENTACION, MONTAJE Y UTILIZACION DEL METODO DE MACERACION TITULACION.....	54
3.1 DESCRIPCION DEL MONTAJE DEL EQUIPO PARA EL METODO DE MACERACION TITULACION.....	54
3.2 MATERIALES Y EQUIPOS.....	54
3.3 FUNDAMENTO.....	55
3.4 PROCEDIMIENTO.....	55
3.5 CALCULOS.....	56
3.6 TABLA DE DATOS Y RESULTADOS.....	57
3.7 INTERPRETACION DE RESULTADOS Y DISCUCION.....	58

CAPITULO IV

	PAG.
ESTUDIO COMPARATIVO DEL METODO DE DESTILACION vs. EL METODO DE MACERACION TITULACION.....	59
4.1 ESTUDIO DE LA EFICIENCIA DE LOS METODOS.....	59
4.2 ANALISIS ESTADISTICO	66
4.3 ESTUDIO ECONOMICO.....	83



BIBLIOTECA
FAC. ING.
MARITIMA

CAPITULO V

	PAG.
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	90
5.1 CONCLUSIONES.....	90
5.2 RECOMENDACIONES.....	94
APENDICES.....	96
BIBLIOGRAFIA.....	118

INDICE DE TABLAS

Nº	PAG.
TABLA Nº I PROPIEDADES FISICOS QUIMICAS DE METABISULFITO DE SODIO.....	19
TABLA Nº II SOLUBILIDAD Y DENSIDAD DE SOLUCIONES A DIFERENTES CONCEN- TRACIONES. A 40° C.....	20
TABLA Nº III EVALUACION DE CONCENTRACION PARA SOLUCIONES.....	35
TABLA Nº IV TABLA DE DATOS Y RESULTADOS METODO MONIER WILLIAMS MODI- FICADO POR SHIPTON EN EL EQUIPO DE DESTILACION SIMPLE.....	52
TABLA Nº V TABLA DE DATOS Y RESULTADOS METODO TEST QUICK MACERA- CION TITULACION EN FRIO.....	57
TABLA Nº VI TABLA DE DATOS Y RESULTADOS METODO MONIER WILLIAMS EN EL EQUIPO DE DESTILACION KJELDAHL.....	63
TABLA Nº VII TABLA DE DATOS Y RESULTADOS METODO DE MONIER WILLIAMS MODIFICADO POR SHIPTON ADAPTADO AL KJELDAHL.....	65
TABLA Nº VIII DISEÑO ESTADISTICO EXPERIMENTAL DE LAS PRUEBAS.....	69
TABLA Nº IX RESULTADO PROMEDIOS DE LAS CONCENTRACIONES DE SO ₂ PARA LAS PRUEBAS.....	71
TABLA Nº X TABLA DE ANALISIS DE VARIANZA.....	73
TABLA Nº XI TABLA DE ANALISIS DE VARIANZA PARA LAS PRUEBAS.....	75
TABLA Nº XII DETALLES ECONOMICOS METODO MONIER WILLIAMS MODIFICADO POR SHIPTON. EQUIPO DE DESTILACION SIMPLE.....	83
TABLA Nº XIII DETALLES ECONOMICOS METODO TEST QUICK MACERACION TITULACION EN FRIO EQUIPO PARA TITULACION.....	85

TABLA Nº XIV DETALLES ECONOMICOS METODO MONIER WILLIAMS EQUIPO DE DESTILACION KJELDAHL.....	86
TABLA Nº XV RESUMEN DE COSTOS PARA LOS METODOS.....	87

INDICE DE GRAFICOS

Nº	PAG.
1.- GRAFICO Nº1 DISTRIBUCION DE BARRAS	81
COMPARACION DE METODOS DESTILACION vs. MACERACION TITULACION	
2.- GRAFICO Nº2 GRAFICO DE SECTORES	82
COMPARACION DE METODOS DESTILACION vs. MACERACION TITULACION	

INDICE DE FIGURAS

Nº	PAG.
1.- ORGANIZACION DEL PUESTO DE COSECHA CON TANQUES RECTANGULARES.....	112
2.- TANQUE RECTANGULAR DE ENFRIAMIENTO.....	113
3.- INFRAESTRUCTURA PARA EL TRATAMIENTO QUIMICO.....	114
4.- EQUIPO DE DESTILACION SIMPLE.....	115
5.- EQUIPO DE TITULACION DE ANALISIS VOLUMETRICO.....	116
6.- EQUIPO DE DESTILACION KJELDAHL.....	117

INTRODUCCION

Las normas internacionales y organismos como el FDA (Food and Drug Administration) permiten un máximo de 100 ppm de dióxido de azufre (SO_2) en el producto. Debido a esto se hacen precisos los métodos de determinación de dióxido de azufre (SO_2). A fin de que todos los productos exportados hacia Estados Unidos y el mercado Internacional cumplan con las normas de calidad requeridas.

Alcanzar los altos estándares de calidad de consumidores europeos es un objetivo prioritario de la Industria camaronera ecuatoriana. El procesamiento ha sido modificado para producir camarones con cabeza que son los de mayor consumo en Europa y de tecnología muy delicada.

Por lo tanto existe la necesidad de investigar el método más idóneo para la determinación del residual de metabisulfito expresado como (SO_2) . Razón por lo cual se presenta este estudio comparativo basado en los métodos de destilación vs. el método de maceración titulación. Los mismos que determinan las concentraciones de dióxido de azufre (SO_2) contenido como preservante en el camarón para exportación con cabeza.

CAPITULO I

1.1.1. GENERALIDADES INDUSTRIA CAMARONERA EN TERMINOS MUNDIALES

1.1 PRESENTACION DE LAS ESPECIES DE CAMARONES DE MAYOR VALOR COMERCIAL PARA EXPORTACION (75% de producción total).

Por el hecho de basarse en la biología y pesca del camarón en el Ecuador, las especies determinadas en el país y que forman las capturas comerciales son :

1.- Penaeus occidentalis y Francia.

Penaeus stylirostris

Penaeus vannamei EQUATORIANO

Se agrupan estas tres especies bajo la denominación comercial de camarón blanco, incluyendo también varias compañías camaroneras bajo este nombre al P. californiensis

2.- Penaeus californiensis representando el 45% del total.

Agrupada esta especie como camarón café.

3.- Penaeus brevirostris clasifica de camarones enteros.

Especie dentro del grupo llamado camarón rojo o rosado.

4.- Trachypenaeus byrdi

Trachypenaeus faoe vendidos separados en diferentes continentes compran nuestro

Indistintamente las dos especies son llamadas comercialmente como camarón tigre, cebrá, caraball, etc.

5.- Xiphopenaeus riveti (titi) siendo proveedor del producto para ese país.

Protrachypene precipua (pomada) Unión Europea se incrementan y la demanda del

Constituyen estas dos especies el grupo llamado comercialmente como camarón titi y/o pomada.

ventas de camarón en el exterior, seguido por Francia que demanda el 7% de las mismas. A estas compras se suman Holanda, Italia y otros países europeos.



ASOCIACIÓN
EQUATORIANA
DE LA INDUSTRIA
DEL CAMARÓN

1.1.1. POSICION DE LA INDUSTRIA CAMARONERA EN TERMINOS MUNDIALES

Ecuador, es en terminos mundiales:

Primer productor del hemisferio occidental (75% de producción total).

Quinto productor a nivel mundial.

El segundo mayor productor mundial de camarón en cautiverio.

Principal proveedor de España y Francia.

EL CAMARON UN RECURSO ECUATORIANO

Las condiciones climáticas son tales que permiten cosechar durante todo el año con un promedio estimativo de 2.2 cosechas anuales. El camarón blanco del Pacífico (*P. vannamei*) es la especie mayormente cultivada en Ecuador, representando el 95% del total .

La tecnología de cultivo puede ser clasificada como semi-intensiva y semi-extensiva con un promedio anual de 2250 libras por hectáreas de camarones enteros.

EXPORTACIONES

En la actualidad más de 15 mercados repartidos en diferentes continentes compran nuestro producto. Para 1994 se exportaron 504 millones de dólares. Estados Unidos es el mercado más importante para las exportaciones ecuatorianas. El 65,4% de las ventas externas de camarón se dirigen a ese país siendo Ecuador el segundo proveedor del producto para ese país.

Las exportaciones ecuatorianas a los países de la Unión Europea se incrementan y la demanda del producto cobra mayor interés e importancia. Así, España importó en 1994 el 22% del total de las ventas ecuatorianas de camarón en el exterior, seguido por Francia que demandó el 7% de las mismas. A estos compradores se suman Holanda, Italia y otros países europeos.

1.2 METABISULFITO , CARACTERISTICAS Y FORMAS DE PRESENTACION

1.2.1 EL DIOXIDO DE AZUFRE Y LOS SULFITOS

Los preservantes de alimentos, que se presentan en el mercado son los enunciados a continuación:

El dióxido de azufre, SO_2 ; sulfito de sodio Na_2SO_3 ; sulfito ácido o bisulfito de sodio, NaHSO_3 ; disulfito o piro-sulfito o metabisulfito de sodio $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$; disulfito o piro-sulfito o metabisulfito de potasio, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$; sulfito de calcio $\text{CaSO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Son Agentes Conservadores o Aditivos, sustancias que se utilizan para modificar la composición, forma y propiedades organolépticas de un producto.

En la conservación del camarón se presentan dos problemas de tipo biológico: la descomposición bacteriana y la melanosis.

Ambos procesos aún pudiendo ser contaminantes son distintos entre sí, puesto que si la descomposición bacteriana se presenta en un tiempo más o menos largo, según las condiciones de conservación, la melanosis se inicia indefectiblemente, de no mediar acción que lo impida, a las pocas horas de la captura y muerte del animal.

Desde hace bastante tiempo se sabe que el oscurecimiento de los crustáceos se debe a una reacción enzimática.

Una enzima es una proteína que cataliza reacciones biológicas, con un cierto grado de especificidad. Las enzimas presentes en el camarón pertenecen al grupo de las oxidorreductasas; y se encuentran en la cola, patas y membranas de la cola; las cuales, en colaboración con el oxígeno, transforman ciertas sustancias presentes en el organismo del camarón en pigmentos negros, denominados Melaninas, de ahí el nombre de melanosis.

Para el control efectivo del oscurecimiento enzimático (melanosis) y la descomposición bacteriana, se utiliza el metabisulfito de sodio (HOECHST, BASF Y OTRAS).

En cuanto a los mecanismos de acción de los preservantes químicos su propiedad de inhibir el crecimiento y la actividad de los microorganismos se debe a diversos tipos de interferencia que pueden generar :

- a) Interferencias al mecanismo genético, con lo cual la célula microbiana inhibe el crecimiento y la actividad de los microorganismos. Interferencia sobre la membrana celular del microorganismo. Inhibiendo de esta manera el intercambio metabólico con el medio ambiente.
- b) Interferencia de actividades enzimáticas propias de los microorganismos al afectar la naturaleza coloidal de la proteína. Esto puede inducir a una inhibición o muerte microbiana.

Como en general, los conservadores son ácidos, el pH del medio es un factor poderoso en la inhibición enzimática.

Los bajos pH favorecen la liberación de SO_2 aumentando su eficacia inhibidora. Este efecto se explicaría por diversas acciones, especialmente la reducción de los enlaces sulfuro (-S-S-) en las proteínas enzimáticas y la combinación con las funciones aldehído de los azúcares que interferiría con su degradación

El SO_2 no causa apenas problemas tóxicos a la dosis de utilización habitual. En todos los productos consumidos después de cocción o ebullición, el SO_2 se elimina casi totalmente en el curso de esta operación.

1.2.2 METABISULFITO, PROPIEDADES FISICO-QUIMICAS

Las sales de piro-sulfito, llamado en el comercio metabisulfito de sodio $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$, se presentan en forma de cristales blancos ó polvos cristalinos; ligero olor y sabor sulfuroso; soluble en agua; insoluble en alcohol; El metabisulfito de sodio es el bisulfito de sodio anhidro es menos higroscópico y más estable en el almacenamiento y transporte.

TABLA N° I PROPIEDADES FISICOS QUIMICAS DE METABISULFITO DE SODIO :

Nomenclatura:	Pirosulfito de sodio, Bisulfito de sodio anhidro, metabisulfito de sodio
Nombre CAS indice:	ácido disulfuroso, sales de disodio
	Metabisulfito de sodio
	Fórmula química: $Na_2S_2O_5$
	N° CAS: 7681-57-4
	Peso molecular 190.10
	Como solución acuosa
	sulfito ácido de sodio
	(solución de bisulfito de sodio)
Formas de suministro:	1. Disulfito de sodio polvo 65-66% SO_2
	2. Disulfito de sodio polvo P mínimo 66% SO_2
	3. Bisulfito de sodio solución 38-40% $NaHSO_3$ (23-24% SO_2)

PROPIEDADES

El disulfito de sodio polvo 65-66% SO_2 y el Disulfito de sodio polvo P mínimo 66% SO_2 son polvos finos y cristalinos con débil olor a dióxido de azufre; tienen un peso aparente comprendido entre 1,0 y 1,15 Kg/l, y un peso vibrado que oscila entre 1,4 y 1,5 Kg/l.

El bisulfito de sodio solución 38-40% $NaHSO_3$ (23-24% SO_2) es un líquido límpido, de color amarillento y con fuerte olor a dióxido de azufre; su pH oscila entre 3,5 y 4,5.

Las marcas en polvo se descomponen a temperaturas superiores a 150°C. Almacenadas en recipientes no cerrados absorben humedad y se oxidan.

En agua son muy solubles las marcas en polvo. La preparación de soluciones acuosas se lleva a efecto adicionando el producto en polvo en porciones al agua, agitando al mismo tiempo.

Las soluciones concentradas de Disulfito de sodio polvo 65-66% SO_2 son semejantes al Bisulfito de sodio solución 38-40% $NaHSO_3$ (23-24% SO_2).

Si las soluciones de bisulfito de sodio se dejan en reposo al aire libre, se oxidan.

TABLA N° II SOLUBILIDAD Y DENSIDAD DE SOLUCIONES A DIFERENTES CONCENTRACIONES. a 40°C.

Concentración de NaHSO ₃ %	Contenido de NaHSO ₃ g/l solución	Densidad Kg/m ³
10	106,9	1069
15	166,7	1111
20	230,8	1154
25	300,5	1202
30	375,9	1253
35	456,1	1303
40	543,2	1358

Análisis químico (valores medios):

	Disulfito de sodio polvo 65-66%SO ₂	Disulfito de sodio polvo P Mln. 66% SO ₂	Bisulfito de sodio solu- ción 38-40% NaHSO ₃
Contenido en SO ₂	65-66%	más de 66%	23,4-24,6%
Sulfato de sodio	1%	0,5%	aprox. 1%
Componentes insolubles según ANSI	≤ 0,01%	0	0
Cloruro de sodio	≤ 50 mg/kg	< 50 mg/kg	aprox. 1,5%
Hierro	≤10 mg/kg	< 5 mg/kg	≤ 20 mg/kg
Cobre	< 1 mg/kg	< 1 mg/kg	< 1 mg/kg
Plomo	< 1 mg/kg	< 1 mg/kg	< 1 mg/kg
Manganeso	< 1 mg/kg	< 1 mg/kg	1 mg/kg
Zinc	< 1 mg/kg	< 1 mg/kg	< 1 mg/kg
Selenio	< 0,1 mg/kg	< 0,1 mg/kg	< 0,1 mg/kg
Arsénico	< 0,1 mg/kg	< 0,1 mg/kg	< 0,1 mg/kg

ACCION:

El disulfito de sodio actúa como reductor, blanqueante y conservante.

PRECAUCION

No en fuentes de vitamina B1

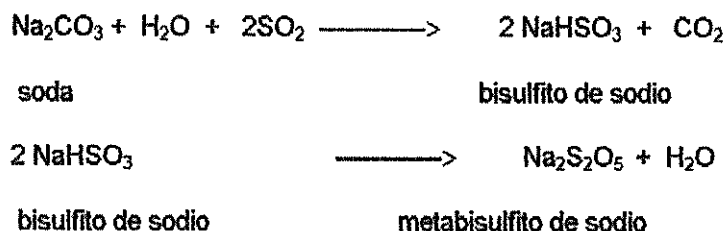
APLICACION

En la industria química y farmacéutica para diversos fines, p. ej.

- como reductor,
- para la purificación y el aislamiento de aldehidos y cetonas,
- para la destrucción de residuos de bromo,

- En la preparación de colorantes.
- En la depuración de agua potable, para la eliminación del exceso de cloro.
- En casos especiales, para eliminar el oxígeno del agua de alimentación de calderas.
- En la depuración de aguas residuales, p. ej. en talleres de galvanización para la descontaminación de ácido crómico, para la eliminación del exceso de cloro en la descontaminación de cianuros.
- Para la limpieza y blanqueo de lana, yute y otras fibras vegetales.
- En las tintura y estampación textil, para la preparación de baños de indigo y para solubilizar otros colorantes.
- Para la solubilización de extractos de curtientes.
- En la industria del papel y de la celulosa, para blanquear la pasta de madera.
- En las industrias fotográficas y cinematográfica
- Para la preparación de baños de revelado, para acidular baños de fijadores.
- Para el ensilaje de piensos verdes,
- Para la conservación de productos alimentarios.

El metabisulfito de sodio es el bisulfito de sodio anhidro este es manufacturado por la reacción del dióxido de azufre con soda



El cilindro de SO₂ líquido es el químico más efectivo para el uso. este es el más caro en términos de desembolso de capital porque se necesita almacenar en recipientes a presión. Aunque el SO₂ es también disponible en cantidades de 150 a 2000 libras el precio de estos contenedores es



considerablemente más alto que los cilindros de (120 ton. o más) debido al calentamiento extra de reempaque.

El metabisulfito de sodio esta disponible en fundas de polyetileno de 50 a 100 lb. y en super bultos (sacos). Esto es una ventaja para el cliente ya que no requiere cantidades comerciales.

Los contenedores de metabisulfito de sodio deben ser mantenidos en un area frio y seco. Estos productos no se han de almacenar junto con ácidos, nitritos, nitratos y otros reductores, debido a que pueden producirse reacciones peligrosas. Una vez abierto el empaque debe ser cerrado para prevenir el ambiente humedo y el oxigeno.

El metabisulfito de sodio es reversible a bisulfito de sodio cuando es empleado en solución:



La solubilidad máxima del metabisulfito de sodio a temperatura ambiente es aproximadamente 37% esto produce una solución de bisulfito de sodio de aproximadamente 40% debe prepararse la solución para el consumo del dia porque este reaccionaría con el oxigeno atmosferico.

Las soluciones de bisulfito de sodio son acidas (pH = 4.0 - 4.3) y exhibe un notable olor a anhídrido sulfuroso.

SEGURIDAD

Para manipular pirosulfito de sodio (metabisulfito de sodio) hay que utilizar gafas protectoras El producto irrita las vias respiratorias y los ojos en contacto con los mismos. Si llega a la piel deberá lavarse con agua la zona afectada. Si afecta los ojos hay que proceder a un lavado con abundante agua y llamar al médico.

El manejo de la solución debe ser habilitada con la construcción de materiales resistentes a la corrosión tales como del tipo 3/6 de acero inoxidable o plásticos adecuados. Acero dúctil no es recomendable.

1.2.3. NORMA Y REGULACIONES INTERNACIONALES

NORMA DEL DEPARTAMENTO DE ADMINISTRACION DE ALIMENTOS Y DROGAS (F.D.A.)

El nivel, de bisulfitas (expresado como SO_2) no debería ser más de 100 mg/ 1000 g (ppm) en el producto crudo y 30 mg/ kg en el producto cocido.

La presencia de bisulfitas deben ser declarada en los empaques.

NORMA INTERNACIONAL RECOMENDADA PARA LOS CAMARONES CONGELADOS RAPIDAMENTE		
La siguiente es una lista del programa conjunto FAO/OMS sobre normas alimentarias COMISION DEL CODEX ALIMENTARIUS. - 1977.		
ADITIVOS ALIMENTARIOS		
ADITIVOS	Dosis máx .en el producto final	
Agentes reguladores del pH		
Acido cítrico	Práctica correcta de fabricación	
Difosfato, tetrasódico o tetrapotásico (pirofosfato de Na o k)	5 g / kg expresados en P_2O_5 , solos o en combinación .	
trifosfato, pentasódico o pentapotásico (tripolifosfato de Na o k)		
Antioxidante		
Acido L-ascórbico	Práctica correcta de fabricación	
Colores		
Cantaxantina , CI 75135	30 mg / kg solos o en combinación ,	
Eritrosina , CI 45430	únicamente en los productos sometidos	
Ponceau 4 R, CI 16255	a tratamiento térmico	
Sustancias conservadoras		
Metabisulfito, de sodio o potasio	(Para utilizar en el producto crudo únicamente)	100 mg/kg en la parte comestible del producto crudo; 30 mg/kg en la parte comestible del producto cocido
Sulfito, de hidrógeno o sulfito de sodio		expresado en SO_2 , solos o en combina- ción.

Los controles sanitarios en Ecuador están a cargo del Instituto Nacional de Pesca, INP. Para cada exportación que se realice el exportador deberá obtener un análisis de calidad otorgado por el INP. del Ecuador. Esta entidad establece el límite mínimo permitido de SO_2 en camarón con cabeza de 45 ppm y el límite máximo de SO_2 de 100 ppm.

De acuerdo al código de prácticas recomendadas para el proceso de camarón por Ian Goulding 1988 de el informe de los trabajos llevados a cabo en el proyecto de investigaciones pesqueras de Instituto Nacional de Pesca y el Desarrollo de la Administración marina de Gran Bretaña.

Algunas restricciones respecto al uso de los Aditivos Químicos

Aditivos prohibidos

- No deberá proporcionarse al camarón ningún compuesto con el fin de cambiar el color del producto (aditivos colorantes).
- No deberá proporcionarse al camarón ningún compuesto con el fin de prevenir la oxidación de las grasas (aditivos antioxidantes)
- No deberá proporcionarse al camarón ningún compuesto con el fin de preservar el producto (aditivos preservantes) con la excepción de sulfitas y ácido ascórbico que se utilizan de acuerdo con las provisiones de preservativos para minimizar el desarrollo de manchas negras (melanosis)
- No deberá proporcionarse al camarón ningún otro compuesto o aditivo con la excepción de polifosfatos, que se utilizan de acuerdo con las provisiones polifosfatos para proteger el producto de los efectos de congelación y almacenamiento congelado.

PRESERVATIVOS

Se permitirá que se proporcione al glaceado del camarón crudo los sulfitos, en forma de sulfitos, bisulfitos o metabisulfito de sodio o potasio, con la precaución de que no se proporcione en cantidades que dejarían una concentración mayor de 100 mg/kg (expresado como dióxido de azufre) en la parte comestible del producto crudo, o más de 30 mg/kg en el producto cocido.



BIBLIOTECA
NACIONAL
DE LA REPUBLICA
DE CUBA

POLIFOSFATOS

Se permitirá que se proporcione al glaceado del camarón los siguientes tipos de polifosfatos:

Pirofosfato de sodio ó potasio, Tripolifosfato de sodio ó potasio la concentración de los polifosfatos indicados no debe estar más de 1g/kg en la parte comestible del camarón crudo (expresado como fosfato).

CONTROL DE PRODUCTO TERMINADO

Deberá muestrearse 5 unidades de cada lote de producción al fin del proceso (luego de congelación). Esto es, (5 cajetas de 2kg de producto. por cada clasificación, de un lote de producción, y por cada contenedor.)

Cada muestra deberá someterse a un análisis de su calidad que incluirá:

- Análisis para suciedad, insectos y materia extraña
- Análisis organoléptico de producto crudo (aparencia y olor)
- Análisis organoléptico de producto cocido (olor y sabor)
- Concentración de dióxido de azufre en la parte comestible de producto crudo (si se hubiere proporcionado los sulfitos al producto).

1.3 BREVE RESEÑA DEL TRATAMIENTO QUIMICO DEL PRODUCTO DESDE SU COSECHA HASTA LA EMPACADORA

1.3.1 ORGANIZACION DE LA COSECHA Y TRATAMIENTO QUIMICO DEL PRODUCTO EN LA CAMARONERA

Todo los equipos: tinas, bolsos, mallas, gavetas deberan ser limpiados con una solución ligera de cloro durante la tarde anterior a la cosecha.

El puesto de cosecha será organizado como se muestra en la Fig. 1 para el primer caso en que el camión llega al sitio mismo de la cosecha y traslade el producto a la empacadora

En el segundo caso se dará una descripción del procesamiento de el producto en el campamento para luego ser enviado vía marítima a la empacadora Fig. 3

NOTA: Los valores residuales para el tratamiento químico es de 75 a 85 ppm de dióxido de azufre (SO_2)

PROCEDIMIENTO A SEGUIR PARA EL TRATAMIENTO DE CAMARON CON CABEZA

Para el esquema de la Fig 1.

- a) Se deberá llenar el bolso con aproximadamente 400 a 500 lb. de camarón observando siempre que en el bolso haya suficiente espacio para evitar el estropeo del camarón
- b) Traslamos el camarón del bolso a la tina de prelavado y enfriamiento del camarón, mediante gavetas caladas con 18 kg. de producto (40 lb) Este proceso dura de 4 a 5 minutos.
- c) Pasamos las gavetas a la tina de proceso que contiene la solución (metabisulfito - agua - suficiente hielo): Sumergimos las gavetas dentro de la tina de proceso (6 gavetas por tina) 12 a 15 minutos dependiendo del tamaño del camarón mientras más pequeño es el camarón menos tiempo debe permanecer sumergido dentro de la tina (10 a 12 minutos). La tina de proceso tiene las siguientes dimensiones 176 cm. de longitud. 84 cm. de ancho y 60 cm. de altura. Fig. 2

d) Cumplido el tiempo de Inmersión sacar las gavetas de la tina para ser escurridos durante 10 a 15 minutos para proceder a pesarlos y enhielarlos. El enhielado deberá hacerse tipo: hielo - camarón - hielo , en una proporción 2 a 1 , con 35 lb. de producto . Inmediatamente despues el producto deberá ser embarcado en el transporte con destino a la empacadora.

Primera Inmersión.- Se llenará la tina de proceso con 350 lt. de agua de la piscina se añadirá 40 kg. de metabisulfito de sodio mas 3 sacos de hielo en este paso el volumen de agua es de 400 lt. Incluido la solución al 10 % de metabisulfito. Es necesario disolver bien el metabisulfito y comprobar que la salinidad de la mezcla se mantenga durante todo el proceso en 70 ppt. para lo cual tendremos que usar un salinometro.

Segunda Inmersión.- Adicionar +/- 5 kg. de metabisulfito, hielo, completar el nivel de agua y controlar el tiempo 15 minutos.

Tercera Inmersión.- Adicionar +/- 5 kg. de metabisulfito, hielo y controlar 15 minutos.

Cuarta Inmersión.- Adicionar +/- 5 kg de metabisulfito, completar el nivel de agua y controlar el tiempo 15 minutos.

Estos pasos deberán repetirse cada 1000 lb. aproximadamente de camarón, es decir, (24 gavetas de 40 lb. cada una).

PROCEDIMIENTO A SEGUIR PARA EL TRATAMIENTO DE CAMARON CON CABEZA

Para el esquema de la Fig 3.

El tratamiento químico se lo realiza en el campamento dentro de la camaronera, para luego ser enviados vía marítima o terrestre a la empacadora en contenedores de 1500 lb. de capacidad.

PRELAVADO

Una vez cosechado el producto es trasladado al campamento donde se somete a un prelavado y enfriamiento, para lo cual se coloca el producto en los mesones se abren las valvulas de agua, se limpia y se retira toda materia extraña (jaiba, peces, palos, lodo, etc). El producto se lo canaliza hacia una tubería de PVC de 12 pulgadas de diametro adaptado a los mesones, a la salida se encuentran unas gavetas caladas sumergidas en una solución de cloro al 20 % (40 gramos de cloro en 200 litros de agua) donde el producto es desinfectado y luego pasa a los escurridores. Inmediatamente despues que tengamos (12 gavetas con 80 lb. cada una) pasan al tratamiento químico con metabisulfito.

TRATAMIENTO QUIMICO

El tratamiento químico se lo realiza con una solución al 10 % de metabisulfito. Es decir, 50 kg. de metabisulfito y 500 litros de agua, disolver bien. Sumergimos las 12 gavetas por un tiempo de 10 a 15 minutos dependiendo del tamaño del camarón. Cumplido este tiempo se procede a retirar el producto para ser colocados en el canal escurridor por 15 minutos para luego ser pesados y enhielados.

Esta solución sirve para dar tratamiento a 3 baños más. Adicionar +/- 5 kg. de metabisulfito, hielo y completar el nivel de agua a 500 litros en cada baño, manteniendo la salinidad de la solución en 70 ppt durante todo el proceso.

Al momento del baño, esta solución debe ser fría (4 - 5 °C) para ser efectiva, sino penetrará demasiado en el camarón por eso se diluirá la cantidad adecuada, para tener la concentración correcta en el producto.

1. Cloro hasta tener una concentración de 100 ppm

De esta manera hemos tratado 4000 libras de camarón. Si se necesita seguir procesando se realiza los pasos anteriores. Las dimensiones del tanque de tratamiento químico es de 268 cm. de longitud 145 cm. de ancho y 72 cm. de altura

PESADO Y EMBALAJE

Pesado el producto (80 libras en cada gaveta) son colocados en los contenedores plásticos de la siguiente manera:

2 gavetas de hielo en el fondo formando una superficie plana en el interior agregar 2 gavetas de camarón y adicionar 1gaveta de hielo, luego dos gavetas más de camarón y una gaveta de hielo. Así sucesivamente hasta colocar las 12 gavetas + 40 libras para completar las 1000 libras de camarón, se colocan 2 gavetas de hielo en la parte superior del producto se tapa el contenedor. En la mañana antes de ser enviado se colocan 2 gavetas más de hielo, se sella, y de esta manera están listas para ser enviadas vía marítima o terrestre a la empacadora .

El producto permanece 8 horas en el contenedor, por lo tanto, baja la concentración del dióxido de azufre (SO_2) en el producto, por esta razón es necesario realizar otra inmersión (de refuerzo) con metabisulfito en la empacadora antes de ser procesado el producto.

1.3.2 PROCESAMIENTO DEL CAMARON ENTERO (CON CABEZA) Y SU

TRATAMIENTO QUIMICO EN LA EMPACADORA

Tanque de recepción de la clasificadora

estos tanques tienen una capacidad de más o menos 1.5 M^3 de agua y deben tener suficiente hielo para mantener una temperatura de 5 - 10 °C. El supervisor tendrá que controlar que la temperatura sea correcta cada 15 minutos como máximo. En este tanque adicionar:

1. Cloro hasta tener una concentración de 100 ppm

2. Una solución de metabisulfito de sodio al 5% cuando el producto llegue a la planta con una concentración menor de 50 ppm.

Una vez que el camarón haya sido colocado en la tolva de recepción se acciona la bomba para enviar el agua con tal fuerza que produzca la agitación constante del camarón. A los diez minutos de accionar la bomba se controla la concentración inicial de metabisulfito para mantenerla.

Se recomienda:

- No tener prendido todo el tiempo la bomba para evitar ciertos daños en la calidad del camarón (cabeza floja, cabeza reventada).
- No adicionar camarón en exceso al tanque para evitar problemas en la línea de clasificación y por ende bajar la calidad del camarón, lo normal es ir adicionando las gavetas en un número de

TRATAMIENTO CON METABISULFITO

Para las clasificaciones de 10 - 20 hasta 40 - 60 se aplicará un refuerzo de metabisulfito de la manera siguiente:

- 1.- Al salir de la banda de la clasificadora el camarón será recogido en gavetas caladas.
- 2.- Poner estas gavetas unos 10 minutos en una solución con 3% de metabisulfito.
- 3.- Después poner el camarón a mano en las cajetas de 2 kilos según la clasificación.

Los tiempos de inmersión depende de la clasificación (tamaño) que se esté tratando, pues un producto de tamaño pequeño necesita menor tiempo de inmersión, no así el de mayor tamaño.



BIBLIOTECA
FAC. ING.
MARILINA

CLASIFICACIONES DE LA CONCENTRACION DE UNA SOLUCION

La clasificación se efectúa en base al tamaño que presenta el camarón, las mismas que son aceptadas por estándares internacionales y usadas como base para fijar precios en todo el mundo.

Los tamaños existentes son:

10 - 20 piezas por kilo

20 - 30 piezas por kilo

30 - 40 piezas por kilo

40 - 50 piezas por kilo

40 - 60 piezas por kilo

50 - 60 piezas por kilo

60 - 70 piezas por kilo

60 - 80 piezas por kilo

70 - 80 piezas por kilo

80 - 100 piezas por kilo

100 - 120 piezas por kilo

120 - 140 piezas por kilo

140 - 180 piezas por kilo

Una solución 1 normal (1 N) contiene 140 - 180 piezas por kilo

La normalidad se usa muy ampliamente en química analítica porque simplifica muchos de los cálculos donde aparece la concentración de una solución.

$$\text{normalidad} = N = \frac{\text{número de equivalentes de soluto}}{\text{kilo de solución}} = \frac{\text{equivalentes}}{\text{kilo}}$$

$$\text{número de equivalentes de soluto} = \frac{\text{gramos de soluto}}{\text{masa de 1 equivalente de soluto}}$$

1.4 EXPRESIONES DE LA CONCENTRACION DE UNA SOLUCION

1.4.1 METODOS DE EXPRESAR LA CONCENTRACION DE UNA SOLUCION

La concentración de una solución expresa la cantidad de soluto disuelto en una cantidad determinada de solvente o de solución. Como las reacciones generalmente se llevan a cabo, en solución, es importante comprender los métodos de expresar la concentración y saber cómo preparar soluciones de determinadas concentraciones.

En los cálculos del análisis volumétrico es conveniente expresar la concentración como la cantidad de soluto por volumen unitario de solución: La unidad química más frecuente en esta clase de análisis es la normalidad.

NORMALIDAD

La normalidad es un modo de expresar la concentración de una solución. Se basa en la unidad química alterna para la masa, que se llama masa equivalente. La normalidad de una solución es la concentración expresada como el número de masas equivalentes (o equivalentes, a secas, con símbolo equiv) de soluto por litro de solución.

Una solución 1 normal (1 N) contiene una masa equivalente de soluto por litro de solución. La normalidad se usa muy ampliamente en química analítica porque simplifica muchos de los cálculos donde aparece la concentración de una solución.

$$\text{normalidad} = N = \frac{\text{número de equivalentes de soluto}}{\text{litro de solución}} = \frac{\text{equivalentes}}{\text{litro}}$$

$$\text{número de equivalentes de soluto} = \frac{\text{gramos de soluto}}{\text{masa de 1 equivalente de soluto}}$$

Cuando se preparan soluciones, el volumen más conveniente es el litro y, por lo tanto, una solución normal se define diciendo que es una solución que contiene un equivalente gramo por litro.

$$N = \frac{\text{número de peso equivalente gramo}}{1 \text{ litro de solución}} = \frac{\text{N}^\circ \text{ de P. (eq) en gramos}}{1 \text{ litro de solución}}$$



Pero en el trabajo experimental es más conveniente el c.c. centímetro cúbico.

LIBRERIA
FAC. C.S.
IQUITO

$$N = \frac{\text{número de peso equivalente miligramo}}{\text{ml de solución}} = \frac{(\text{Meq}) (\text{millequivalente})}{\text{ml de solución}}$$

El peso millequivalente-gramo (meq) es 1 / 1000 del peso equivalente gramo de la misma forma que la millimol (mmol) es 1 / 1000 de moles.

Ya que las titulaciones más comunes tienen volúmenes convenientemente expresados en mililitros, los términos millimol y millequivalentes son muy útiles.

Equivalente gramo ó equivalente químico: Es la cantidad de sustancia que puede combinarse con un átomo de hidrógeno. Para hallar esta cantidad se divide el peso molecular del ácido base o sal, sobre el número de hidrógeno (ácido), número de hidroxilos (bases) o total de cargas del catión sales respectivamente.

Se pueden interconvertir normalidad y molaridad de la siguiente manera.

$$N = \frac{\text{equiv}}{L} \qquad M = \frac{\text{mol}}{L}$$

$$N = M \times \frac{\text{equiv}}{\text{mol}} = \frac{\text{mol}}{L} \times \frac{\text{equiv}}{\text{mol}} = \frac{\text{equiv}}{L}$$

$$M = N \times \frac{\text{mol}}{\text{equiv}} = \frac{\text{equiv}}{L} \times \frac{\text{mol}}{\text{equiv}} = \frac{\text{mol}}{L}$$

Una de las aplicaciones de normalidad y equivalentes es en reacciones de neutralización ácido - base. Un equivalente de un ácido es aquella masa del ácido que suministra un mol de iones H. Un equivalente de una base es la masa de la base que suministra 1 mol de iones OH.

Expresando las concentraciones en normalidad un equivalente del ácido (A) reaccionará con un equivalente de la base (B).

$$N_A = \frac{\text{equiv A}}{L_A} \quad \text{y} \quad N_B = \frac{\text{equiv B}}{L_B}$$

$$\text{equiv A} = L_A \times N_A \quad \text{equiv B} = L_B \times N_B$$

Como se tiene que:

$$\text{equiv A} = \text{equiv B}$$

$$V_A \times N_A = V_B \times N_B$$

que dice que el volumen del ácido por la normalidad del ácido es igual al volumen de la base por la normalidad de la base.

La masa equivalente de una sustancia puede ser variable; su valor depende de la reacción en la que participa la sustancia.

Queda todavía por elegir una amplia variedad de unidades.

Detalles para la preparación de soluciones en diferentes concentraciones se dará en el apéndice I

TABLA N° III EVALUACIONES DE CONCENTRACION PARA SOLUCIONES

En la siguiente tabla. Se da un resumen de las evaluaciones de concentraciones.

EVALUACIONES DE CONCENTRACION PARA SOLUCIONES		
EVALUACIONES	SIMBOLO	DEFINICIONES
Por ciento en masa	% m / m	$\frac{\text{masa de soluto}}{\text{masa de solución}} \times 100$
Partes por millón	ppm	$\frac{\text{masa de soluto}}{\text{masa de solución}} \times 100000$
Por ciento en masa / vol	% m / v	$\frac{\text{masa de soluto}}{\text{ml. de solución}} \times 100$
Por ciento en volumen	% V / V	$\frac{\text{ml. de soluto}}{\text{ml. de solución}} \times 100$
Molaridad	M	$\frac{\text{Moles de soluto}}{\text{L de solución}}$
Normalidad	N	$\frac{\text{Equivalentes de soluto}}{\text{L de solución}}$
Molalidad	m	$\frac{\text{Moles de soluto}}{\text{Kg. de solvente}}$
partes por mil	ppt	$\frac{\text{gramos de soluto}}{\text{L. de solución}}$



BIBLIOTECA
FAC. CIEN.
MAR DEL PLATA

1.4.2. FUNDAMENTOS DEL ANALISIS VOLUMETRICO

En el análisis volumétrico la cantidad de sustancia que se busca se determina de forma indirecta midiendo el volumen de una disolución de concentración conocida, que se necesita para que reaccione con el constituyente que se analiza o con otra sustancia químicamente equivalente. El proceso de adición de un volumen medido de la disolución de concentración conocida es una disolución patrón, que puede prepararse de forma directa o por normalización mediante reacción con un patrón primario.

El punto final de la valoración se aprecia por un cambio brusco de alguna propiedad del sistema reaccionante, estimado mediante un indicador; este cambio debería presentarse idealmente en el momento en que se haya añadido una cantidad de reactivo equivalente a la de la sustancia buscada, es decir, en el punto estequiométrico de la reacción

REQUISITOS FUNDAMENTALES

Para que un proceso sea susceptible de ser aplicado en un método volumétrico debe cumplir con un cierto número de exigencias. Como las enunciadas a continuación:

- 1.- La reacción entre el constituyente buscado y el reactivo debe ser sencilla; la reacción sirve de base a los cálculos
- 2.- La reacción debe ser rápida, con objeto de que la valoración pueda realizarse en poco tiempo
- 3.- La reacción debe ser completa en el momento que se han añadido cantidades equivalentes (estequiométricas) de las sustancias reaccionantes, lo cual permite que puedan realizarse cálculos.
- 4.- Debe disponerse de una disolución patrón como reactivo valorante.
- 5.- Debe existir un indicador que señale el punto final de la valoración.
- 6.- Deben utilizarse aparatos de medida (buretas, pipetas, balanzas, etc.)

PATRONES PRIMARIOS

Las sustancias que en estado puro y estando secas, pueden pesarse exactamente y ser utilizadas para la normalización de soluciones, se llaman patrones primarios

Para que una sustancia pueda considerarse como patrón primario debe cumplir ciertas condiciones:

- 1.- Se deben poder obtener en estado puro.
- 2.- Debe tener una pureza absoluta (100,00 %) o conocida (por ejemplo. 98,55 %) en componente activo. Estas sustancias pueden adquirirse en el mercado.
- 3.- Cuando la sustancia no es absolutamente pura, todas sus impurezas deben ser inertes respecto a las sustancias que se ponen en juego en la reacción. Por ejemplo, un carbonato sodico del 98,25 %
- 4.- Las sustancias patrón primario deben ser estables a las temperaturas necesarias para desecarse en la estufa. Por esta razón rara vez se utilizan como patrones primarios sustancias hidratadas, pues es difícil eliminar la humedad absorbida sin dar lugar a una descomposición parcial del hidrato, que formara un producto de composición desconocida.
- 5.- El patrón debe permanecer inalterable al aire durante la pesada, es decir, no debe ser higroscópico, ni reaccionar con el oxígeno ni el dióxido de carbono a la temperatura ambiente.
- 6.- Debe reaccionar con la disolución que se normaliza cumpliendo con todos los requisitos expuestos para los métodos volumétricos. La mayor parte de estos requisitos se pueden resumir diciendo que la reacción debe ser "cuantitativa", lo cual quiere decir que la reacción es sencilla , rápida, completa y estequiométrica.
- 7.- Es deseable que el patrón tenga un peso equivalente elevado, con objeto de que los errores cometidos en su pesada sean inferiores a los errores de lectura y de drenaje de la bureta.
- 8.- Un patrón primario debe ser fácil de adquirir y preferiblemente barato.



Cuando se utilizan para la normalización de una disolución de otra sustancia, la cantidad de patrón que se consume es insignificante. Sin embargo, si se utiliza para la preparación de grandes volúmenes de disoluciones patrón su precio alcanza importancia considerable.

DETECCION DEL PUNTO FINAL: INDICADORES

El punto final de una valoración se detecta mediante un cambio brusco de alguna propiedad de la mezcla reaccionante o de alguna sustancia que se añade a dicha mezcla. En general la indicación del punto final consiste en una observación visual del cambio o en la medida de una propiedad física del sistema.

DEFINICIONES FUNDAMENTALES

Una solución valorada es una solución cuya concentración se conoce exactamente. Normalización es el proceso para determinar la concentración de una solución.

Valoración es el proceso que permite que dos soluciones reaccionen entre sí en condiciones en que se pueda reconocer el término de la reacción. El volumen de por lo menos una de las soluciones se mide exactamente, generalmente mediante una bureta. A la solución que se valora se le agrega generalmente una sustancia que cambia de color cuando termina la reacción. Esta sustancia se llama indicador.

La lectura de la bureta para la que se observa el cambio de color, se llama punto final de la valoración.

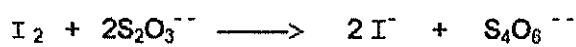
Para la valoración de ácidos y de bases se usan sustancias tales como la fenolftaleína y el rojo de metilo

1.4.3. FUNDAMENTO PARA LA PREPARACION DE LOS REACTIVOS

Para cada uno de los métodos siguientes se debe deducir y justificar el peso equivalente.

Tiosulfato sódico.- Se prepara una disolución de concentración aproximada a la necesaria en agua destilada recién hervida y luego se normaliza la disolución. El dióxido de carbono disuelto en el agua (ácido carbónico) puede ser suficiente para originar una descomposición incipiente de H_2SO_3 y S ; además ciertas bacterias actúan sobre el tiosulfato y dan lugar a disoluciones turbias. Estas acciones se retardan mediante adición de pequeñas cantidades de álcalis, tales como carbonato sódico o bórax.

La reacción entre el tiosulfato sódico y el yodo es cuantitativa a lo largo de un amplio intervalo de pH. El yodo puede valorarse con tiosulfato en disoluciones bastante ácidas (pH 1) si se agita energicamente durante la valoración. El límite superior de pH es 9, La única aplicación del tiosulfato sódico es la valoración del yodo en disolución más o menos ácida:



Normalización de la disolución de tiosulfato sódico.- Consiste en tratar un oxidante con un exceso de yoduro potásico y valorar el yodo liberado con la disolución de tiosulfato sódico.

Yodato potásico, KIO_3 . Es el patrón primario más utilizado para la disolución de tiosulfato. El sólido pesado se disuelve en agua y se trata con un exceso de yoduro potásico y ácido clorhídrico:



El yodo liberado se valora con la disolución de tiosulfato sódico. Como el yoduro potásico puede contener trazas de yodato y, además, el ion yoduro es fácilmente oxidable por el aire, por lo que debe efectuarse siempre una prueba en blanco en paralelo con la valoración y aplicar la corrección que proceda.

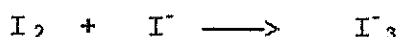


UNIVERSIDAD
FAC. CIEN.
QUÍMICA

IODIMETRIA

Los procesos iodimétricos utilizan la valoración directa de sustancias mediante una solución tipo de yodo (triyoduro). Aun cuando el yodo es poco soluble en agua se puede preparar una disolución del mismo, disolviendo el yodo en una solución concentrada de yoduro potásico.

El yodo es soluble en agua en la proporción de 0.001 moles por litro a la temperatura ambiente. Sin embargo, en presencia de yoduros solubles, como el de potasio, aumenta su solubilidad por formación del complejo triyoduro

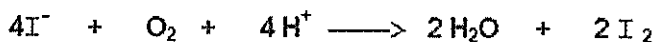


El ion triyoduro constituye la especie principal que existe en las disoluciones de "yodo", tanto en las utilizadas como reactivo valorante en métodos directos. (Por conveniencia en la representación de las ecuaciones, se escribirá normalmente I_2 en lugar del complejo, I_3^- .

En los métodos que utilizan yodo existen dos fuentes principales de error.

1.- El yodo es algo volátil, pudiendo la disolución perder parte de él. Esta fuente de error se minimiza añadiendo a la disolución un exceso de yoduro potásico, para que se forme el complejo triyoduro, I_3^-

2.- El ion yoduro se oxida con el oxígeno del aire:



Esta oxidación no es perceptible en disolución neutra, pero se hace más apreciable a medida que aumenta la concentración de ion hidrógeno. La luz intensa acelera la oxidación atmosférica del ion yoduro. Por otra parte dado que la luz facilita la descomposición de las soluciones de triyoduro, se deben guardar en la oscuridad en recipientes color ambar bien cerrados.

YODO

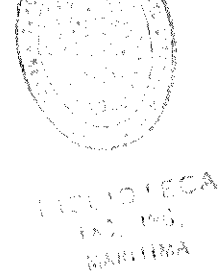
El yodo es suficientemente puro para poderse utilizar como patrón primario; no obstante, es un poco volátil, incluso a la temperatura ambiente, y su pesada exacta es dificultosa. Se utiliza una balanza gramera (nunca una balanza de precisión, para evitar su deterioro por acción de los vapores de yodo).

Por ello se suele preparar una disolución de yodo de concentración aproximada y después se normaliza. La cantidad necesaria de yodo se mezcla con un peso tres o cuatro veces superior de yoduro de potasio y se tritura (en un mortero) con pequeñas porciones de agua, vertiendo luego cada una de estas porciones en el frasco en que se vaya a conservar y continuando el tratamiento hasta que todo el yodo este disuelto. Después de diluir la disolución al volumen deseado, se somete a enérgicas y frecuentes agitaciones para conseguir la disolución total del yodo. Es recomendable preparar la disolución uno o dos días antes de su utilización y someterla a agitación frecuente durante dicho período.

VALORACION DE LA SOLUCION DE YODO

Frente a una sustancia de tiosulfato sódico previamente valorada.- Se coloca, para ello, un volumen determinado de la solución de triyoduro en un matraz, juntamente con 100 c.c. de agua y 1 c.c. de ácido acético glacial, y se valora con la solución de tiosulfato hasta que la coloración amarilla sea débil.

Se adicionan, a continuación 2 c.c. de la disolución de almidón y se continúa la valoración hasta justa desaparición del color azul. Si se sobrepasa el punto final, se valora por retroceso con la solución de triyoduro puesto que la cantidad de la solución de triyoduro requerida para que aparezca la coloración azul es muy pequeña (0.01 - 0.02 c.c.), se considera un error muy pequeño si la valoración se prosigue hasta aparición de un débil color azul en vez de proseguirla hasta la desaparición de este color.



INDICADORES

Una de las ventajas de los métodos en que interviene el yodo es la facilidad y la sensibilidad con que se detecta el punto final: en los métodos directos por aparición del primer exceso del yodo que se utiliza como reactivo valorante.

1.- Yodo como autoindicador. Una gotita de disolución de yodo comunica un color amarillo bien perceptible en 100 - 200 ml de agua. Cuando los otros componentes de la mezcla reaccionante son incoloros, el yodo puede servir como su propio indicador. Sin embargo, este método de detectar el punto final no es tan sensible como los que se indican a continuación:

2.- Solución de almidón. El indicador universal utilizado en las valoraciones iodimétricas es una solución de almidón. Al utilizar la disolución de almidón como indicador debe tenerse en cuenta algunas precauciones. La disolución debe estar recientemente preparada o adecuadamente conservada.

Una de las formas más satisfactorias para la preparación de soluciones estables de almidón consiste en preparar una papilla con un gramo de almidón soluble y 20 c.c. de agua y agregar esta disolución a 80 c.c. de agua hirviendo, prosiguiendo la ebullición durante unos dos minutos y agregando a la disolución, una vez fría, una pequeña cantidad de ioduro mercuríco. la solución debe guardarse en un recipiente herméticamente cerrado.

1.5 CONSIDERACIONES SOBRE EL TRABAJO PREVIO DE LABORATORIO

1.5.1. ALGUNAS INSTRUCCIONES GENERALES PARA EL TRABAJO DE LABORATORIO

- 1.- Revisión del material. En el Apéndice II encontrará el lector una lista completa de todos los aparatos necesarios así como también instrucciones específicas para el uso de cada sistema de reactivos individual.

- 2.- Todos los objetos de vidrio o de porcelana han de estar perfectamente limpios. Después de usar cada objeto, se ha de lavar bien con ayuda de limpiatubos. En ocasiones se necesita emplear un poco de polvo de jabón. Una vez limpios, se enjuagan varias veces con agua destilada y los vasos y los embudos se invierten sobre una superficie limpia y se les deja secar.

- 3.- Téngase el tablero de la mesa limpio y seco. Los líquidos que accidentalmente se derraman han de ser recogidos enseguida con una esponja húmeda y después se limpia bien el tablero de la mesa. No dejar acumuladas demasiadas cosas sobre la mesa y hacer que cada objeto, por ejemplo, frascos, lavador, mechero, soporte para filtrar, gradillas de tubos de ensayos, etc., permanezcan sobre la mesa toda la sesión de trabajo y en un lugar determinado y conveniente.

- 4.- Cada objeto ha de tener en la mesa un lugar determinado con el fin de que se pueda encontrar fácilmente cuando se necesite.

- 5.- Puesto que el éxito de los análisis dependen, en gran parte de la pureza de los reactivos, se han de tomar todas las precauciones posibles para conservarlos libres de contaminación. El tapón del frasco de reactivo no se ha de dejar sobre la mesa, sino que se han de sostener entre los dedos

durante el uso del reactivo y finalmente volverlo al frasco a que pertenece. Adquierase el hábito de volver cada frasco de reactivo a su sitio inmediatamente después de usarlo.

6.- Antes de empezar el análisis, léase el procedimiento completo y adquiérase la seguridad de que se comprende la finalidad de añadir cada reactivo, Examínese el rótulo del frasco antes de añadir el reactivo, para estar seguro de que se ha tomado del anaquel el frasco preciso. Los errores graves pueden conducir a accidentes personales y si se emplea un reactivo por otro puede perderse mucho tiempo.

7.- No se debe hablar mientras se trabaja

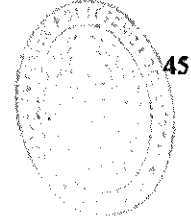
8.- Todas las operaciones que den por resultado la producción de humo, o gases desagradables, se han de realizar en la sorbona,

9.- No pedir reactivos prestados. Estos pueden no estar en condiciones y motivar la pérdida de su análisis.

10.- Si se desean buenos resultados, téngase cuidado de emplear las cantidades exactas prescritas de reactivos y hacer uso del recipiente indicado. No hacer cambios en el proceso.

11.- Asegúrese de que se pone el rotulo debido a todas las soluciones que se han de utilizar después en etapas inmediatas.

12.- Regístrense las observaciones brevemente en el libro de notas inmediatamente después de que se ha completado cada operación.



CAPITULO II

IMPLEMENTACION, MONTAJE Y UTILIZACION DEL METODO DE DESTILACION

2.1 DESCRIPCION DEL MONTAJE DEL EQUIPO DE DESTILACION SIMPLE

La destilación es básicamente la separación de una solución líquida en sus componentes mediante evaporación y condensación. Este procedimiento consiste en someter a ebullición el disolvente volátil del soluto (la muestra) el disolvente se recoge condensando el vapor.

Dicho de otro modo es el procedimiento en el que implica el calentamiento del líquido hasta que hierve y la condensación de los vapores pasa para retornar al estado líquido por colección en un recipiente separado. Este proceso se llama destilación.

El equipo se muestra con diagrama en la Fig. 4

El equipo de destilación simple está diseñado para efectuar la selectiva transferencia del gas SO_2 que pasa desde la muestra en ebullición acuosa con el ácido clorhídrico hasta un beaker de recepción que contiene la solución de almidón al 1 %

La muestra en ebullición burbujea y si se espuma se utiliza un antiespumante como la parafina para mantener la contrapresión tan baja como sea posible con el fin de evitar el recalentamiento e impedir que el dióxido de azufre se pierda a través del escape de gas (vapor) y la muestra sea deteriorada.

El equipo de destilación sería ensamblado como muestra la Fig 4. Aplicando grasa (vaselina) sobre la superficie sellada de todas las conexiones excepto la conexión entre la separación del tubo en "U" y el balón de fondo plano 24 / 40 de 1000 ml de capacidad PIREX.

Cada conexión sería prenzada con abrazaderas y unidas al soporte universal así como también cada conexión debe ser sellada con cinta teflón para asegurar una completa obturación durante el análisis.

El embudo de decantación tiene una capacidad de 250 ml con la boca inferior de salida adaptada al tubo en "U" por medio de un tapón de goma o de caucho que sirve como conexión. El ácido clorhídrico se colocaría en la muestra por la boca de entrada superior del embudo de decantación el cual es sellado luego de añadir el ácido clorhídrico con un tapón de vidrio. Una vez colocado el ácido en la muestra, cerrar la llave de paso del embudo. No es recomendable que el ácido clorhídrico quede goteando durante el análisis porque condensa con el dióxido de azufre que es depositado en la llave de paso del embudo.

(PRECAUCION: SU SALUD)

Cada vez que se trabaje con ácido prender la sorbona para evitar la inhalación del vapor del ácido clorhídrico.

La trampa de vapor es conectada a la otra boca del tubo en "U" y este a su vez al condensador de serpiente el mismo que tiene una cubierta de longitud de 300 mm PIREX

La circulación del agua de enfriamiento por el condensador es el siguiente:

Se debe abrir la llave del grifo para que circule una fina película de agua por la manguera flexible de caucho hacia el condensador. De esta manera se previene los cambios de presión de entrada de agua y se evita el desprendimiento de la manguera de caucho del condensador.

La bureta de 50 ml de capacidad es ajustada mediante la pinza universal al soporte universal. La bureta debe de estar ubicada en la parte superior por encima del agitador magnético Thermolyne nuova II u otro.

2.2 MATERIALES Y EQUIPOS

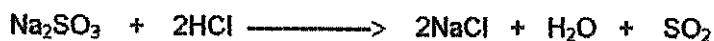
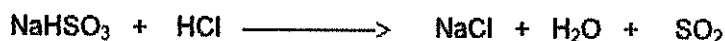
- balón de fondo plano	24 / 40	1000 ml. PIREX
- tubo en "U"	24 / 40	PIREX
- embudo de decantación		250 ml. PIREX
- trampa de vapor		PIREX

- condensador de serpentín PIREX
- bureta 0.01 ml 50 ml. PIREX
- beaker 250 ml. PIREX
- soporte universal
- pinza universal
- pinza tenaza
- anillo sostenedor
- rejilla de amianto
- manguera flexible de caucho
- tapones de caucho
- cinta teflón
- mechero a gas
- tanque de gas con válvulas
- agitador magnético Thermolyne nuova II
- reloj
- calculadora
- termómetro
- balanza electrónica
- sorbona
- fosforera
- vidrio reloj
- agitador de vidrio
- perlas de vidrio
- probetas graduadas plásticas 200 ml.

- probeta de vidrio con tapón 100 ml.
- pipeta volumétrica 5 ml.
- pipeta graduada 10 ml.
- matraces aforado 1000 ml.
- frascos color ambar 1000 ml.
- cinta adhesiva oscura
- papel filtro
- toallas

2.3 FUNDAMENTO

Las sulfitas y bisulfitas en la muestra están oxidadas a SO_2 por reflujo con HCl ácido clorhídrico concentrado.



El gas SO_2 , pasa hasta el beaker de recepción donde se encuentra la solución de almidón al 1 %

Se determina el gas SO_2 por la titulación con yodo 0.05 N.



Este método consiste en la valoración directa con yodo del dióxido de azufre conforme va destilando.

Se calienta el balón directamente a la llama de un buen mechero de forma que el líquido hierva en menos de 2 ½ minutos. Se añade yodo 0.05 N. en el beaker de manera que el color azul pálido se mantenga durante la valoración. Se continúa la valoración hasta que el color debido al yodo 0.05 N. persiste al menos durante 1 minuto. lo que deberá conseguirse en un tiempo de ebullición de 10 minutos (e. f). con una temperatura que se mantendrá por debajo de 27°C. en el volumen de destilado.



UNIVERSIDAD NACIONAL DE TUCUMÁN
FACULTAD DE CIENCIAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

2.4 PROCEDIMIENTO

- 1.- Montaje del aparato referido a la ilustración fig. 4
- 2.- Confirme que todos los puntos estén seguros y emplee el flujo de agua al condensador.
- 3.- Comenzar a descongelar el camarón
- 4.- Seleccionar, camarones descongelados, sacar la cabeza y pelarlos pique las colas en pedazos muy pequeños o use una licuadora. Mezcle bien la carne y con precisión pesar 50 g de carne.
- 5.- Adicione al balón de fondo plano, la muestra, 200 ml. de agua destilada, seguidos por 5g de parafina o las perlas de vidrio para evitar que se espume.
- 6.- Ajustar el balón a la base del tubo en "U". Prender el extractor de aire y abrir la llave de paso del embudo de decantación para que se adicione los 20 ml. de ácido clorhídrico a la muestra, cerrar la llave de paso del embudo y apagar la sorbona..
- 7.- Sin demorar prender la llama del mechero para que hierva ligeramente.
- 8.- Al beaker de recepción agregar 50 ml de la solución de almidón al 1% . Este debe ser preparado previamente.
- 9.- Confirme que la manguera de salida de gas del condensador quede bajo la superficie del líquido en el beaker de recepción
- 10.- Refluje la solución durante 10 minutos
- 11.- Remueva con el agitador magnetico la solución del beaker de recepción.
- 12.- Titular con 0.05 N. de la solución de yodo estandarizado hasta un punto término azulado que se mantiene durante 1 minuto.
- 13.- Reproducir el análisis sin muestra (un blanco) para determinar sulfitas en los reactivos.
- 14.- Anotar el consumo para los cálculos.

2.5 CALCULOS

Se calculó el gas SO₂ como partes por millón ppm de SO₂

SO₂ ppm (mg / 1000 g)

$$\text{ppm SO}_2 = \frac{32.03 \times (V2 - V1) \times N \times 1000}{W}$$

DONDE:

V2 = Titulación de yodo (con muestra)

V1 = Titulación de yodo (blanco)

N = Normalidad de yodo

W = Peso de muestra

32.03 = Millequivalente peso del dióxido de azufre.

1000 = Factor de conversión millequivalente a microequivalente.

Al inicio de la determinación del residual de metabisulfito se registran fechas, lote, códigos, características de la muestra, clasificación. Para lo cual elaboramos una tabla.

Los residuales de metabisulfito se determinan por duplicado en la misma muestra para reportar un promedio.

Con la fórmula se determina cuantitativamente la cantidad de SO₂ en la muestra.

$$\text{ppm SO}_2 = \frac{32.03 \times (V2 - V1) \times 0.05 \times 1000}{50}$$

$$\text{ppm SO}_2 = \frac{0.05 \times 1000}{50} = 1$$

DONDE:

0.05 = Normalidad del yodo

1000 = Factor de conversión miliequivalente a microequivalente

50 = Peso de la muestra

La operación equivale a 1

Por lo tanto:

La fórmula se simplificaría así: solo si el yodo es 0.05 N. exacto.

$$\text{ppm} = 32.03 \times (V2 - V1)$$

DONDE: $V1 = \text{Titulación de yodo (blanco)}$

Este valor varía cada vez que se compra nuevos reactivos

$V1 = \text{(muestra en blanco)}$

$V1 = 0.1 \text{ consumo de yodo}$

MUESTRA 1

a) 1.3 ml consumo de yodo 0.0544603 N.

$$\text{ppm SO}_2 = \frac{32.03 \times (1.3 - 0.1) \times 0.0544603 \times 1000}{50}$$

$$\text{ppm SO}_2 = 41.86$$

b) 1.2 ml consumo de yodo 0.0544603 N.

$$\text{ppm SO}_2 = \frac{32.03 \times (1.2 - 0.1) \times 0.0544603 \times 1000}{50}$$

$$\text{ppm SO}_2 = 38.37$$

2.6 TABLA DE DATOS Y RESULTADOS

TABLA N° IV Metodo MONIER WILLIAMS modificado por SHIPTON adaptado al DESTILADOR SIMPLE

NUMERO DE MUESTRA	ANALISIS DUPLICADO	COSUMO YODO 0,05 NORMAL	RESULTADO SO ₂ (ppm)	PROMEDIO SO ₂ (ppm)
1	a	1,3	41,86	40,11
	b	1,2	38,37	
2	a	1,3	41,86	40,11
	b	1,2	38,37	
3	a	1,5	48,84	54,07
	b	1,8	59,30	
4	a	1,9	62,79	66,28
	b	2,1	69,77	
5	a	1,0	31,39	33,13
	b	1,1	34,88	
6	a	2,2	73,26	73,26
	b	2,2	73,26	
7	a	1,4	41,86	43,61
	b	1,5	45,36	
8	a	1,0	31,39	33,13
	b	1,1	34,88	
9	a	2,4	80,24	81,99
	b	2,5	83,73	
10	a	1,5	48,84	52,32
	b	1,7	55,81	
11	a	2,4	80,24	80,24
12	a	1,5	48,84	41,86
	b	1,1	34,88	
13	a	1,9	62,80	61,06
	b	1,8	59,31	
14	a	1,3	41,86	41,86
	b	1,3	41,86	
15	b	2,5	83,72	83,72
16	a	3,2	108,15	95,93
	b	2,5	83,72	
17	a	1,3	41,86	34,88
	b	0,9	27,90	
18	a	1,1	34,88	34,88
	b	1,1	34,88	
19	a	1,6	52,33	47,10
	b	1,3	41,86	
20	a	1,7	55,82	50,59
	b	1,4	45,35	
21	a	2,6	87,22	97,69

	b	3,2	108,15	
22	a	1,1	34,89	36,64
	b	1,2	38,38	
23	a	1,3	41,86	45,35
	b	1,5	48,84	
24	a	1,5	48,84	41,87
	b	1,1	34,89	
25	a	2,5	83,73	81,99
	b	2,4	80,24	
26	a	2,3	76,75	75,01
	b	2,2	73,26	
27	a	3,1	104,66	95,94
	b	2,6	87,22	

2.7 INTERPRETACION DE RESULTADOS Y DISCUSION DEL METODO

Los resultados indican que los promedios reportados por nuestros análisis estan en su mayoría dentro de los niveles normales aceptados por la F.D.A. , esto es dentro del límite de 100 ppm de SO₂ en producto crudo congelado de *Penaeus vannamei* .

Los valores que no están por encima del límite mínimo permitido de 45 ppm de SO₂ establecido por el INP. Es debido a un tratamiento químico inadecuado

El método MONIER WILLIAMS modificado por SHIPTON y adaptado al equipo de DESTILACION SIMPLE, es empleado por algunas empresas tecnificadas.

Las facilidades en la titulación directa con yodo conforme se va destilando y el sistema de reactivo empleado, hace que sea un método sencillo para un analista principiante.

El tiempo para realizar el análisis es de 12 - 15 minutos obteniendo un volumen de destilado total de 150 ml.

El tiempo es un factor importante debido a que el proceso del camarón en las empresas empacadoras es continuo. Se hace necesario determinar la concentración de dióxido de azufre en el producto con la rapidez y precisión del caso.



ECA
 101
 1111A

CAPITULO III

IMPLEMENTACION, MONTAJE Y UTILIZACION DEL METODO MACERACION TITULACION

3.1 DESCRIPCION DEL EQUIPO PARA EL METODO DE MACERACION TITULACION

La solución estándar se coloca en un tubo de vidrio graduado llamado bureta. La bureta tiene una llave en la parte inferior para permitir que la solución caiga en cantidades controladas. Un volumen medido de la solución desconocida o una masa de peso conocido de un sólido desconocido disuelto en agua. Se colocan en el recipiente junto con unas pocas gotas de una sustancia conocida como indicador. La solución estándar de la bureta se agrega lentamente al beaker hasta que el indicador cambie de color. Durante el proceso de adición el contenido del recipiente se mantiene homogéneo agitándolo. En el punto de equivalencia, que esta indicado por el cambio del indicador, se han utilizado cantidades equivalentes de los dos reactivos. Se lee en la bureta el volumen de la solución estándar empleado.

El nombre titulación se da al proceso que usa el químico analítico para el análisis volumétrico, determinaciones cuantitativas basadas en el uso de técnicas de soluciones.

En una titulación, una solución de concentración conocida, llamada solución estándar, se agrega al volumen medido de una solución de concentración desconocida, hasta que la reacción sea completa.

3.2 MATERIALES Y EQUIPOS

- | | | |
|---------------------|---------|---------|
| - bureta | 0.01 ml | 50 ml. |
| - Pinza universal | | |
| - soporte universal | | |
| - beaker | | 100 ml. |

- agitador de vidrio
- vidrio reloj
- pipeta volumétrica 10 ml, 1 ml.
- pipeta graduada 2 ml.
- probetas graduadas 100 ml.
- picetas
- matraz aforado 100 ml.
- cuchillo de acero inoxidable

3.3 FUNDAMENTO

La maceración.- Es una operación general de análisis inmediato que consiste en colocar la sustancia vegetal o animal (hojas, tallos, tejidos, organos, etc.) en el seno de un líquido a la temperatura ordinaria, y agitar de vez en cuando; el líquido separa de la primera materia todos los cuerpos que se disuelven en él; filtrándolo después se obtiene la disolución de los soluble.

En este método la valoración con el yodo:



Es la más frecuentemente empleada. Donde se añade una cantidad determinada de solución volumétrica de yodo y se valora el yodo en exceso empleando almidón como indicador.

3.4 PROCEDIMIENTO

- 1.- Comenzar a descongelar el camarón
- 2.- Seleccionar, camarones descongelados, sacar la cabeza y pelarlos, pique las colas en pedazos muy pequeños.
- 3.- Pesar con precisión 50 g de carne.
- 4.- Adicione al beaker la muestra, en 100 ml de agua destilada

5.- Agitar suave por rotación 3 - 5 veces con lapsos de reposo de 2 minutos por cada vez y dejar en reposo por 10 minutos.

6.- Tomar una alícuota de 10 ml del líquido de dilución

7.- Agregar 1.4 ml de ácido clorhídrico 1 N y agitar suavemente.

8.- Agregar 1 ml de solución de almidón al 10% y agitar suavemente.

9.- Titular con una solución de yoduro yodato de bicarbonato ó yodo N / 63 hasta la aparición de un color celeste azul que indica el punto final de la titulación.

10.- Anotar el consumo para los cálculos

3.5. CALCULOS

Se calculó el gas SO₂ como partes por millón ppm de SO₂

$$\text{SO}_2 \text{ ppm} = (\text{mg} / 1000 \text{ g})$$

$$\text{ppm SO}_2 = \frac{\text{V. consumo yodo N / 63} \times 0.5 \times 100 \times 1000}{W \times 10}$$

$$\text{ppm SO}_2 = \frac{(\text{Vc} - \text{Vb}) \times 0.5 \times 100 \times 1000}{W \times \text{V.alicuota}}$$

DONDE:

Vc = Volumen consumo de yodo N / 63

Vb = Volumen blanco (0,1)

0.5 = Factor

100 = Porcentaje

1000 = Conversión miliequivalente a microequivalente

W = Peso de la muestra

10 = V. volumen de alícuota

3.6 TABLA DE DATOS Y RESULTADOS

TABLA N° V TEST QUICK MACERACION TITULACION EN FRIO

NUMERO DE MUESTRAS	ANALISIS DUPLICADO	CONSUMO YODO N/63	RESULTADO SO ₂ (ppm)	PROMEDIO SO ₂ (PPM)
1	a	1,0	90	85
	b	0,9	80	
2	a	1,0	90	90
	b	1,0	90	
3	a	1,2	110	100
	b	1,0	90	
4	a	1,3	120	115
	b	1,2	110	
5	a	1,1	110	95
	b	1,0	90	
6	a	1,6	150	145
	b	1,5	140	
7	a	1,1	100	90
	b	1,0	90	
8	a	1,0	90	90
	b	1,1	100	
9	a	1,7	160	165
	b	1,8	170	
10	a	1,7	160	155
	b	1,6	150	
11	a	1,5	140	140
	b			
12	a	1,1	100	95
	b	1,0	90	
13	a	1,4	130	130
	b	1,4	130	
14	a	1,1	100	95
	b	1,0	90	
15	a	1,5	140	145
	b	1,6	150	
16	a	1,7	160	160
	b	1,7	160	
17	a	0,9	80	75
	b	0,8	70	
18	a	0,7	60	60
	b			
19	a	1,0	90	90
	b	1,0	90	
20	a	0,9	80	100
	b	1,3	120	
21	a	1,7	160	160
	b	1,7	160	
22	a	1,1	100	105

	b	1,2	110	
23	a	1,3	120	110
	b	1,1	100	
24	a	1,1	100	95
	b	1,0	90	
25	a	1,7	160	170
	b	1,9	180	
26	a	1,5	140	160
	b	1,9	180	
27	a	1,8	170	170
	b	1,8	170	

3.7 INTERPRETACION DE RESULTADOS Y DISCUSION DEL METODO.

Los valores reportados por el método TEST QUICK maceración titulación en frío son valores en su mayoría elevados, y por lo tanto mayores que el límite permisible de 100 ppm declarado por la F.D.A.

Este método lo realizan la mayoría de las empresas no tecnificadas, es utilizado por el menor tiempo empleado en la determinación de SO_2 en muestras de camarón y por la facilidad que brinda el sistema de reactivo empleado.

El tiempo para realizar el análisis es de 12 minutos. El procedimiento de esta técnica indica que hay que agitar la muestra en maceración cada 2 minutos durante los 10 minutos para que la muestra libere el SO_2 contenido en el camarón. Sin olvidar la agitación de lo contrario el resultado sería erróneo.

Este método requiere de mucha cautela y experiencia, el analista con el resultado se dará cuenta cuando el análisis está errado, tendrá que realizar otra prueba para obtener un resultado más aceptable.

Por esta razón es un método inseguro, impredecible. No apropiado para un principiante.

CAPITULO IV

ESTUDIO COMPARATIVO DEL METODO DE DESTILACION vs. EL METODO DE MACERACION TITULACION EN FRIO

4.1 ESTUDIO DE LA EFICIENCIA DE LOS METODOS

El método utilizado como nuestro patrón, para comparar las dos técnicas expuestas anteriormente. Es el método de MONIER WILLIAMS método utilizado en el Instituto Nacional de Pesca (Guayaquil - Ecuador) .

Este método se realiza en el equipo de destilación de KJELDAHL.

presentamos a continuación los materiales y equipos necesarios, fundamento, procedimiento, cálculos, tabla de datos y resultados.

MATERIALES Y EQUIPOS.

- Aparato destilador Kjeldahl (balón condensador y fiola de recepción).
- balanza analítica
- balanza gramera
- soporte universal.
- pinza doble nuez
- bureta
- sorbona
- espátula de acero inoxidable
- capsula de porcelana
- frascos color ambar



INSTITUTO
TECNOLÓGICO
DE BUENOS AIRES

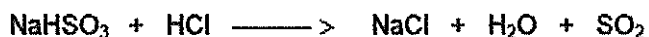
- tapones de caucho o corcho
- papel filtro
- papel aluminio
- pera succionadora

REACTIVOS

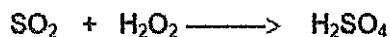
- ácido clorhídrico concentrado
- Solución de peróxido de hidrógeno al 3 %
- hidróxido de sodio Na(OH) 0.01 N. estandarizado
- indicador de rojo de metilo
- parafina
- fenolftaleina
- potassium hydrogen phalate
- alcohol. Anhydrous Reagent,

FUNDAMENTO

- Las sulfitas y bisulfitas en la muestra estan oxidadas a SO₂, por reflujo con HCl concentrado.



El gas SO₂ pasa hasta la fiola de recepción donde reacciona con el H₂O₂ y resulta H₂SO₄.



Se determina el ácido sulfurico por la titulación con 0.01 N. de Na(OH), usando como indicador rojo de metilo.

PROCEDIMIENTO

- 1.- Montaje del aparato referido a la ilustración fig 6.
- 2.- Comenzar a descongelar el camarón
- 3.- Proporcione al balón 150 ml. de agua destilada y 10 ml de HCl concentrado, seguido por cerca de 5 g de parafina para prevenir que se espume.
- 4.- A la fiola de recepción adicionar 90 ml. de agua destilada más 10 ml de peróxido de hidrógeno al 30 % con esto tenemos una solución al 3% y 3 gotas del indicador rojo de metilo. Proporcionar 0.01 N. de Na(OH) de la bureta. Hasta que se neutralice la solución (de un color rosado pasa a un color rosado palido durante 20 segundos). Si se pasa el punto final tire los contenidos y empiece otra vez.
- 5.- Confirme que el tubo quede bajo la superficie del líquido en la fiola de recepción.
- 6.- Confirme que todos los juntos esten seguros y empiece el flujo de agua al condensador.
- 7.- Seleccionar camarones descongelados, sacar la cabeza y pelarlos. Pique las colas en pedazo o use una licuadora. Mezcle bien la carne. Con precisión pesar 30 g de carne.
- 8.- Sin demorar, adicionar la carne al balón y prender el calentador para hervir ligeramente.
- 9.- Refluje la solución durante 20 minutos. tiempo en el que se obtiene un volumen total de destilado de 200 ml.
- 10.- Remueva la fiola de recepción.
- 11.- Titular los contenidos con 0.01 N. de Na(OH) estandarizado hasta un punto término, incoloro
- 12.- Reproducir el análisis sin muestra (un blanco) para determinar sulfitas en los reactivos.

CALCULOS

Se calculó SO₂ como ppm de SO₂

SO₂ ppm (mg / 1000 g)

$$\text{ppm SO}_2 = \frac{32.03 \times (V2 - V1) \times N \times 1000}{W}$$

DONDE:

V2 = Titulación de Na(OH) (con muestra)

V1 = Titulación de Na(OH) (blanco)

N = Normalidad de Na(OH)

W = Peso de la muestra

32.03 = Millequivalente peso del dióxido de azufre

1000 = Factor de conversión millequivalente a microequivalente

DONDE :

V1 = (muestra en blanco)

V1 = (consumo de NaOH) (blanco)

V1 = 0,3 ml consumo de NaOH.

MUESTRA 1

a) 4.1 consumo de NaOH 0.01023 N.

$$\text{ppm SO}_2 = \frac{32.03 \times (4.1 - 0.3) \times 0.01023 \times 1000}{30} = 41.50$$

b) 4.4 consumo de NaOH 0.01023 N.

$$\text{ppm SO}_2 = \frac{32.03 \times (4.4 - 0.3) \times 0.01023 \times 1000}{30} = 44.77$$

TABLA N° VI TABLA DE DATOS Y RESULTADOS
METODO DE MONIER WILLIAMS CON EL EQUIPO DE DESTILACION KJELDAHL

NUMERO DE MUESTRAS	ANALISIS DUPLICADO	CONSUMO ML NaOH 0,01 N	RESULTADO SO ₂ ppm	PROMEDIO SO ₂ ppm
1	a	4,1	41,50	43,13
	b	4,4	44,77	
2	a	3,2	33,85	40,72
	b	4,4	42,59	
3	a	3,4	33,85	38,22
	b	4,2	42,59	
4	a	5,9	61,16	61,70
	b	6,0	62,25	
5	a	4,2	42,59	43,13
	b	4,3	43,68	
6	a	7,5	78,63	77,53
	b	7,3	76,44	
7	a	3,1	30,57	33,85
	b	3,7	37,13	
8	a	3,6	36,04	36,04
	b	3,6	36,04	
9	a	8,0	84,09	85,18
	b	8,2	86,27	
10	a	6,3	65,52	60,60
	b	5,4	55,69	
11	a	7,8	81,90	82,99
	b	8,0	84,09	
12	a	4,3	43,68	46,41
	b	4,8	49,14	
13	a	6,7	69,89	67,09
	b	6,2	64,30	
14	a	4,1	41,50	41,50
15	a	7,5	78,63	75,35
	b	6,9	72,08	
16	a	8,8	92,83	90,10
	b	8,3	87,37	
17	a	3,2	31,67	31,12
	b	3,1	30,57	
18	a	3,0	29,48	29,48
19	a	3,8	38,22	36,04
	b	3,4	33,86	
20	a	5,0	51,33	52,97
	b	5,3	54,61	
21	a	8,3	87,37	80,27
	b	7,0	73,11	
22	a	4,0	40,41	44,23
	b	4,7	48,05	

23	a	4,3	43,69	42,05
	b	4,0	40,41	
24	a	4,6	46,96	48,60
	b	4,9	50,24	
25	a	8,8	92,83	92,29
	b	8,7	91,74	
26	a	7,5	78,63	80,27
	b	7,8	81,91	
27	a	9,0	95,02	96,66
	b	9,3	98,29	

Además presentaremos los datos obtenidos por el método de MONIER WILLIAMS modificado por SHIPTON. Este método utilizado en el equipo de DESTILACION SIMPLE. Ahora, lo hemos utilizado en el equipo KJELDAHL,

Por lo tanto se ha trabajado con 2 métodos en el equipo KJELDAHL, el método de MONIER WILLIAMS y el método de MONIER WILLIAMS modificado por SHIPTON.



INSTITUTO TECNOLÓGICO
DE AERONÁUTICA
MARTÍNEZ

**TABLA N° VII TABLA DE DATOS Y RESULTADOS
METODO DE MONIER WILLIAMS MODIFICADO POR SHIPTON ADAPTADO AL KJELDAHL**

NUMERO DE MUESTRAS	ANALISIS DUPLICADO	CONSUMO ML YODO 0,05 N.	RESULTADO SO ₂ ppm	PROMEDIO SO ₂ ppm
1	a	1,3	41,86	40,11
	b	1,2	38,37	
2	a	1,2	38,37	40,11
	b	1,3	41,86	
3	a	1,4	45,35	43,60
	b	1,3	41,86	
4	a	1,8	59,30	61,04
	b	1,9	62,79	
5	a	1,3	41,86	40,11
	b	1,2	38,37	
6	a	2,3	76,75	75,00
	b	2,2	73,26	
7	a	1,2	38,37	38,37
	b	1,2	38,37	
8	a	0,9	27,90	29,64
	b	1,0	31,39	
9	a	2,6	87,21	87,21
	b	2,6	87,21	
10	a	2,3	76,75	78,49
	b	2,4	80,24	
11	a	2,2	73,26	71,51
	b	2,1	69,77	
12	a	1,4	45,35	40,11
	b	1,1	34,88	
13	a	1,9	62,79	62,79
14	a	1,4	45,35	45,35
	b	1,4	45,35	
15	a	2,4	80,24	78,49
	b	2,0	76,75	
16	a	2,7	90,70	88,95
	b	2,6	87,21	
17	a	1,0	31,39	33,13
	b	1,3	34,88	
18	a	0,9	28	28
19	a	1,0	31,40	31,40
	b	1,0	31,40	
20	a	1,4	45,35	45,35
	b	1,4	45,35	
21	a	2,0	66,29	78,50
	b	2,7	90,71	
22	a	1,4	45,35	45,35
	b	1,4	45,35	
23	a	1,8	59,31	57,57

	b	1,7	55,82	
24	a	1,4	45,35	43,61
	b	1,3	41,86	
25	a	2,5	83,73	87,22
	b	2,7	90,71	
26	a	2,0	66,29	61,06
	b	1,7	55,82	
27	a	2,8	94,20	94,20
	b	2,8	94,20	

4.2 ANALISIS ESTADISTICO

Para comparar el metodo de destilación vs. el método de maceración titulación hemos trabajado con cuatro pruebas para determinar concentraciones de dióxido de azufre (SO₂) en camarón. Las tres pruebas basados en la destilación y un método basado en la maceración titulación en frio

El primer método es el método oficial de la A.O.A.C. del Registro Federal Part V, Departamento de Salud y Servicios Humanos. Food and Drug Administration 21 CFR. Part 101 que es el método de MONIER WILLIAMS realizado en el equipo destilador KJENDAHL como nuestro método patrón.

El segundo método es el método de MONIER WILLIAMS MODIFICADO POR SHIPTON con el equipo de DESTILACION SIMPLE.

El tercer método, es el método TEST QUICK MACERACION TITULACION EN FRIO.

Y por último se ha trabajado con el sistema de reactivos del segundo método en el equipo de destilación KJELDAHL. A fin de dar las mismas condiciones a ambos métodos tanto al MONIER WILLIAMS como al de MONIER WILLIAMS MODIFICADO POR SHIPTON.

Lo que significa que cada una de las observación del j -ésimo tratamiento va a ser igual a la μ poblacional (μ) más un efecto del j -ésimo tratamiento (α_j) más el efecto del i -ésimo bloque (β_i). De esta manera se ha obtenido resultados para las cuatro pruebas.

más un error aleatorio asociado al proceso de muestreo (ϵ_{ij}) que son valores de variables

Debo aclarar que para cada una de las TABLAS DE RESULTADOS donde se encuentre un sólo resultado por muestra, han habido fallas por diversas causas: Como la falta de agua en el sistema de circulación de los equipos, cambios de presión, falla en el drenaje de la bureta, etc. Por lo que se ha omitido este resultado.

$H_0: \alpha_j = 0$, para todos los j .

Para el estudio estadístico nuestro diseño experimental ES UN DISEÑO COMPLETAMENTE ALEATORIO. DISEÑO EN BLOQUES ALEATORIOS.

$H_0: \beta_i = 0$, para todos los i .

Donde la estimación de la variación aleatoria (el error experimental). Se reduce dividiendo las observaciones de cada clasificación en bloques. Esto se logra cuando fuentes conocidas de variabilidad (es decir, variables extrañas) se mantienen fijas dentro de cada bloque, pero varían de bloque en bloque.

La cual, al rechazarse, nos indicará que el criterio clasificación en bloques ha sido correcto.

El modelo fundamental para el análisis de esta clase de experimento con una observación por "celda" (esto es, existe una observación correspondiente a cada tratamiento dentro de cada bloque).

Las hipótesis a probar son:

El modelo matemático vendrá dado por:

$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_k$ (todas las medias son iguales)

$$Y_{ij} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \Sigma_{ij}$$

Lo que significa que cada i ésima observación del j ésimo tratamiento va a ser igual a la μ poblacional (μ) más un efecto del i ésimo tratamiento (α_i) más el efecto del j ésimo bloque β_j ; más un error aleatorio asociado al proceso de muestreo (Σ_{ij}) que son valores de variables aleatorias independientes normalmente distribuidas con $\mu = 0$ y varianza común σ^2 .

Este diseño se lo resuelve mediante un ANOVA de dos vías, en donde la hipótesis fundamental a probar es:

$H_0 : \alpha_i = 0$, para todos las pruebas.

Pudiéndose también probar:

$H_0 : \beta_j = 0$, para todos los bloques

Utilizamos un ANOVA de dos vía cuando queremos comparar las medias en un experimento diseñado por azar simple.

La cual, al rechazarse, nos indicará que el criterio clasificación en bloques ha sido correcto.

La hipótesis alterna establece que al menos uno de los efectos no es cero.

Las hipótesis a probar son:

$H_0 : \mu_1 = \mu_2 = \dots \mu_a$ (todas las medias son iguales)

$H_1 : \exists \mu_i$ tal que $\mu \neq \mu_i$ (al menos hay una media desigual)



Es decir, probar los efectos de las pruebas. Pudiéndose también probar:

UNIVERSIDAD DE CUENCA
FAC. ING.
MATEMÁTICA

$H_0' : \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_b$ (la media de los bloques son iguales)

$H_0'' : \sum \mu_j$ tal que $\mu \neq \mu_j$ ($\sum \mu$ de los bloques desigual)

o sea, probar los efectos de los bloques.

En esta clase de clasificación con dos criterios el esquema es el siguiente:

**TABLA N° VIII DISEÑO EXPERIMENTAL DE LAS PRUEBAS
TRATAMIENTOS**

BLOQUES	TRAT.1	TRAT.2	TRAT.3	TRAT.4	$\Sigma Y.$	$\Sigma Y.2$
B1	Y11	Y21	Y11	Ya1	Y.1	
B2	Y12	Y22	Y12	Ya2	Y.2	
Bj	Y1j	Y2j	Y1j	Yaj	Y.j	
Bb	Y1b	Y2b	Y1b	Yab	Y.b	
ΣY	Y1	Y2	Y1	Ya	Y..	
Y						
$\Sigma Y2$						

En donde a es el número de tratamientos (PRUEBAS); y b el número de bloques.

$Y_{..}$ Es el gran total de las b observaciones. Y_{ij} observaciones relativas al i esimo tratamiento y al j esimo bloque. Y_i la suma de las b observaciones en el i esimo tratamiento. Y_j la suma de las a observaciones en el j esimo bloque.

Para comparar la eficiencia de las cuatro PRUEBAS utilizadas en la determinación de niveles de SO_2 en ppm en muestras de camarón. Se extraen los promedios reportados de los (análisis por duplicado) para cada una de las pruebas, muestra de tamaño 27 .

LA PRUEBA A consiste en el método de MONIER WILLIAMS realizado con el equipo destilador KJENDAHL.

LA PRUEBA B es el método MONIER WILLIAMS modificado por SHIPTON adaptado al KJENDAHL.

LA PRUEBA C es el método MONIER WILLIAMS modificado por SHIPTON realizado en el equipo de DESTILACION SIMPLE.

LA PRUEBA D es el método TEST QUICK maceración titulación en frío.

Considerando los tratamientos como pruebas obtenemos nuestra tabla de analisis de varianza y probamos con un nivel de significancia de 0.01 . Si existen diferencias entre los métodos.

Los promedios obtenidos para cada PRUEBA son los siguientes:



TABLA N° IX

RESULTADO PROMEDIO DE LAS CONCENTRACIONES DE SO₂ PARA LAS PRUEBAS
 BIBLIOTECA
 ING. ING.
 MARITIMA
CONCENTRACION DE SO₂ (partes por millón)

N° MUESTRA	PRUEBA A	PRUEBA B	PRUEBA C	PRUEBA D	ΣY.	ΣY.2
1	43,13	40,11	40,11	85	208,35	43909,722
2	40,72	40,11	40,11	90	210,94	44495,683
3	38,22	43,62	54,07	100	235,91	55653,528
4	61,70	61,04	66,28	115	324,02	104988,96
5	43,13	40,11	33,13	95	211,37	44677,276
6	77,53	75,00	73,26	145	370,79	137485,22
7	33,85	38,37	43,61	90	205,83	42365,988
8	36,04	29,64	33,13	90	188,81	35649,216
9	85,18	87,21	81,99	165	419,38	175879,58
10	60,60	78,49	52,32	155	346,41	119999,88
11	82,99	71,51	80,24	140	374,74	140430,06
12	46,41	40,11	41,85	95	223,37	49894,156
13	67,09	62,79	61,06	130	320,94	103002,48
14	41,50	45,35	41,86	95	223,71	50046,164
15	75,35	78,49	83,72	145	382,56	146352,15
16	90,10	88,95	95,93	160	434,98	189207,60
17	31,12	33,13	34,88	75	174,13	30321,256
18	29,48	28	34,88	75	167,36	28009,369
19	36,04	31,40	47,10	90	204,54	41836,611
20	52,97	45,35	50,59	100	248,91	61956,188
21	80,27	78,50	97,69	160	416,46	173438,93
22	44,23	45,35	36,64	105	231,22	53462,688
23	42,05	57,57	45,35	105	249,97	62485,000
24	48,60	43,61	41,87	95	229,08	52477,646
25	92,29	87,22	81,99	170	431,50	186192,25
26	80,27	61,06	75,01	160	376,34	141631,79
27	96,66	94,20	95,94	170	456,80	208666,24
ΣY	1567,52	1526,29	1574,61	3200,00	7868,42	
ΣY2	103.200	97.560	104.226	406.650	711.635	2'524.016
Y	58,06	56,53	58,32	118,52		

la suma de cuadrados para el análisis de varianza de una clasificación con dos criterios la calculamos por medio de fórmulas:

$SST = \sum_{a i=1} \sum_{b j=1} Y_{ij}^2 - C$
$SS(Tr) = \sum_{a i=1} Y_i^2 / b - C$
$SS(BI) = \sum_{b j=1} Y_{.j}^2 / a - C$
donde C, denominado término de corrección, está dado por
$C = (\sum \sum Y_{ij})^2 / N \text{ ó } C = (Y_{..})^2 / a.b$
donde a = 4 pruebas
b = 27 muestras

En estas expresiones Y_i es el número total de b observaciones para el i esimo tratamiento, Y_j es la suma de los a observaciones en el j esimo bloque y $Y_{..}$ es el gran total de todas las observaciones. Notese que las divisiones de $SS(Tr)$ y de $SS(BI)$ son el número de observaciones en los totales respectivos Y_i , y Y_j .

suma de cuadrados del error

$$SSE = SST - SS(Tr) - SS(BI)$$

Los resultados obtenidos al analizar la suma total de los cuadrados en sus componentes son resumidos de manera conveniente por medio de la siguiente tabla de análisis de varianza.



UNIVERSIDAD DE CUENCA
FACULTAD DE CIENCIAS
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS

TABLA N° X

TABLA DE ANALISIS DE VARIANZA

FUENTE DE VARIACION	GRADOS DE LIBERTAD	SUMA DE CUADRADOS	MEDIA CUADRADA	F	
PRUEBAS	$a - 1$	$SS(Tr)$	$MS(Tr) = \frac{SS(Tr)}{a - 1}$	$F(Tr) = \frac{MS(Tr)}{MSE}$	
BLOQUES	$b - 1$	$SS(BI)$	$MS(BI) = \frac{SS(BI)}{b - 1}$	$F(BI) = \frac{MS(BI)}{MSE}$	
ERROR	$(a-1)(b-1)$	SSE	$MSE = \frac{SSE}{(a-1)(b-1)}$		
TOTAL	$ab - 1$	SST			

En donde la relación $MS(Tr) / MSE$ es nuestro estadístico de prueba llamado F, y que sigue una distribución " F " de Fisher - Shnedecor con $v_1 = a - 1$ y $v_2 = (a.b - a)$ grados de libertad

La zona crítica o de rechazo (w) viene dado por:

$$F \geq F_{\alpha}$$

Calculamos la suma de cuadrados para nuestra tabla de análisis de varianza

Comenzamos por calcular el término de corrección:

$$C = (7868,422)^2 / 108 \quad N = a.b$$

$$C = 573.260$$

Cálculo de la suma de cuadrado de los totales

$$SST = [(43,13)^2 + (40,11)^2 + (40,11)^2 + (85)^2 \dots\dots\dots + (170)^2] - C$$

$$SST = 711.635 - 573.260$$

$$SST = 138.375,44$$

Cálculo de la suma de cuadrado de LAS PRUEBAS (Tr)

$$SS(Tr) = [(1567,52)^2 + (1526,29)^2 + (1574,61)^2 + (3200)^2 / 27] - C$$

$$SS(Tr) = 648373,21 - 573.260$$

$$SS(Tr) = 75113,21$$

Cálculo de la suma de cuadrados de los Bloques (Bl)

$$SS(Bl) = [(208)^2 + (210)^2 + (235)^2 \dots\dots / 4] - C$$

$$SS(Bl) = 631.004 - 573.260$$

$$SS(Bl) = 57.744$$

Calculo de la suma de cuadrado del error.

$$SSE = 138.375,44 - 75.113,21 - 57.744$$

$$SSE = 5518,23$$

**TABLA N° XI TABLA DE ANALISIS DE VARIANZA PARA LAS PRUEBAS.**

La siguiente es la tabla del ANOVA para nuestros cálculos.

FUENTE DE VARIACION	GRADOS DE LIBERTAD	SUMA DE CUADRADOS	CUADRADO MEDIO	F	
PRUEBAS	3	75.113,21	25.037,73	353,9	
BLOQUES	26	57.744	2.220,92	31,39	
ERROR	78	5.518,23	70,74		
TOTAL	107	138.375,44			

Para responder a estas preguntas de COMPARACIONES MULTIPLES utilizamos las pruebas de

El F_0 límite obtenido de la tabla de " F " Fisher Shnedecor con 3 y 104 grados de libertad es de $F_0 = 3,98$ dato extraído de la tabla de los valores entre los intervalos de 60 - 120 con un nivel de significancia de 0,01

El F_0 límite obtenido para un nivel de significancia de 0,05 extraído de la tabla de " F " Fisher Shnedecor con 3 y 104 grados de libertad es de $F_0 = 2,69$

$$R_p = S_x \cdot T_p$$

Decisiones: el otro estándar de la marca y puede concluirse rechazando la hipótesis

Puesto que el valor obtenido de $F = 353,9$ sobrepasa el $F_0 =$ límite, $F_0 = 3,98$ con un nivel de significancia del 0,01 con 3 y 104 grados de libertad

Donde MSE es la media de los cuadrados del error en el análisis de varianzas

El valor de T_p depende del nivel deseado de significancia y del número de grados de libertad

La hipótesis nula se rechaza, para un nivel de significancia del 0,01 y del 0,05

correspondientes a la MSE , que se obtiene de la tabla studentizada para $\alpha = 0,05$ y 0,01 para $p =$

2,3, ..., 10, y varios grados de libertad entre 1 y 120

Concluimos que existen diferencias significativas en las pruebas utilizadas para determinar concentraciones de SO_2 en (partes por millón) en muestras de camarones congelados.

Despues de realizar nuestro ANALISIS ESTADISTICO ANOVA

Sabemos que no todos los métodos son iguales que existe al menos un método que es distinto a los demás métodos,

Pero queremos saber más ¿Cuál tratamiento difiere de los otros y cuales son iguales entre sí ?

Para responder a estas preguntas de COMPARACIONES MULTIPLES utilizamos las pruebas de STUDENT - NEWMAN - KEULS (SNK) donde el análisis de varianza es en una dimensión para tamaños muestrales iguales .

La prueba compara el rango de cualquier conjunto de P medias con un apropiado rango de mínima significancia, R_p , dado por.

$$R_p = S_x \cdot \Gamma_p$$

Donde S_x es el error estándar de la media y puede calcularse mediante la fórmula

$$S_x = \sqrt{\frac{MSE}{n}}$$

Donde MSE es la media de los cuadrados del error en el análisis de varianza

El valor de Γ_p depende del nivel deseado de significancia y del número de grados de libertad correspondientes a la MSE, que se obtiene de la tabla studentizada para $\alpha = 0,05$ y $0,01$ para $p = 2,3, \dots, 10,$ y varios grados de libertad entre 1 y 120

Con respecto a los datos de las concentraciones de SO_2 en ppm en muestras de camarones congelados de nuestro diseño experimental. Aplicamos la prueba de STUDENT NEWMAN KEULS (SNK) para probar cuáles medias de los métodos difieren de las otras empleando un nivel de significancia de 0,01

En primer término ordenamos en un orden creciente de magnitud las cuatro medias muestrales

PRUEBAS	B	A	C	D
MEDIAS	56,53	58,06	58,32	118,52

A continuación calculamos el error estándar de la media

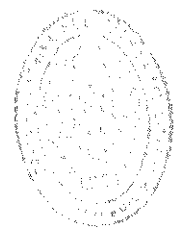
$$S\bar{x} = \sqrt{\frac{MSE}{n}}$$

Calculamos $S\bar{x}$ utilizamos la media del error cuadrado 70,74 que se obtuvo en el análisis de varianza y tenemos

$$S\bar{x} = \sqrt{\frac{70,74}{27}} = 1,61$$

Entonces, obtenemos (por interpolación lineal) de la tabla studentizada los siguientes valores de r_p para $\alpha = 0,01$ y 104 grados de libertad:

P	2	3	4
r_p	3,71	4,22	4,52



Multiplicando cada valor de r_p por $SX = 1,61$ obtenemos finalmente

P	2	3	4
Rp	6,01	6,83	7,31

UNIVERSIDAD DE LA PAZ
FAC. ING.
MARITIMA

El rango de las cuatro medias es $118,52 - 56,53 = 61,99$, que excede a $R_4 = 7,31$ que es el rango significativo mínimo. Este resultado era de esperarse, dado que la prueba F de nuestro ANOVA indicó que las diferencias entre las cuatro medias eran significativas con $\alpha = 0,01$

Para probar si hay diferencias significativas entre tres medias adyacentes, obtenemos rangos de 60,46 para las medias siguientes 58,06 58,32 118,52 y un rango de 1,79 para las siguientes medias 56,53 58,06 58,32

Puesto que el primer valor de 60,46 sobrepasa $R_3 = 6,83$. Las diferencias observadas en el primer conjunto de medias son significativas.

Y dado que el segundo valor de 1,79 del conjunto de medias no sobrepasa $R_3 = 6,83$. Las diferencias correspondientes no son significativas.

Por último dentro del primer conjunto de medias encontramos rangos mayores que el rango significativo mínimo $R_2 = 6,01$

Mientras que en el segundo conjunto de medias. Ningun par adyacente de medias tiene un rango mayor que $R_2 = 6,01$ que es el rango significativo mínimo.

Todos estos resultados pueden resumirse escribiendo en el gráfico de barras para la comparación de medias. Distribución de Medias de Penaeus vannamei en ppm.

B puede ser igual a A respecto a C con diferencias D o existe con la prueba D método Test Quick
 56,53 58,06 58,32 118,52 los valores A, B y C, en los cuales se ha
 dibujado una línea bajo la distribución.

Con el gráfico de vectores o casillas. Podemos observar los deciles que nos representan los
 Donde se ha dibujado una línea bajo el conjunto de medias adyacentes para los cuales el rango es
 menor que el valor del Rango Significativo Mínimo $R_2 = 6,01$ esto es, bajo el conjunto de medias
 adyacentes para los cuales las diferencias no son significativas. Las Pruebas A, B y C, representan
 Hasta ahora, por lo que a parejas de medias adyacentes respecta, encontramos que sólo la
 diferencia entre 118,52 y 58,32 es significativa.

Interpretando estos resultados concluimos que La PRUEBA D obtiene concentraciones de SO_2
 (ppm) en producto congelado de *Penaeus vannamei* más altos que LAS PRUEBAS B, A y C.

En consecuencia:

LA PRUEBA D es significativamente inferior a cualquiera de las otras pruebas.

LA PRUEBA D difiere de las otras pruebas.

Las pruebas que son iguales entre si son las pruebas A, B, y C.

Estas conclusiones las podemos visualizar mejor con el grafico de barras para la comparación de metodos. Destilación vs. Maceración Titulación en frio.

Donde se puede apreciar la gran diferencia que existe con la prueba D Método Test Quick Maceración Titulación en Frio. Con respecto a las otras pruebas A,B y C. en los cuales se ha utilizado el principio de la destilación.

Con el grafico de sectores o circulares. Podemos apreciar los sectores que nos representa las medias de cada una de las pruebas. Podemos notar que la prueba D es el doble que las pruebas A,B y C.

Mientras que las pruebas en que se ha utilizado la destilación, Pruebas A,B y C. representan sectores iguales entre sí.

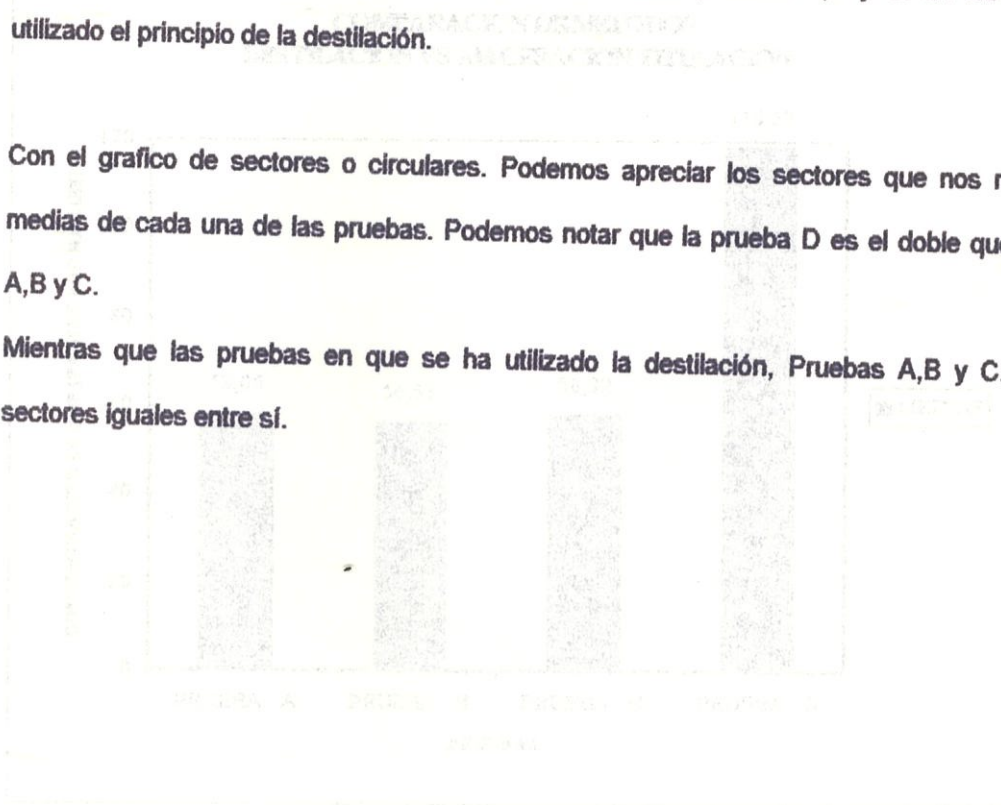
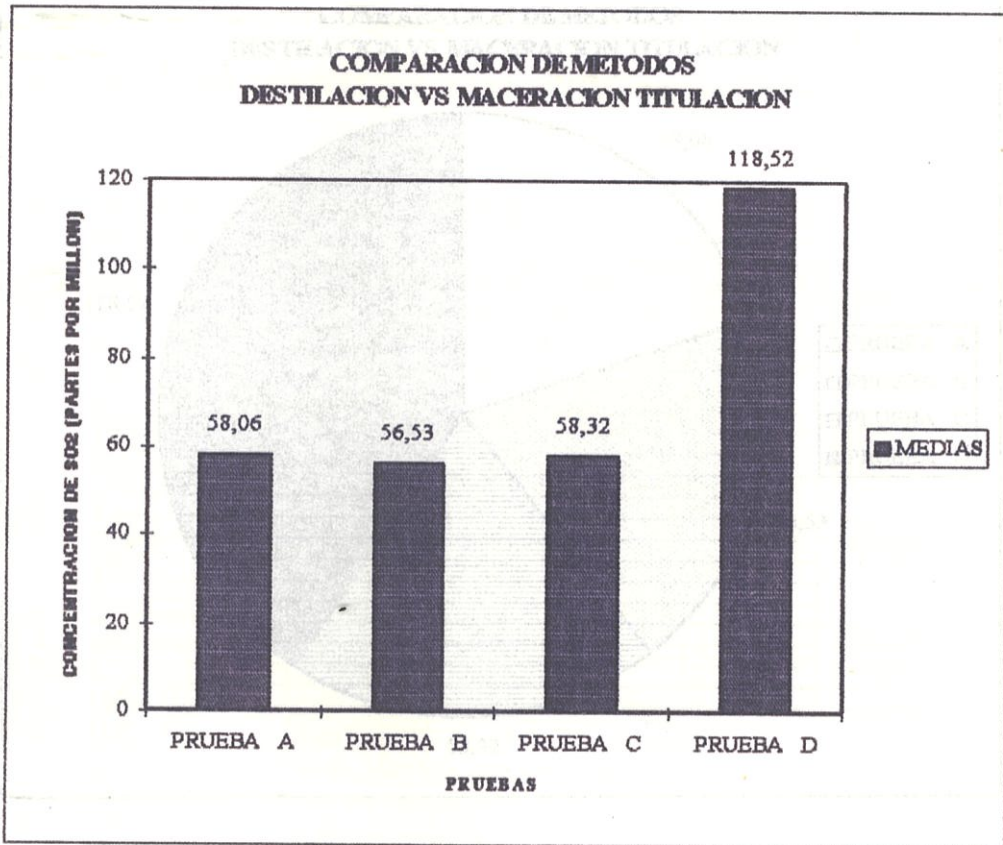


GRAFICO No. 1

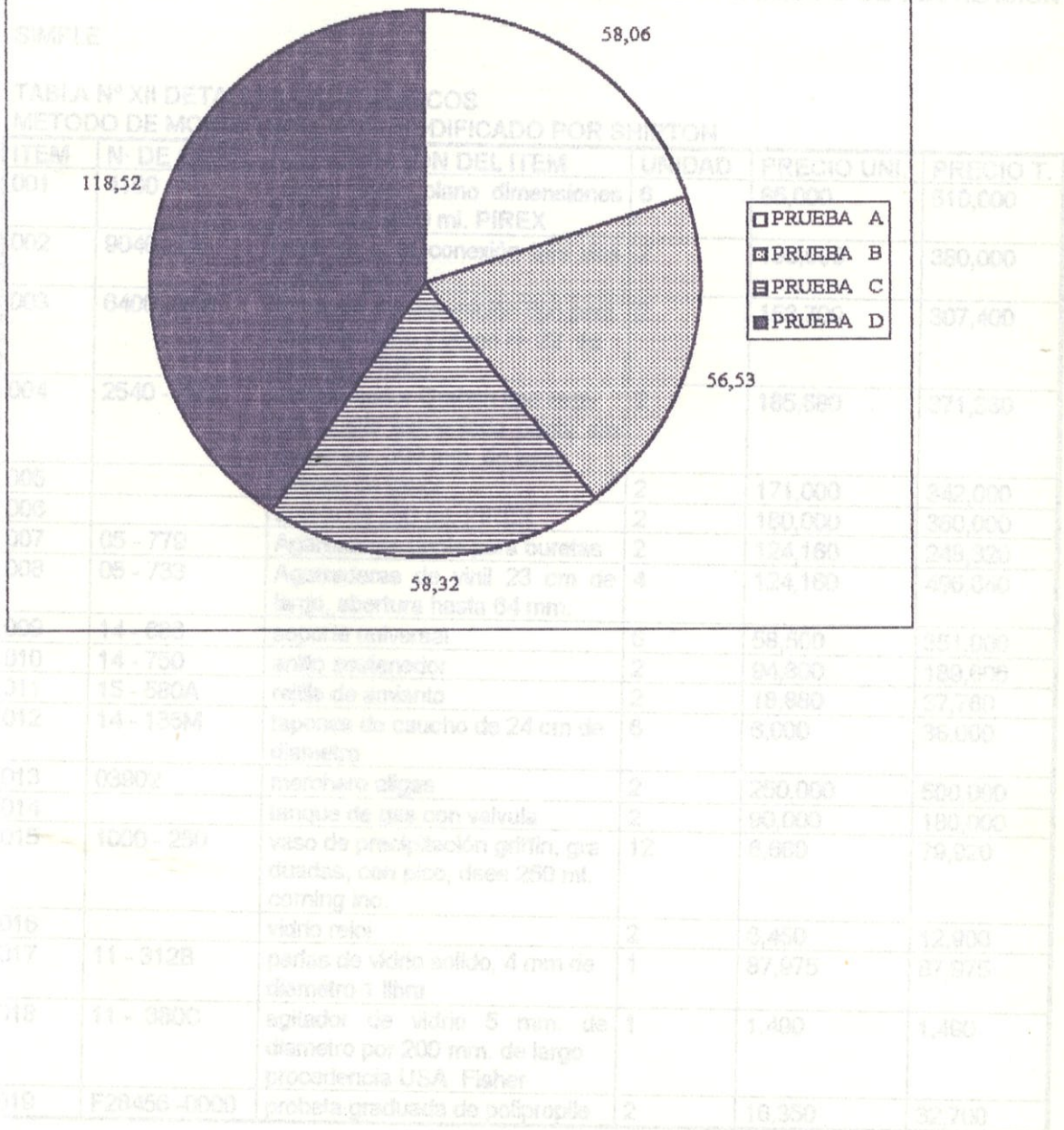


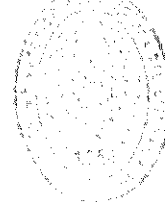


4.3 ESTUDIO ECONOMICO

GRAFICO No.2

 BIBLIOTECA
 FACULTAD DE INGENIERIA
 MARITIMA

**COMPARACION DE METODOS
 DESTILACION VS MACERACION TITULACION**




UNIVERSIDAD DE LA
GUAYANA
MARLATA

4.3 ESTUDIO ECONOMICO

A continuación realizamos un análisis económico de los costos de inversión de los equipos materiales y reactivos de cada uno de los métodos utilizados para determinar sulfitas en camarón. y luego compararemos los mismos, a fin de determinar el impacto económico.

Comenzaremos por detallar los materiales y reactivos utilizados en el EQUIPO DE DESTILACION SIMPLE.

TABLA Nº XII DETALLES ECONOMICOS
METODO DE MONIER WILLIAMS MODIFICADO POR SHIPTON

ITEM	N. DE CATAL	DESCRIPCION DEL ITEM	UNIDAD	PRECIO UNI.	PRECIO T.
001	4100 - 1L	Balon fondo plano dimensiones 24/40 de 1000 ml. PIREX	6	85,000	510,000
002	9040 - 24	tubo en u de conexión tres vias 24/40 PIREX	2	190,000	380,000
003	6400 - 250	Embudo de separación tipo pera llave de vidrio y tapon N- 22 de 250 ml. PIREX	2	153,700	307,400
004	2540 - 300	condensador Graham tipo espiral, cuello esmerilado punta sin esmerilar, 300 mm. de largo	2	185,680	371,360
005		trampa de vapor	2	171,000	342,000
006		bureta de 250 ml. PIREX	2	180,000	360,000
007	05 - 779	Agarraderas doble para buretas	2	124,160	248,320
008	05 - 733	Agarraderas de vinil 23 cm de largo, abertura hasta 64 mm.	4	124,160	496,640
009	14 - 688	soporte universal	6	58,500	351,000
010	14 - 750	anillo sostenedor	2	94,800	189,600
011	15 - 580A	rejilla de amianto	2	18,880	37,760
012	14 - 135M	tapones de caucho de 24 cm de diametro	6	6,000	36,000
013	03902	merchero allgas	2	250,000	500,000
014		tanque de gas con valvula	2	90,000	180,000
015	1000 - 250	vaso de precipitación griffin, gra duadas, con pico, deee 250 ml. corning inc.	12	6,660	79,920
016		vidrio reloj	2	6,450	12,900
017	11 - 312B	perlas de vidrio solido, 4 mm de diametro 1 libra	1	87,975	87,975
018	11 - 380C	agitador de vidrio 5 mm. de diametro por 200 mm. de largo procedencia USA Fisher	1	1,490	1,490
019	F28456 -0000	probeta graduada de polipropile	2	16,350	32,700

		no de 250 ml.			
020	2982 - 100	probeta de vidrio con tapón esca la metrica de 100 ml	1	36,270	36,270
021	16 - 649F	pipeta graduada de 10 ml.	1	4,950	4,950
022	13649F	pipeta volumetrica de 5 ml.	1	5,040	5,040
023		matraz aforado de 1000 ml.	1	56,880	56,880
024		frasco color ambar	1	8,350	8,350
025		mortero	1	85,000	85,000
026	20140	termometro de -20 a 110-C. lar- go 305 mm. H.B Instrument	1	19,100	19,100
027	SP18425	calentador agitador nuova II, su- perficie 23x21 cm, calentador 40 370-C agitación 100 - 1000 rpm. 120 v, 60 Hz	2	1'147,750	2'295,500
028	U193-460	acido clorhidrico 48% reactivo grado analitico, ACS (CDTA) certificado del consep, 2.5 lt MALLINCKRODT	1	49,590	49,590
029		yodo resublimado, 100 gr. MERCK	1	120,000	120,000
030	U193 - 460	acido acetico glacial	1	70,720	70,720
031		tiosulfato de sodio	1	140,000	140,000
032	1123 - 120	Yoduro de potasio reactivo gra- do análitico ACS Free flowing 500 gr MALLINCKRODT	1	188,750	188,750
033	P253 - 500	Yodato de potasio certificado acs 500 gr. Fisher	1	175,310	175,310
034	5516 - 500	Almidon soluble polvo, Fisher certificado acc., 500 gr	1	121,720	121,720
				SUMAN	7'902,245
				10 % ITM	790,224.5
				TOTAL S/.	8'692,469.5



BIBLIOTECA
FAC. ING.
MARIKINA

TABLA N° XIII DETALLES ECONOMICOS

Detalles económicos de los materiales y reactivos de el método TEST QUICK
MACERACION TITULACION EN FRIO

ITEM	N- CATAL	DESCRIPCION DEL ITEM	UNIDAD	PRECIO UNI	PRECIO T.
001		bureta de 50 ml. PIREX	2	180,000	360,000
002	25 - 779	agarreras doble para buretas	1	124,160	124,160
003	14 - 688	soporte universal	1	58,500	58,500
004		vasos de precipitación GRIFFIN, graduación con pico, de 250 ml Corning Inc.	12	6,660	79,920
005	11 - 380C	Agitador de vidrio 5 mm. de diametro por 200 mm. de largo de procedencia USA Fisher.	1	1,490	1,490
006	2982 -100	Probeta graduada de vidrio con escala metrica de 100 ml.	1	36,270	36,270
007		pipeta volumetrico 10 ml.	1	9,100	9,100
008		pipeta volumetrica 1 ml.	1	5,040	5,040
009		pipeta de 2 ml. graduación metri	1	4,970	4,970
010		matraz aforado de 1000 ml.	1	56,880	56,880
011		frascos color ambar de 1000 ml.	1	8,350	8,350
012	20140	termometro de -20 a 110 C. largo 305 mm. HB Instrument	1	19,100	19,100
014	5516 - 500	Almidon soluble polvo, Fisher certificado acc., 500 gr.	1	121,720	121,720
015	U193 - 460	Acido clorhidrico 48% reactivo grado analitico ACS (CDTA) certificado del consep, 2.5 lt MALLINCKRODT	1	49,590	49,590
016	1123 -120	Yoduro de potasio reactivo grado analítico ACS Free Flowing 500 gr. MALLINCKRODT	1	188,750	188,750
017	P253 - 500	Yodato de potasio certificado ACS 500 gr. Fisher	1	175,310	175,310
018		Bicarbonato de sodio 1 lb.	1	24,700	24,700
		Anaranjado de metilo 1 oz.	1	37,700	37,700
		Carbonato de Sodio. 500 g.	1	80,800	80,800
				SUMAN	1'262,350
				10 % ITM.	126,235
				TOTAL	1'388,585

BIBLIOTECA
IAC. ING.
MARITIMATABLA N° XIV DETALLES ECONOMICOS PARA LOS METODOS
Detalles económicos para el equipo de DESTILACION KJELDAHL
METODO DE MONIER WILLIAMS

ITEM	N CATAL	DESCRIPCION DEL ITEM	UNIDAD	PRECIO U	PRECIO T
001		Unidad de Kjeldahl para 6 digestores y 6 destiladores ensamblados localmente con todos los accesorios originales de labconco, con 6 balones de Kjeldahl de 650 ml. o 800 ml. Ballas de Kjeldahl tipo redondo de 48 mm. de diametro; Fiolas Erlenmeyer de 250 ml; Tubos reclaining con instalación.		29'500,000	
		REACTIVOS			
ITEM	N° CATAL	DESCRIPCION DEL ITEM	UNIDAD	PRECIO U.	PRECIO T.
002	H613-460	Acido clorhidrico 48 %, reactivo grado analitico, ACS., (CDTA) certificado del consep, 2.5 lt., MALLINCKRODT	1	49,590	49,590
003	5240-500	Peróxido de hidrogeno 30%, certificado ACS., 500 ml. MALLINCKRODT	1	82,200	82,200
004	M296-10	Metil rojo pH indicador, color cambia de rosado a amarillo, Fisher 10 gr.	1	54,070	54,070
005	8889-502004	Parafina Paraplast plus de 1 kilo, Sherwood	1	20,525	50,525
006	P243-500	Potasio hidrogeno Ftalato primario standard (acidimetric standard) (Potasio bitalato), cert. ACS. 500 gr.	1	84,870	84,870
007	A962-4	Alcohol, grado reactivo, susceptible para uso histologico, 4 lt.	1	144,550	144,550
007		hidroxido de Sodio 1 Kg.	1	104,000	104,400
008		Fenolftaleina. 100 gr.	1	81,200	81,200
				SUMAN	30'157,005
				10 % ITM.	3'015,700.
				TOTAL	33'172,705.

Por lo que concluyamos que el EQUIPO DE DESTILACION SIMPLE no representa un impacto económico para las pequeñas empresas exportadoras de camarón.

TABLA N° XV RESUMEN DE COSTOS PARA LOS METODOS**RESUMEN DE COSTOS**

METODOS	EQUIPOS	COSTOS
MONIER WILLIAMS MODIFICADO POR SHIPTON	DESTILACION SIMPLE	S/. 8'692,429.5
TEST QUICK MACERACION TITULACION EN FRIO	TITULACION	S/. 1'047,255
MONIER WILLIAMS	KJELDAHL	S/. 33'172,705.5

Quedando descartado el método de test quick maceración titulación en frío por su deficiencia en la exactitud de las concentraciones de SO₂ en muestras de camarón, demostrado por nuestro estudio.

Nos queda comparar los costos entre los otros 2 métodos en que no se haya diferencias significativas.

En la tabla N° XV resumen de costos.

Nos podemos dar cuenta que el método MONIER WILLIAMS modificado por SHIPTON cuyo EQUIPO DE DESTILACION SIMPLE presenta un costo de S/. 8'692,429.5 es 3,81 veces menor que el EQUIPO KJELDAHL método de MONIER WILLIAMS.

Por lo que consideramos que el EQUIPO DE DESTILACION SIMPLE no representa un impacto económico para las pequeñas empresas exportadoras de camarón.

A CONTINUACION PRECIOS DE CAMARON:

1.- COLAS DE CAMARON

TAMAÑOS	FOB GYE X LB.
16/20	US \$ 7.65
21/26	7.30
26/30	6.65
31/35	5.55
36/40	4.80
41/50	3.65
51/60	3.05
61/70	2.65
71/90	2.30
91/110	2.00

EMPAQUE:

CAJAS DE 5 LBS. (PARAFINADAS)

CARTON MASTER DE 50 LB.

2.- CAMARON CON CABEZA

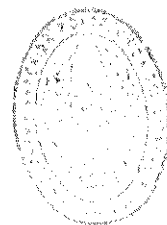
TAMAÑOS	FOB GYE X KL.
40/50	US \$ 9.60
50/60	8.60
60/70	7.40
70/80	7.00
80/100	6.30
100/120	5.75

120/140	5.30
140/160	5.10

EMPAQUE:

CAJETAS 2 KLS. NTS.

MASTER 20 KLS. NTS.



BIBLIOTECA
FAC. ING.
MATERNA

Dependiendo del cliente importador, se determina el porcentaje de cada clasificación para envío del producto por contenedor. Por lo general el 10 % del producto clasificación 80 - 100 es requerido cubriendo el 100 % las demás clasificaciones solicitadas.

De 800 masters que entran en un contenedor el 10% (80 masters) clasificación (80 - 100) cuyo precio es 6.3 FOB GYE KI. resultaría el precio del 10% del producto de un contenedor en 10,080 dolares es decir S/. 25'704,000 millones de sucres excluyendo el flete y el seguro (precio dolar = 2,550 sucres).

Asumiendo que no se de un adecuado tratamiento químico al 10 % de este contenedor esto es a 1600 kilos de camarón clasificación (80 - 100), lo cual determina el rechazo del producto se estaría perdiendo S/. 25'700,000 en una sola clasificación en un solo contenedor, es decir 3,2 veces el costo del equipo sin considerar que se pone en riesgo la totalidad de las clasificaciones del producto, en un contenedor.

Por lo tanto es justificada la inversión en equipos sofisticados de análisis químico para determinar concentraciones de preservantes químicos utilizados para conservar el camarón.

Indudablemente la compra del equipo no crearía un impacto económico fuerte, al contrario, incrementaría el rendimiento económico de la producción en las empresas exportadoras de camarón.

CAPITULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 CONCLUSIONES

Despues de haber realizado el estudio comparativo de los métodos para determinar dióxido de azufre (SO₂) y haber analizado sus resultados . Hemos llegado a las siguientes conclusiones.

Las condiciones experimentales fueron satisfactorias ya que prácticamente cumplimos a cabalidad con lo que se había planificado.

Para efecto de nuestro estudio trabajamos con cuatro pruebas para los 3 métodos de análisis de SO₂ los cuales son los siguientes:

PRUEBA A EI METODO MONIER WILLIAMS EN EL EQUIPO KJELDAHL

como nuestro método patrón (control) Metodo Oficial de Analisis por la (A.O.A.C.) Asociación de Químicos Analistas Oficiales. Registro Federal Part V, 21 CFR. Part 101.

PRUEBA B. Se ha trabajado con el sistema de reactivos de la PRUEBA C, en el equipo de destilación KJELDAHL. A fin de dar las mismas condiciones a ambos métodos tanto al MONIER WILLIAMS como al de MONIER WILLIAMS MODIFICADO POR SHIPTON.

PRUEBA C. METODO DE MONIER WILLIAMS MODIFICADO POR SHIPTON EN EL EQUIPO DE DESTILACION SIMPLE.

PRUEBA D. METODO TEST QUICK MACERACION TITULACION EN FRIO

De esta manera se ha obtenido resultados para las cuatro pruebas.

Para cada una de las pruebas se han realizado análisis por duplicado en muestras de clasificación (80 - 100) reportándose el promedio.

Nuestro diseño experimental fue completamente aleatorio, muestreo al azar, para lo cuál analizamos 27 muestras por cada prueba. Se realizó un total de 216 análisis químico.

Resolvimos el diseño experimental con un análisis de varianza de dos vía (ANOVA), la misma que determinó que hay diferencias significativas entre los métodos con un nivel de significancia de 0,01

Para determinar cuál método difiere de los otros métodos. Sometimos las medias de las cuatro pruebas a las PRUEBAS DE COMPARACIONES MULTIPLES DE STUDENT NEWMANS KEULS Dando como resultado que no hay diferencias significativas entre las tres primeras pruebas (A, B, C.), mientras que para la prueba D METODO TEST QUICK MACERACION TITULACION EN FRIO si hay diferencias significativas.

Por lo que se concluye que el METODO TEST QUICK MACERACION TITULACION EN FRIO es significativamente inferior a cualquiera de los otros métodos. Con un nivel de significancia de 0,01

Y tanto el método MONIER WILLIAMS realizado en el equipo KJELDAHL como el método de MONIER WILLIAMS MODIFICADO POR SHIPTON realizado en el equipo de DESTILACION

SIMPLE, tienen el mismo principio la destilación, por lo que determinan la concentración de SO_2 en el producto de una manera eficiente y segura.

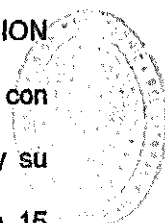
2.- El tiempo es un factor preponderante en la determinación de dióxido de azufre, debido a que el procesamiento del camarón en las empresas es continuo, se hace necesario determinar la concentración de dióxido de azufre con la rapidez y precisión del caso.

Por lo tanto es importante señalar que el factor tiempo es el que hace determinar que el METODO MONIER WILLIAMS MODIFICADO POR SHIPTON utilizado en el equipo de DESTILACION SIMPLE sea el método más propicio en la determinación de SO_2 , logrando resultados eficientes con la rapidez y precisión, debido a su calentamiento directo con la llama del mechero a gas y su valoración simultanea con yodo conforme se va destilando la muestra, empleando de 12 a 15 minutos en la realización del análisis obteniendo un volumen de destilado total de 150 ml.

3.- El costo de inversión de equipos materiales y reactivos para el método de MONIER WILLIAMS MODIFICADO POR SHIPTON en el equipo de DESTILACION SIMPLE es 3,81 veces menor que el equipo KJELDAHL como lo demuestra el estudio económico realizado.

Por lo que no se considera un impacto económico fuerte para las pequeñas empresas exportadoras de camarón.

4.- Es muy importante conocer el nivel de dióxido de azufre (SO_2), contenido en el producto tanto fresco (después de la inmersión), como después del congelado, pues durante la congelación se produce desulfitación y, puesto que las normas internacionales y organizaciones con el FDA (Food and Drug Administration) permiten un máximo de 100 ppm de SO_2 en el producto. Debido a esto se hacen precisos los métodos de determinación de dióxido de azufre.



BIBLIOTECA
NACIONAL
EQUATORIANA

5.- Además de realizar pruebas para el método test quick maceración titulación en frío en un tiempo igual 10 minutos como indica la técnica, realizamos pruebas a diferentes tiempos como son: 20 y 30 minutos de maceración de una misma muestra, para determinar SO_2 en camarón. No obstante no se tomaron en consideración para un análisis estadístico dado que reportaba valores extremadamente elevados

6.- El objetivo de nuestro estudio no era determinar los tiempos de inmersión que requiere el producto en el tratamiento químico, ya que los tiempos de inmersión depende de la clasificación (tamaño) que se está tratando, pues un producto de tamaño pequeño necesita menor tiempo de inmersión, no así el de mayor tamaño. Tampoco estuvo al alcance de nuestra investigación determinar el grado de dilución de la concentración de SO_2 que presenta el producto una vez que llega a la empacadora, y después de congelación.

5.2 RECOMENDACIONES

Se sugiere que las camaroneras cuenten con una infraestructura acorde para la realización del

1.- Al momento de realizar el análisis de SO_2 se recomienda no olvidar abrir la llave para que circule el agua a través del condensador del equipo de DESTILACION SIMPLE, como para el sistema del equipo KJELDAHL, ya que de lo contrario existiría un sobrecalentamiento en el sistema de los terminales haciendo que se pierda SO_2 por el escape de gas, en el beaker y la fiola de recepción respectivamente, evitando así accidentes y la pérdida de nuestro análisis.

2.- Se recomienda tener todas las precauciones del caso, cuando se este trabajando con acidos, como por ejemplo.

trabajar dentro de la sorbona, no hablar mientras se trabaja, evitando la inhalación del ácido (corrosivo e irritante) tener mucho cuidado de no derramar el ácido, si se llega al contacto con la piel lavese inmediatamente con abundante agua y jabón.

3.- Se recomienda profundizar el estudio en cuanto al tiempo de inmersión del producto en el tratamiento químico para diferentes clasificaciones (tamaños), como también determinar el grado de dilución que presenta el producto cuando llega a la empacadora, despues del procesamiento y luego del congelado.

4.- Se recomienda utilizar el METODO DE MONIER WILLIAMS MODIFICADO POR SHIPTON con el equipo de DESTILACION SIMPLE, para la realización del estudio de tiempo de inmersión del producto en el tratamiento químico, y del grado de dilución del mismo en la camaronera. Por ser un equipo versatil, de bajo costo, y por las facilidades de traslado, instalación, montaje y funcionamiento..

5.- Se sugiere que las camaroneras cuenten con una infraestructura acorde para la realización del tratamiento químico, teniendo una clara idea de obtener un producto de buena calidad



BIBLIOTECA
FAC. ING.
MARITIMA

APENDICES

APENDICES

APENDICE I

MÉTODOS DE EXPRESAR LA CONCENTRACION DE UNA SOLUCION

Hay varias unidades cuantitativas para la concentración. Esta se puede designar en unidades físicas, o sea, en tanto por ciento de la solución, o se puede expresar en función de unidades químicas, en soluciones molares y normales.

SOLUCION EN PORCENTAJE (O PORCIENTO) EN MASA

Este método expresa la concentración como el porcentaje de soluto en una masa dada de solución. Para una determinada masa de solución, un determinado por ciento de la solución es soluto. Supóngase que se toma una botella de los reactivos que dice " hidróxido de sodio, NaOH, 10% ". Esto significa que por cada 100 gramos de esa solución, 10 g. serán de NaOH, y 90 g. serán de agua. (nótese que la cantidad de solución es 100 g. y no 100 ml.). Podríamos tener también esta concentración disolviendo 2.0 g. de NaOH en 18 g. de agua. Las concentraciones en porcentaje de masa son las que más se usan para los sólidos disueltos en líquidos.

$$\text{PORCIENTO EN MASA} = \frac{\text{g. (soluto)}}{\text{g. (soluto) + g. (solvente)}} \times 100$$

$$\text{PORCIENTO EN MASA} = \frac{\text{g. (soluto)}}{\text{g. (solución)}} \times 100$$

A medida que la instrumentación química se desarrolla, nuestras posibilidades de medir concentraciones de diluciones diluidas también avanzan. En vez de porcentaje en masa, con frecuencia se emplean partes por millón (ppm)

$$\text{partes por millón} = \frac{\text{g. (soluto)}}{\text{g (soluto) + g. (solvente)}} \times 100,000$$

Normalmente, los contaminantes en el aire y en el agua, los medicamentos (o las drogas) en el organismo humano y los residuos de pesticidas son algunas de las sustancias cuya concentración se mide en partes por millón.

Se debe notar que la concentración expresada como por ciento en masa es independiente de la fórmula del soluto.

PORCIENTO (O PORCENTAJE) EN MASA SOBRE VOLUMEN (m/v)

Este método expresa la concentración como gramo de soluto por 100 ml. de solución. Con este sistema, una solución de glucosa al 10% (m/v) se prepara disolviendo 10 g. de glucosa en agua, diluyendo a 100 ml. y mezclando. También, la solución al 10% (m/v) se podría preparar, diluyendo 20 g a 200 ml, 50 a 500 ml, y así sucesivamente. Desde luego, se puede usar cualquier otro grado de dilución adecuado.

$$\text{porcentaje en (masa / volumen)} = \frac{\text{g. (soluto)}}{\text{ml. (solución)}} \times 100$$

PORCIENTO (O PORCENTAJE) EN VOLUMEN

Las soluciones que se preparan con dos líquidos con frecuencia se expresan en porcentaje en volumen con base en soluto. El porcentaje en volumen es el volumen de un líquido en 100 ml. de solución. La etiqueta de un frasco de alcohol ordinario dice " alcohol isopropílico, 70% en volumen ". Esta solución puede prepararse mezclando 70 ml. de alcohol con agua para hacer un volumen total de 100 ml. No se pueden utilizar 30 ml. de agua porque los dos volúmenes (30 ml. y 70 ml.) no necesariamente son aditivos.

$$\text{porcentaje en volumen} = \frac{\text{Volumen del líquido en cuestión}}{\text{Volumen total de la solución}} \times 100$$

Se emplea el porcentaje en volumen para expresar la concentración de alcohol en las bebidas y otras soluciones.



MOLARIDAD

Una solución 1 molar, abreviado 1 M, se define como aquella que contiene una mol de soluto por litro de solución:

$$\text{molaridad (m)} = \frac{\text{moles de soluto}}{\text{volumen de solución en litros}}$$

Para determinar la molaridad de una solución, se necesita conocer la cantidad de soluto en moles y volumen total de la solución. La adición de una mol de soluto a un litro de disolvente, no da necesariamente una solución 1M el volumen final puede no ser un litro. Es por lo tanto importante notar que la definición de solución molar se refiere a los moles de soluto contenidos en cada litro de solución final, la que resulta de la mezcla de soluto y disolvente.

Se usan matraces calibrados para un determinado volumen a determinada temperatura para preparar soluciones de la concentración deseada. Estos matraces volumétricos o aforados, tienen una marca de calibración en el cuello para indicar con exactitud el volumen medido. La molaridad se basa en un volumen también lo hace (1000 ml de agua a 20°C. = 1001 ml a 25°C.).

Supóngase que deseamos preparar 500 ml de una solución 1 M. Tal solución puede prepararse calculando la masa de 0.5 mol del soluto y diluyendo con agua en un matraz aforado de 500 ml (0.5 L.). La molaridad será:

$$M = \frac{0.5 \text{ mol (soluto)}}{0.5 \text{ L. (solución)}} = 1 \text{ molar}$$

Si reparamos en una balanza que no está calibrada en moles, sino en gramos, podemos incorporar los gramos en la fórmula de la molaridad. Lo haremos con la relación:

$$\text{moles} = \frac{\text{gramos de soluto}}{\text{masa molar}}$$

Sustituyendo la relación en nuestra expresión para la molaridad, obtenemos:

$$M = \frac{\text{g. (soluto)}}{\text{masa molar (soluto) x L. (solución)}}$$

$$M = \frac{\text{gramos}}{\text{masa molar por litro}}$$

Podremos determinar ahora la masa de cualquier cantidad de soluto con fórmula conocida, diluida a cualquier volumen, y calcular la molaridad de la solución mediante la fórmula anterior.

APENDICE II

PREPARACION DE LOS REACTIVOS PARA LA DETERMINACION DEL RESIDUAL DE METABISULFITO (SO₂)

PREPARACION DE LA SOLUCION DE TIOSULFATO DE SODIO 0,05 N.

Reactivos:

S₂O₃Na₂ · 5H₂O (Q. P.) tiosulfato de sodio pentahidratado (quimicamente puro)

IK yoduro de potasio

CO₃Na₂ (Q.P. - R. A.) carbonato de sodio (reactivo para análisis)

IO₃K yodato de potasio

ClH 1 N. ácido clorhídrico

Cálculos:

Para 1 litro

P.m. 246,648-

$$\text{Equivalente gramo} = \frac{246.648}{1} = 246,648$$

$$\text{Miliequivalente g} = \frac{246.648}{1000} = 0,24668$$

MASA NECESARIA REQUERIDA

$$g = V \times N \times \text{Meq}$$

$$g = 1000 \times 0.05 \times 0.24668$$

$$g = 12.33 \text{ mg}$$

$$g = 12.33 \text{ gramos}$$

Como el S₂O₃Na₂ es sustancia fácilmente oxidable por diversas causas, aire, etc. por eso pesar algo más de lo calculado en este caso alrededor de 14 gramos se coloca en un beaker más 0,200 g de CO₃Na₂, se añade agua destilada se agita para disolver y se transfiere esta solución

cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1 litro donde se enrasa, se tapa se mezcla para homogenizar.

NORMALIZACION DE LA SOLUCION DE TIOSULFATO DE SODIO

La SPTP IO_3K R.A. (La sustancia patrón tipo primario yodato de potasio. reactivo para análisis) es la que sirve de contraste la facilidad de su secado por ser una sustancia muy estable en altas $T^\circ\text{C}$. a 150 - 200 sin descomponerse luego de este secado la sustancia se enfriara en desecador adecuado.

Calculos:

Para 25 ml.

$$\text{P.m. } 214,0064 = 214$$

$$\text{Equivalente gramo} = \frac{214}{6} = 35.66$$

$$\text{Millequivalente gramo} = \frac{35.666}{1000} = 0,0357$$

MASA NECESARIA REQUERIDA

$$g = V \times N \times \text{Meq}$$

$$g = 25 \times 0.05 \times 0.0357$$

$$g = 0.0446 \text{ mg.}$$

$$g = 0.0446 \text{ gramos}$$

Pesamos 0.0446 g. y colocamos en una fiola lo disolvemos con 50 ml. de agua destilada recientemente hervida y enfriada agitamos hasta disolución y agregamos 1,5 g de IK, se agita para disolver y de inmediato acidificamos el medio con 10 - 15 ml. de solución de CIH 1N. Mezclamos perfectamente tapamos la fiola con tapa esmerilada y dejamos en reposo en la oscuridad por 10 minutos para que libere el yodo.



BIBLIOTECA
NAC. IND.
MEXICANA

Luego de éste tiempo se valora el yodo liberado dejando caer desde la bureta cantidad suficiente de solución estándar de $S_2O_3Na_2$ 0.05 N. aproximadamente hasta que la solución adquiera un color ligeramente amarillento y en ese momento se añaden 2 ml. de solución de almidón al 1% y se continúa valorando con solución de tiosulfato de sodio anterior, hasta que ocurra la decoloración del azul precedente que será el punto final.

Calculos:

$$\text{Consumo} = 21,66$$

$$\text{Normalidad} = \frac{0.0446}{21,66 \times 0,03567}$$

$$\text{Normalidad} = 0,0578267 \text{ del tiosulfato de sodio}$$

VALORACIONES

PESO	CONSUMO	NORMALIDAD
1.- 0,0450	22,9 ml.	0,0546009
2.- 0,0447	20,5 ml.	0,0609927
3.- 0,0449	21,6 ml.	0,0578865

Promedio consumo = 21,66 ml. Promedio normalidad = 0,0578267

PREPARACION DE LA SOLUCION DE YODO 0.05 N.

Reactivos:

Yodo resublimado (R.A.)

IK (R.A.)

Solución de almidón al 1 %

$S_2O_3Na_2$ 0.05 N. Solución tipo secundario

$\text{CH}_3 - \text{COOH}$ glacial (R.A.) ácido acético glacial (reactivo para análisis)

Calculos:

Para 1 litro

P.m. 126,9844

$$\text{Equivalente gramo} = \frac{126.9844}{1} = 126.9844$$

$$\text{Miliequivalente gramo} = \frac{126.9844}{1000} = 0.1269844$$

MASA NECESARIA REQUERIDA

$$g = V \times N \times \text{Meq}$$

$$g = 1000 \times 0.05 \times 0.127$$

$$g = 6,35 \text{ mg.}$$

$$g = 6,35 \text{ gramos}$$

Pesar alrededor de 8 gramos de yodo y colocamos en un beaker donde se encuentra unos 15 ml. de solución que contiene unos 22 gramos de IK se mezcla perfectamente hasta lograr la disolución total luego se trasvasa cuantitativamente en un matraz de 1 litro con agua destilada se lleva a enrase más 2 a 3 gotas de CIH concentrado, envasar en frasco color ambar.

La solución de yodo recientemente preparada se estandariza contrastandola frente a una solución estándar de $\text{S}_2\text{O}_3\text{Na}_2$ 0.05 N.

NORMALIZACION DE LA SOLUCION DE YODO 0.05 N.

Medir una determinada cantidad de solución de yodo (25 ml) 0.05 N. aproximadamente y colocamos en una fiola, diluimos con 50 ml. de agua destilada acidificamos con 1 ml. de ácido acético glacial, mezclamos y titulamos agregando desde la bureta $\text{S}_2\text{O}_3\text{Na}_2$ hasta el color levemente amarillo en este momento agregamos 1 ml. de solución indicadora de almidón al 1% con lo que la

solución tornara azul y proseguimos la titulación con el tiosulfato de sodio hasta justa decoloración que señala el punto final.

Calculos:

$$\text{Consumo} = \frac{21.66 \text{ ml.} \times 0.0578267}{23}$$

$$\text{Normalidad} = 0,0544603 \text{ de yodo}$$

VALORACIONES

CONSUMO	NORMALIDAD
1.- 23,2 ml.	0,0539882
2.- 22,8 ml.	0,0549353
3.- 23,0 ml	0,0544576
Promedio = 23 ml.	Promedio normalidad = 0,0544603

PREPARACION, VALORACION Y CALCULO DE LA SOLUCION DE ACIDO CLORHIDRICO 1 N.

Reactivos:

ClH (Q.P.)

CO₃Na₂ (Q.P.)

Indicador solución anaranjado de metilo

al 0.1% solución acuosa.

Calculos:

Para 1000 ml.

Concentración 37%

Densidad 1.19

$$V = \frac{P. m.}{\text{conc.} \times \text{Dens.}} = \frac{36.5}{0.37 \times 1.19}$$

V = 82 ml. ClH



BIBLIOTECA
DEL ING.
DE MATERIA

82 ml de ClH sería para 1000 ml. de solución normal

En una fiola se agrega la mitad de agua destilada a emplear, luego se adiciona 82 ml. de ClH concentrado. Se agita y se enrasa hasta la línea de aforo. Para estandarizar la solución, se prepara una solución patrón de CO_3Na_2 .

PREPARACION DE LA SOLUCION DE CARBONATO DE SODIO CO_3Na_2 1 N.

La solución de ácido clorhídrico 1 N. aproximadamente que se preparó necesita ser estandarizada para lo cual se utiliza como contraste la SPTP CO_3Na_2 (Q.P.)

Calculos:

Para 25 ml.

$$\text{P.m. } 105,993 = 106$$

$$\text{Equivalente gramo} = \frac{106}{2} = 53$$

$$\text{Miliequivalente gramo} = \frac{53}{1000} = 0.053$$

MASA NECESARIA REQUERIDA

$$g = V \times N \times \text{Meq.}$$

$$g = 25 \times 1 \times 0.053 = 1.325$$

$$g = 1.325$$

El CO_3Na_2 se encuentra puro, sin ninguna molécula de agua. Es conveniente secar una cantidad aproximada del peso que se va a utilizar, utilizando una estufa a 100 - 130 °C. Se deseca por 15 minutos y luego se enfría en un desecador por 20 a 30 minutos. Para preparar 25 ml. de solución de CO_3Na_2 1N. Se pesan 1,325 en una fiola y se disuelve con 50 ml. de agua destilada.

NORMALIZACION DE LA SOLUCION DE ACIDO CLORHIDRICO 1 N.

Tomar la solución 1N. de CO_3Na_2 + 5 gotas de anaranjado de metilo. Se mezcla por rotación. La solución es amarilla. Se valora con el ácido clorhídrico 1 N. contenido en la bureta hasta obtener el punto final que es el cambio de color de amarillo a anaranjado canela. (anotar los ml. gastados).

Efectuar los cálculos para obtener el factor de corrección.

CALCULO PARA DETERMINAR LA NORMALIDAD DEL ACIDO CLORHIDRICO 1 N.

$$\text{Consumo} = N = \frac{\text{g. de } \text{CO}_3\text{Na}_2}{V \text{ cons. x Meq del } \text{CO}_3\text{Na}_2}$$

FACTOR DE CORRECCION

$$\text{Factor de corrección} = \frac{V.T.}{V.P.} = \frac{25 \text{ ml.}}{25.35 \text{ ml.}}$$

$$\text{Factor de corrección} = \frac{25}{25.35} = 0.98619$$

Se consumió 25.35 ml. de ácido clorhídrico (volumen práctico). El volumen teórico sera los 25 ml. de CO_3Na_2 que se preparó en base al volumen de 25 ml. En la fórmula.

CORRECCION DE LA NORMALIDAD DEL CIH 1 N.

Como se consumo 25,35 ml. de CIH 1N. se necesitarán 0,35 ml de CIH para hacerlo aproximadamente 1 N.

VALORACIONES

Valoraciones del ácido clorhídrico 1 N.

Milliequivalente de el $\text{CO}_3\text{Na}_2 = 0.053$

PESO CO_3Na_2	CONSUMO CIH	NORMALIDAD	PROMEDIO
1.- 1,3215	25,1 ml.	0,99338	cons. = 25,35

2.- 1.3257 25.6 0.97708 N. = 0.9852

$$\text{Factor de corrección} = \frac{25}{25.35} = 0.98619$$

Volumen a agregar de CIH = 25 - 25.35 = 0.35 ml. CIH

Valoración del ácido clorhídrico luego de la corrección

PESO	CONSUMO CLH	NORMALIDAD	PROMEDIO
3.- 1.3251	24.09	1.0378533	N = 1.04506658
4.- 1.3385	24	1.0378533	

PREPARACION DE LA SOLUCION DE ALMIDON AL 1%

Se pesan 20 gramos de almidón y se lo suspende en un beaker luego se calienta agua destilada hasta ebullición, cuando la temperatura llegue a 60 - 65°C. se agrega al beaker para que disuelva el almidón se agita con un agitador hasta disolver totalmente y enrasamos a 200 ml. con agua destilada y luego se disuelve totalmente con el agitador. Preparada dicha solución tomamos una alícuota de 5 ml. con una pipeta volumétrica y colocamos en un beaker y le agregamos agua destilada hasta un volumen de 50 ml. Con esta dilución queda preparada la solución de almidón al 1 %. se enfria y se guarda en el refrigerador en el interior de un frasco de vidrio herméticamente cerrado.

PREPARACION, VALORACION Y CALCULO DEL HIDROXIDO DE SODIO 0.01 N.

El Na(OH) es una sustancia higroscópica y no es posible si no se trabaja con rapidez hacer una pesada correcta, además no siempre se encuentra puro sino con mezclas alcalinas de carbonatos, recomendándose por estas razones, pesar algo más de lo calculado para la normalidad y el volumen indicado.

Reactivos:

Na(OH) (Q.P.) hidróxido de sodio

Indicador fenolftaleína en solución alcohólica al 1%

Phalato ácido de potasio

Calculo:

Para 1000 ml.

P.m. 40

$$\text{Peso equivalente gramo} = \frac{40}{1} = 40 \text{ gramos}$$

$$\text{Millequivalente gramo} = \frac{40}{1000} = 0.040 \text{ g.}$$

MASA NECESARIA REQUERIDA

$$g = V \times N \times \text{Meq}$$

$$g = 1000 \times 0.01 \times 0.040 = 0.400 \text{ g.}$$

$$g = 0.400 \text{ g.}$$

Pesamos 0.400 g. de Na(OH) y se lo coloca en un beaker apropiado y procedemos a su disolución añadiendo de 30 a 40 ml. de agua destilada libre de CO₂ producida la disolución la trasvasamos cuantitativamente a un matraz de 1000 ml. y allí procedemos a enrasar al volumen correspondiente añadiendo cantidad suficiente de agua destilada.

NORMALIZACION DE LA SOLUCION DE Na(OH) 0.01 N.

Se prepara una solución de phalato ácido de potasio (PHK) (HOCO₆H₄COOK) P.m. 204,102

La sustancia patrón tipo primario SPTP. Phalato ácido de potasio es secado en la estufa a una temperatura de 110 - 110°C. por 2 horas luego se lo enfria en un desecador.

La normalización del Na(OH) 0.01 N. se lo estandariza frente a la SPTP de (PHK)

Calculo:

Para 25 ml.

P.m. = 204.102



SECRETARÍA
DE INVESTIGACIONES
CIENTÍFICAS

$$\text{Peso equivalente gramo} = 204.102$$

$$\text{Miliequivalente mg.} = 0.204$$

MASA NECESARIA REQUERIDA

$$g = V \times N \times \text{Meq}$$

$$g = 25 \times 0.01 \times 0.204 = 0.05 \text{ gramo}$$

$$g = 0.05 \text{ mg.}$$

Se pesa entonces 0.05 gramos , disolver en agua destilada libre de CO₂ a continuación se añade 3 gotas de fenolftaleína y procedemos a valorar dejando caer desde una bureta cantidad suficiente de Na(OH) 0.01 N. aproximadamente, agitando constantemente hasta que se produzca el punto final que viene señalado por la aparición de un color rosado permanente que persiste por 20 segundos se anota los calculos y se determina la normalidad adecuada.

CALCULO PARA DETERMINAR LA CONCENTRACION DEL HIDROXIDO DE SODIO 0.01 N.

$$\text{Consumo Na(OH)} = 25.3 \text{ ml.} \quad (\text{consumo ideal } 24 - 25 \text{ ml.})$$

$$\text{NORMALIDAD} = \frac{\text{Peso del thalato ácido de potasio}}{\text{Cons (NaOH)} \times 0.204102}$$

$$\text{NORMALIDAD} = \frac{0.05280}{25.3 \text{ ml.} \times 0.204102}$$

$$\text{NORMALIDAD} = 0.01023$$

VALORACIONES

PESO (g) (PHK)	Cons (NaOH) ml.	NORMALIDAD	PROMEDIO
1.- 0.0505	24	0.0103093	Cons = 25.3 ml.
2.- 0.0551	26.6	0.0101489	N = 0.0102291

PREPARACION DE LA SOLUCION DE EL IODURO IODATO DE BICARBONATO

Reactivos:

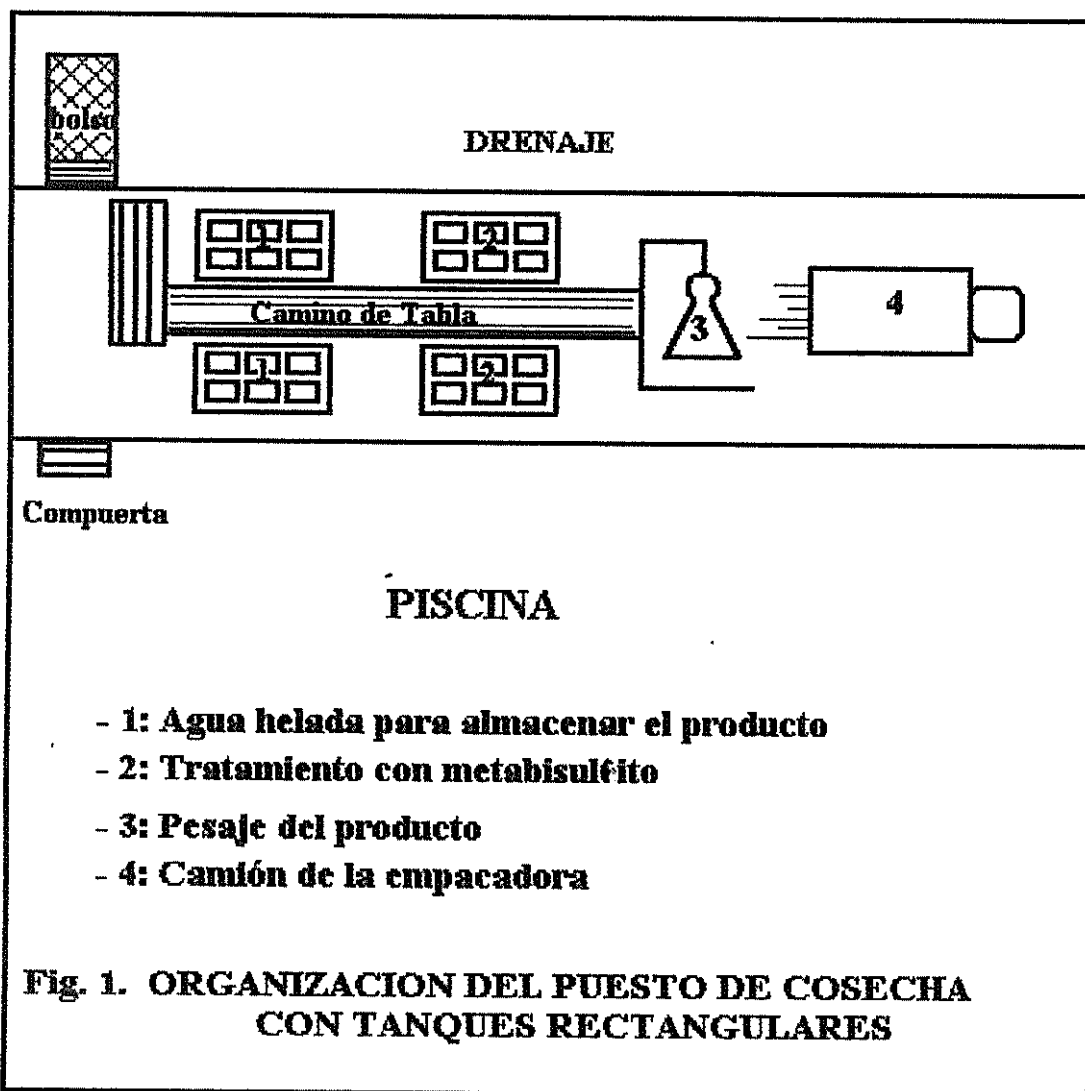
iodato de potasio	$\text{IO}_3\text{K} = 0.45 \text{ g.}$
carbonato acido de sodio	$\text{CO}_3\text{NaH} = 0.31 \text{ g.}$
yoduro de potasio	$\text{IK} = 4.35 \text{ g.}$

Se pesa 0.45 g. de IO_3K y se trasvasa en un beaker de 250 ml. Se disuelve con 100 ml. de agua destilada libre de CO_2 . A dicha disolución se le adiciona los 0.31 g. de CO_3NaH y finalmente 4.35 g. de IK . Todo este conjunto de reactivos que forman esta solución lo enrasamos a un matraz volumétrico de 1000 ml. tapamos con tapón esmerilado y agitamos vigorosamente, con lo cual queda preparada la solución. y guardamos en frasco color ambar herméticamente cerrado y en refrigerador.

INDICADORES

- 1.- rojo de metilo.- 0.1 g. de rojo de metilo y 60 ml. de alcohol etílico en una fiola de 100 ml., agitar y añadir H_2O destilada hasta completar 100 ml.
- 2.- Fenolftaleína.- 1 g. de fenolftaleína y 60 ml. de alcohol etílico en una fiola de 100 ml. y completar con H_2O destilada hasta 100 ml.
- 3.- Anaranjado de metilo.- 0.1 g de anaranjado de metilo y 60 ml. de alcohol etílico, en una fiola de 100 ml., agitar y añadir agua destilada, hasta 100 ml.

APENDICE III





BIBLIOTECA
NACIONAL
UNIVERSIDAD DE CHILE

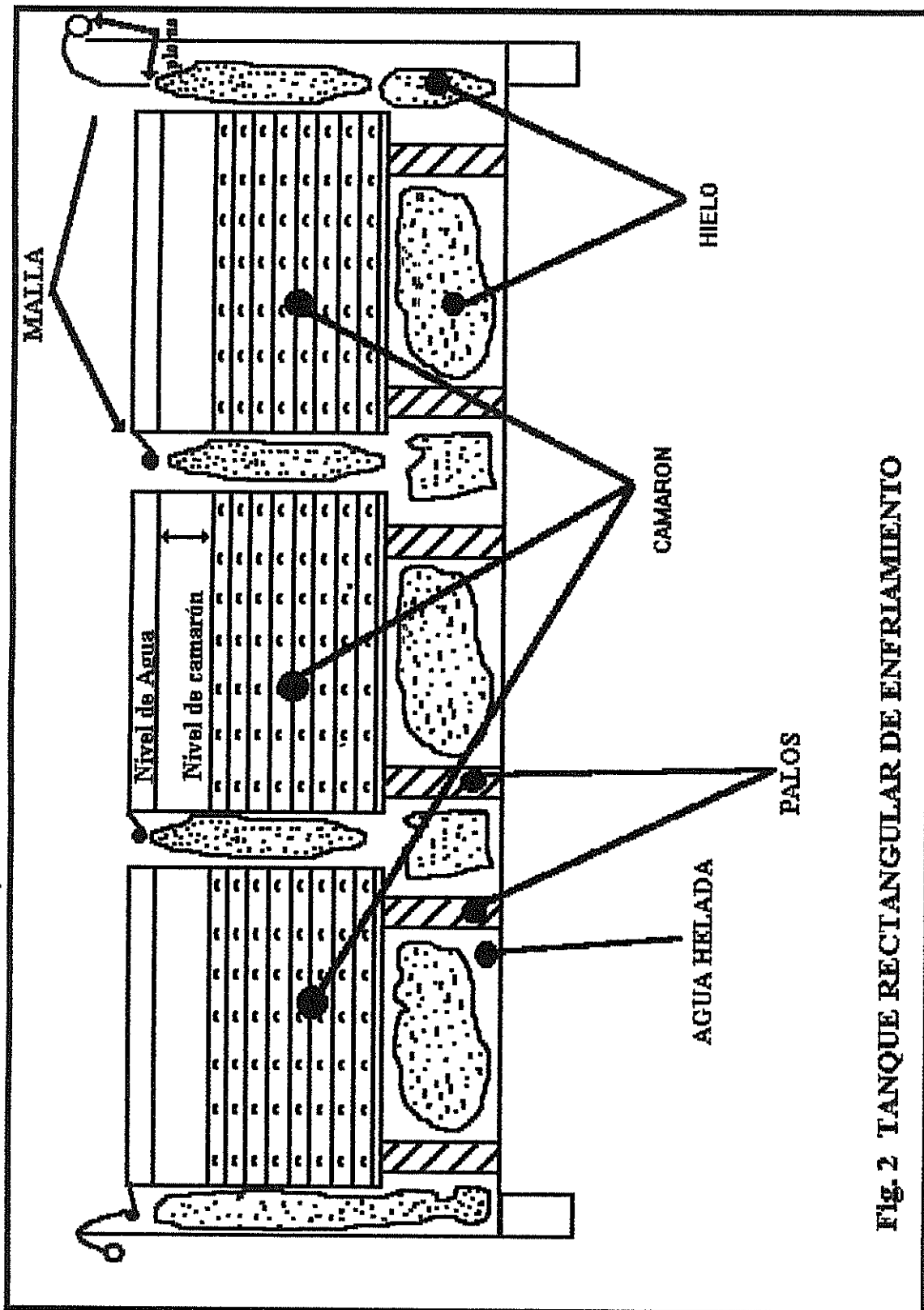
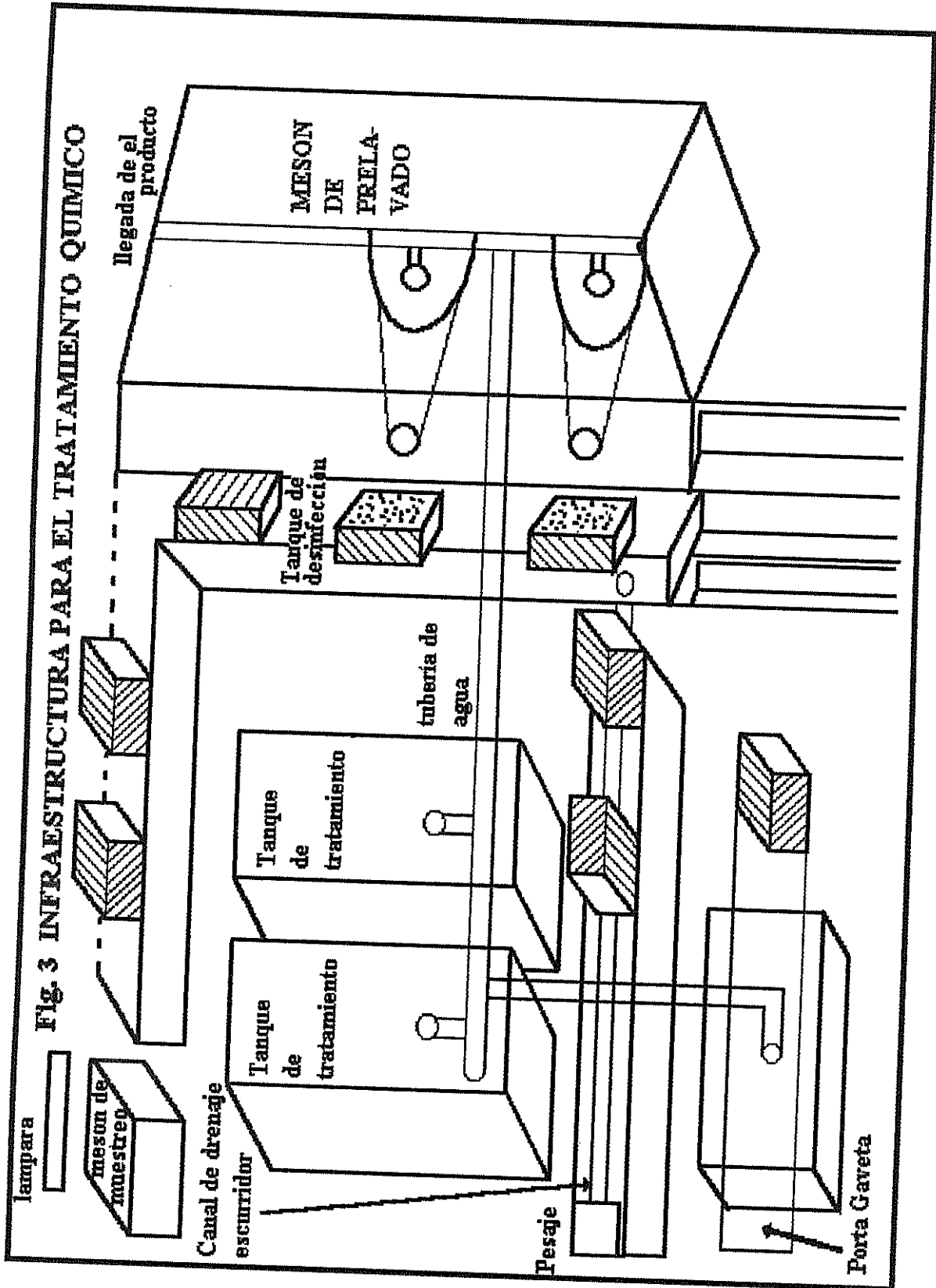


Fig. 2 TANQUE RECTANGULAR DE ENFRIAMIENTO



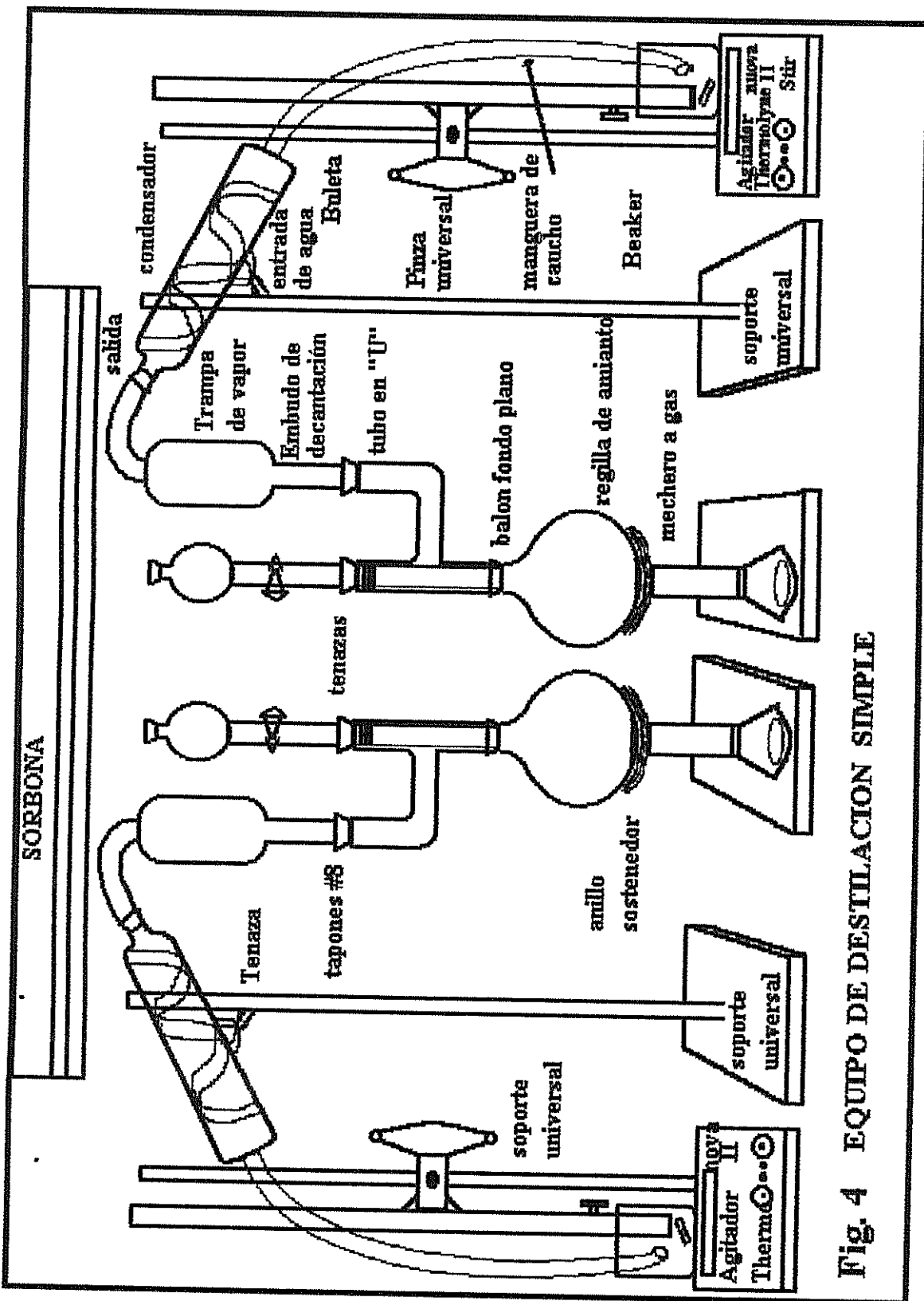


Fig. 4 EQUIPO DE DESTILACION SIMPLE

SORBONA

Fig. 5 EQUIPO PARA EL ANALISIS VOLUMETRICO (TITULACION)

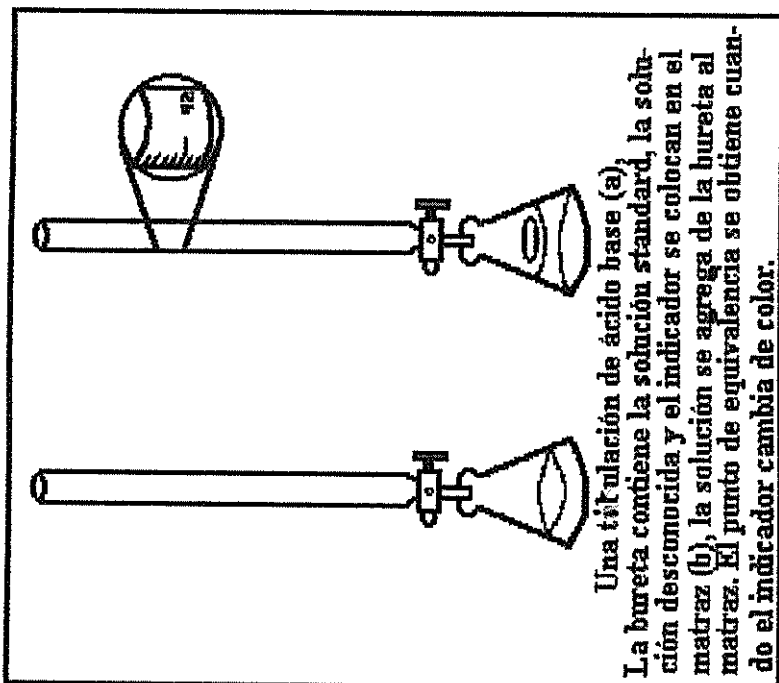
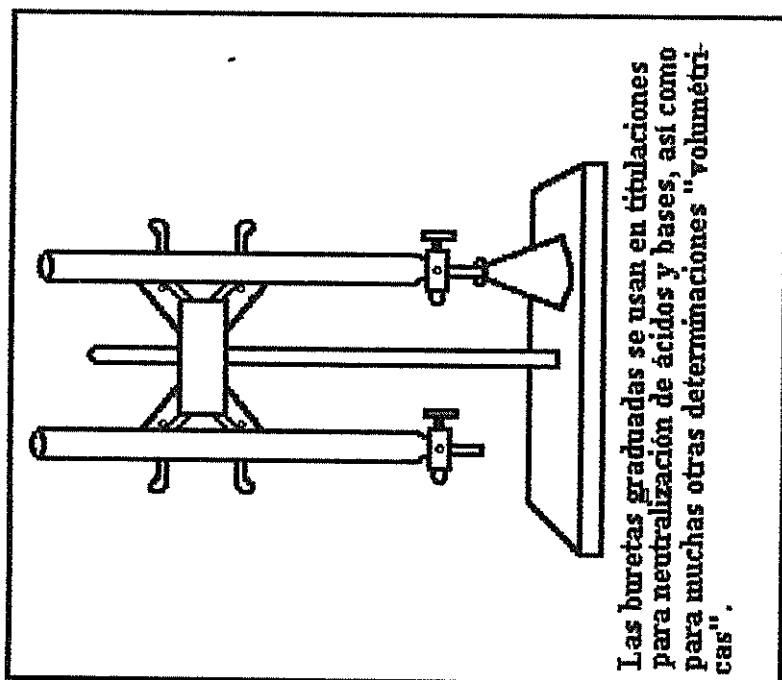
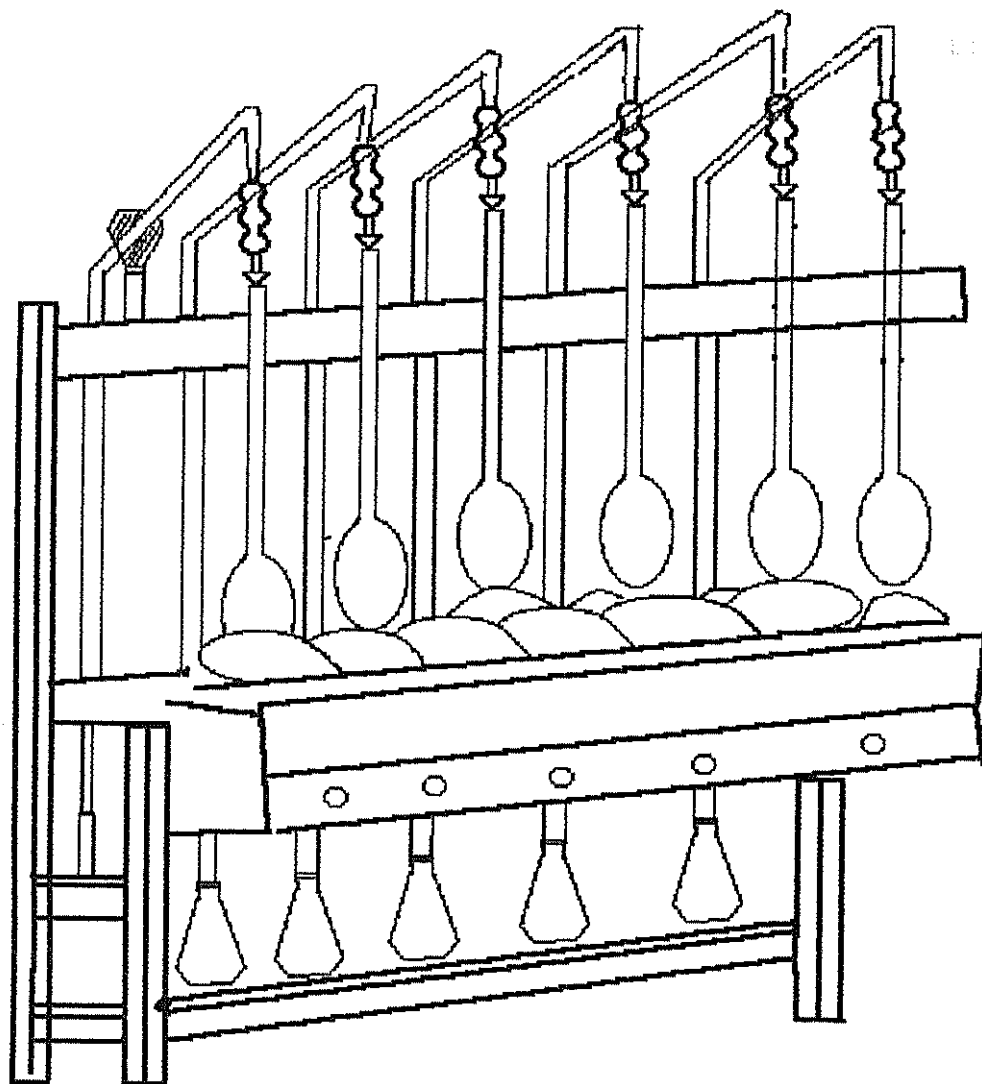


Fig. 6 EQUIPO DESTILADOR KJELDAHL



BIBLIOTECA
NACIONAL DE MEXICO
MEXICO



BIBLIOGRAFIA

1. Registro Federal Part v Departamento de Salud y Servicios Humanos. Food and Drug Administration 21 CFR. Part 101. Etiquetamiento de Alimento: Declaración de Agentes Sulfurados. Action: Regla Final. Vol. 51, N° 131. Miercoles, Julio 9, 1986. Reglas y Regulaciones.
2. Association of Official Analytical Chemists, Manual de Métodos Químicos. Pesca y Oceanos, Capítulo 4. Sección 1. Sulfhite Food Additives. Referencias., Official Methods of Analysis, 12th. De. (1975) procedures 20101 -20103.
3. Programa conjunto Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la alimentación y la Organización Mundial de la Salud FAO/OMS sobre normas alimentarias. Comisión del Codex Alimentarius. Norma Internacional Recomendada para los Camarones Congelados Rápidamente. FAO/OMS, 1977.
4. Pearson. D., Laboratory Techniques in food Analysis. Editorial Butterworth, Londres- Inglaterra
5. Camba. N., Manual de Métodos de Analisis de Productos Pesqueros. Instituto Nacional de Pesca., Boletín Científico y Técnico. Volumen V, N°4, 1982. Guayaquil-Ecuador.
6. Cobo M. H., Estudio de Investigación de los Recursos Camaroneros en el Ecuador. (Tesis de Grado, Facultad de Agronomía y Veterinaria de la Universidad de Guayaquil. 1961.
7. Martinich. M., Manual de Captura y Procesamiento del Camarón con Cabeza. 1990.

8. Dr. Zamora L. J. Curso de Control de Calidad en Empacadoras de Camarón (Folleto, Universidad de Guayaquil Facultad de Ciencias Naturales. Escuela de Biología. 1994)
9. O'Connor R., La Química., Harla, S:A: de C.V. Mexico, 1974
10. Ayres G.H., Análisis Químico Cuantitativo. Harla, Mexico, 1967
11. Willard H.H., Análisis Químico Cuantitativo Teoría y Práctica. Editorial Marín, S:A: Mexico, 1961
12. PH.D, Rieman W. Análisis Cuantitativo. Editado por del Atlantico. S.A. Buenos Aires. 1960
13. Desrosier N. W. Elemento de Tecnología de Alimentos. Editado por Avi Publishing Company. 1969.
14. Kirk R. E., Enciclopedia de Tecnología Química. Tomo II. Alizarina - Azufre. Editado por UTEHA, Mexico, 1961
15. Instituto de Matemáticas. Probabilidad y Estadísticas para Ingenieros. (Folleto, Escuela Superior Politécnica del Litoral, 1988
16. Marcelló M. F. Manual Práctico de Estadística Básica y Diseño Experimental Aplicados a la ACUACULTURA



BIBLIOTECA
ING.
MARTINA

17.- Acuacultura del Ecuador N° 7. Revista Especializada de la Camara Nacional de Acuacultura
Marzo-Abril 1995. Guayaquil - Ecuador