



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL
INSTITUTO DE TECNOLOGÍA EN ALIMENTOS

PROGRAMA DE TECNOLOGÍA EN ALIMENTOS

INFORME DE PRACTICAS PROFESIONALES
PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE TECNÓLOGO EN
ALIMENTOS

Realizado en
EMPESEC S.A
Planta de Maquilado INCOPECA

Autor
CAROL MARITZA PULIDO TOLEDO

AÑO LECTIVO

2002-2003

GUAYAQUIL - ECUADOR



D-24932

T
664.942
PUL


ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL
INSTITUTO DE TECNOLOGÍA EN ALIMENTOS
PROGRAMA DE TECNOLOGÍA EN ALIMENTOS
INFORME DE PRACTICAS PROFESIONALES
PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE TECNÓLOGO EN
ALIMENTOS

Realizado en
EMPESEC S.A
Planta de Maquilado INCOPECA



Autor
CAROL MARITZA PULIDO TOLEDO

PROFESOR GUÍA:


Dra. Gloria Bajaña
2003

SEGUNDA REVISIÓN:


Ing. Luis Diaz
2003

AÑO LECTIVO
2002-2003
GUAYAQUIL - ECUADOR

Santiago de Guayaquil, 25 de Noviembre de 2003

Señor:

Ing. Luis Diaz

Coordinador de PROTAL

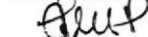
Ciudad

Estimado señor:

Por medio de la presente pongo a su disposición el informe de Practicas Profesionales, realizadas por quien le escribe en el área de Control de Calidad de la empresa Empesec S.A, desde el 20 de marzo hasta el 20 de junio.

Segura de que este informe cumplirá con los requerimientos agradezco la atención prestada

Atentamente,



Carol Pulido

EMPESEC

EMPRESA PESQUERA ECUATORIANA S. A.

EMPESEC

CALIDAD
TOTAL

CERTIFICADO

Por medio de la presente certifico que la señorita CAROL MARITZA PULIDO TOLEDO, con Cédula de Identidad # 092383976 - 5 realizó sus Prácticas Profesionales en el Departamento de Control de Calidad – Laboratorio de Química desde el 20 de Mayo hasta el 20 de Junio de 2003 período durante el cual ha demostrado deseos de superación y alto sentido de responsabilidad a las tareas a ella encomendadas.

Atentamente,


Ing. Juan Parra Lam
GERENTE CONTROL DE CALIDAD



INSTITUTO DE TECNOLOGÍAS



PROGRAMA DE TECNOLOGÍA EN ALIMENTOS

EVALUACION DEL PRACTICANTE

NOMBRE DEL PRACTICANTE: Carol Pulido

DENOMINACION DEL CARGO: Analista de Laboratorio

FECHA: 20 Julio del 2003

A.- Asigne una calificación entre 1 al 10 en cada uno de los siguientes aspectos. Si alguno no es aplicable, por favor no lo califique.

1.- Interés en el trabajo	9
2.- Conocimientos	8
3.- Organización	8
4.- Habilidad para aprender	8
5.- Creatividad	8
6.- Puntualidad	8
7.- Cumplimiento de las normas de seguridad	8
8.- Cantidad de trabajo (rendimiento)	8
9.- Relaciones con el personal	7
10.- Habilidad para comunicarse	7
11.- Responsabilidad	8
12.- Trabaja bajo presión	8

B.- MARQUE CON UNA CRUZ

1.- Durante el desarrollo de la práctica el estudiante acogió favorablemente críticas y sugerencias.

Siempre A menudo Rara Vez Nunca

2.- De los 30 días hábiles inasistió al trabajo?

0 - 10% Más del 10%

3.- La jornada de trabajo semanal fue de:

5 días 6 días

4.- El promedio de horas trabajadas por día fue:

Menos de 6 horas 6 - 8 horas

C.- COMENTARIOS ADICIONALES:

Carol es una persona responsable en todas las actividades a ella encomendadas.

D.- LLENADA POR: Gina Villaverde

CARGO: Señe de Laboratorios FIRMA Y SELLO:

NOMBRE DE LA EMPRESA: EMPESEC TELF. 21551



INDICE

1. RESUMEN	1
2. INTRODUCCIÓN	2
3. LABORES REALIZADAS	3
4. ASPECTOS GENERALES DE EMPRESA	5
5. DESCRIPCIÓN DEL DIAGRAMA DE FLUJO DEL ATÚN	7
5.1. Area de Recepción	7
5.2. Area de Almacenamiento	7
5.3. Area de Desbuche	8
5.4. Area Chilling Room	9
5.5. Area de Autoclaves	10
5.6. Area de Encartonado	11
6. DIAGRAMA DE FLUJO DEL ATÚN	12
7. CONTROLES EN LINEA	14
7.1 Recepción	14
7.2 Almacenamiento	14
7.3 Descongelamiento	14
7.4 Eviscerado	16
7.5 Precocción	17
7.6 Enfriamiento	17
7.7 Limpieza	17
7.8 Llenado	17
7.9 Dosificación del Líquido de Cobertura	18
7.10 Sellado	18
7.11 Esterilización	19
7.12 Etiquetado, Encartonado y Almacenamiento	20



CIBT

8. DETERMINACIONES REALIZADAS EN EL LABORATORIO	21
8.1. ANÁLISIS QUÍMICOS EN ATÚN	21
8.2. DETERMINACION DE MERCURIO TOTAL. METODO ESPECTRO - FOTOMETRICO DE ABSORCIÓN ATOMICA NO INFLAMABLE	24
8.2.1. Fundamento	24
8.2.2. Procedimiento	24
8.2.3. Equipos y Materiales	26
8.2.4. Reactivos	26
8.2.5. Preparación de Reactivos	26
8.2.6. Cálculos	28
8.3. DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE SAL. METODO DEL CLORHIDROMETRO MODIFICADO	36
8.3.1. Fundamento	36
8.3.2. Procedimiento	36
8.3.2.1. Calibración del Clorhidrometro	37
8.3.3. Equipos y Materiales	39
8.3.4. Reactivos	39
8.3.5. Preparación de Reactivos	40
8.3.6. Cálculos	40
8.4. DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE HISTAMINA MÉTODO FLUOROMETRICO AOAC MODIFICADO	43
8.4.1. Fundamento	43
8.4.2. Procedimiento	43
8.4.2.1. Preparación de las Columnas	43
8.4.2.2. Tratamiento de la Muestra	43
8.4.2.3. Cromatografía de Intercambio Aniónico	44
8.4.2.4. Determinación Fluorometrica	45
8.4.3. Equipos y Materiales	48
8.4.4. Reactivos	49
8.4.5. Preparación de Reactivos	49

8.4.6.	Cálculos	53
8.5.	ANÁLISIS QUÍMICOS EN ACEITE	56
8.6.	DETERMINACION DEL INDICE DE PEROXIDO	57
8.6.1.	Fundamento	57
8.6.2.	Procedimiento	57
8.6.3.	Equipos y Materiales	58
8.6.4.	Reactivos	59
8.6.5.	Preparación de Reactivos	59
8.6.6.	Cálculos	61
8.7.	DETERMINACION DEL PORCENTAJE DE ACIDOS GRASOS LIBRES	62
8.7.1.	Fundamento	62
8.7.2.	Procedimiento	62
8.7.3.	Equipos y Materiales	62
8.7.4.	Reactivos	63
8.7.5.	Preparación de Reactivos	63
8.7.6.	Cálculos	64
	CONCLUSIONES	65
	RECOMENDACIONES	66
	BIBLIOGRAFÍA	67
	ANEXOS	



1. RESUMEN

El presente informe detalla los procedimientos de análisis en el área de CONTROL DE CALIDAD específicamente en el laboratorio de química, describiendo los análisis químicos del atún tanto fresco como procesado, de igual manera con los ingredientes, dando a conocer los procedimientos, materiales y equipos, y los parámetros con la finalidad de obtener un producto de calidad confiable.

El control de calidad abarca desde la materia prima hasta el producto terminado, incluyendo los envases y los controles en línea del proceso.

También hay una breve explicación de la elaboración de ATÚN en lata de $\frac{1}{4}$ de libra (173 g) en la planta procesadora de atún INCOPECA, de la empresa EMPESSEC, y los controles realizados durante el proceso.

Además menciona las labores realizadas durante mi estadía en la empresa, donde laboraba bajo contrato como monitora de laboratorio.

2. INTRODUCCIÓN

La Empresa Pesquera Ecuatoriana S.A (EMPESEC S.A) es una empresa dedicada a la producción de productos a base de atún, con diferentes presentaciones: Enlatado y Funda o Pouch. El atún enlatado puede ser en aceite o en broth (caldo vegetal).

La función del laboratorio de control de calidad es una de las mas importantes en la calidad y mejoramiento de los procesos y el producto terminado, lo cual se consigue mediante la toma de muestra, determinaciones analíticas, control de cambios en el proceso y capacitación del personal.

La finalidad de los análisis de alimentos consiste en la determinación cualitativa y cuantitativa de sus componentes. Se pueden emplear para identificar o controlar la calidad de los productos alimentarios, ya sean o no procesados.

El área de laboratorio químico analiza atún fresco y procesado (lata y funda) para identificar la presencia de histamina y mercurio y además determina la cantidad de sal presente en este. Como una excepción en las muestra de Red Meat solo se determina la presencia de histamina, debido a que estas son usadas en la producción de balanceados en Brasil.

Se determina el índice de peroxido y el porcentaje de ácido grasos en el aceite, siendo este parte de los ingredientes del atún en aceite.

La determinación del porcentaje de humedad se realiza solo al atún en pouch, una muestra diaria .

En el laboratorio de microbiología las muestras que regularmente son analizadas son el atún cocido (lomo antes y después de mezcla con el broth), el caldo vegetal (broth) preparado, agua de diferentes fuentes, superficies en contacto de las líneas (limpieza del pescado) y ambiente de las lineas.

El laboratorio de Cutting analiza el producto desde el punto de vista organoléptico, y lleva el control de las medidas de las fundas. En la cabina de enlatado se lleva a cabo el control de las medidas de las latas.

3. LABORES REALIZADAS

Durante las practicas profesionales III, labore en el Laboratorio Químico durante seis meses en horario rotativos.

3.1 CONTROL DE CALIDAD

3.1.1 Laboratorio Químico

Es importante para el sistema de calidad que tiene implementado la empresa el control químico, siendo necesario lo siguiente:

3.1.1.1 Toma de muestras de:

- γ Por cada lote de producción se toma una lata de muestra
- γ Por cada lote de producción se toma una funda de muestra
- γ Durante el turno nocturno, se toman muestras de las agua de calderos, ablandadores y evaporadores.

3.1.1.2 Bajo el sistema de calidad es necesaria la confiabilidad en la mediciones, para lo cual el personal de laboratorio calibra los siguientes equipos y materiales.

- γ Fluorometro.
- γ Clorhidrometro.
- γ Termómetros.
- γ Pipetas MLA

3.1.1.3 La determinaciones analíticas hechas en el laboratorio permiten la seguridad del uso de materias primas e ingredientes adecuados para el consumo humano y un proceso homogéneo, por otro lado los análisis realizados en el producto terminado nos dan la pauta para mantener y/o mejorar la calidad del producto terminado, con lo cual es necesario el análisis de las siguientes muestras:

- ∞ Análisis de Histamina, Mercurio y Sal en atún Fresco y Procesado.
- ∞ Análisis de Histamina en Red meat (sangre).
- ∞ Análisis de Índice de Peroxido y Ácidos Grasos en aceite de oliva, girasol y soya.

3.1.1.4 El reporte de los resultados de los diferentes análisis, documenta la veracidad y eficacia de los análisis químicos en las diferentes muestras, con lo cual se tiene diferentes formatos según el caso.

4. ASPECTOS GENERALES DE LA EMPRESA

La empresa Empesec S.A. inicio sus actividades en la industria del procesamiento del atún el 15 de Julio de 1.991, bajo la supervisión de Star Kist Food, convirtiéndose en el mes de Septiembre del mismo año en una empresa maquiladora oficialmente autorizada.

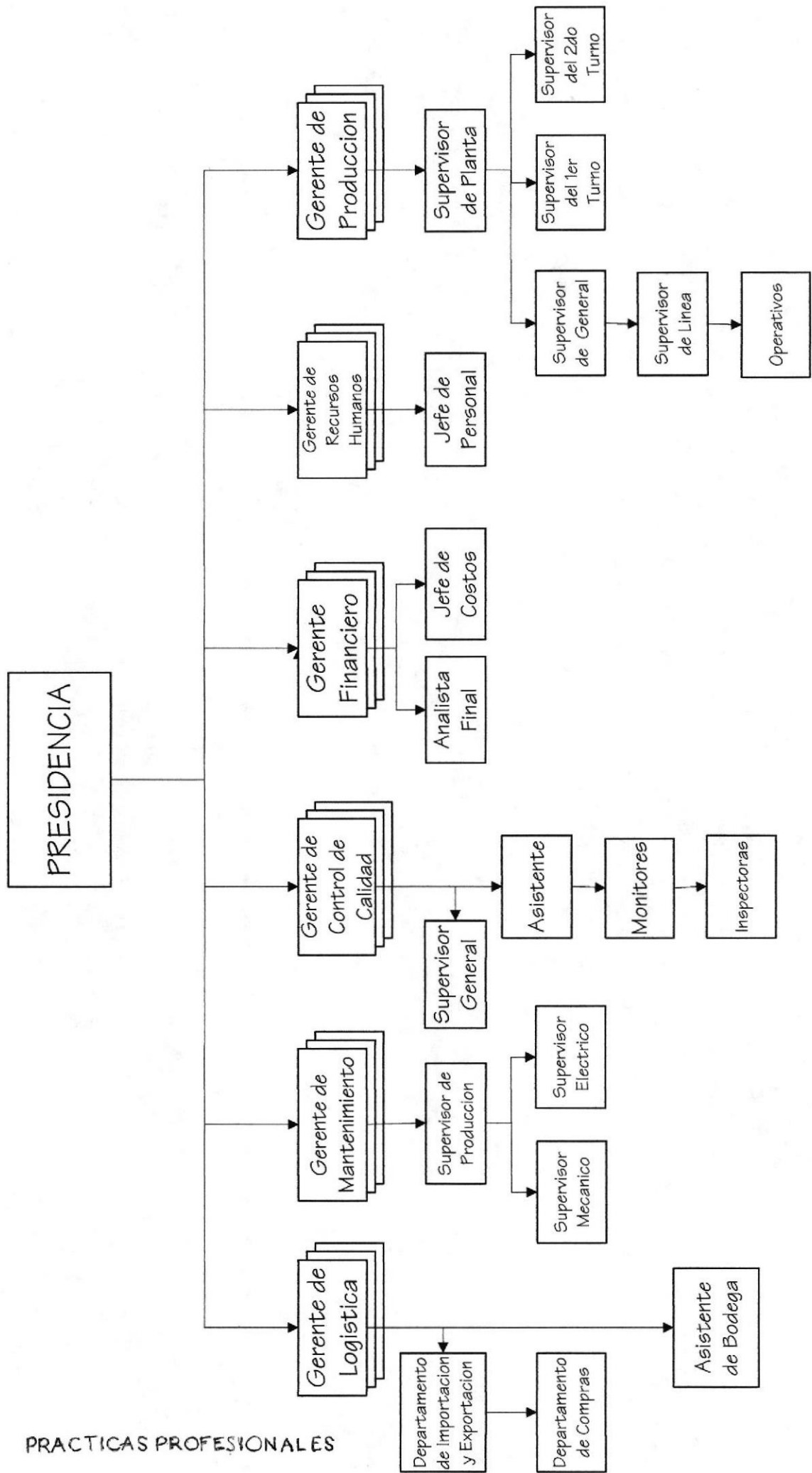
Empesec S.A. se encuentra ubicada en el Kilómetro 12.5 Vía a Daule.

Su producto netamente maquila es destinado a los mercados de Estados Unidos, Europa.

Su capacidad de procesamiento es de 180 tn/ día. de pescado fresco.

Empesec S.A. da puesto de trabajo a aproximadamente 3000 personas diariamente.

EMPRESA PESQUERA ECUATORIANA.S.A.



5. DESCRIPCIÓN DEL PROCESO DE LA ELABORACIÓN DE ATÚN ENLATADO DE ¼ DE LIBRA

5.1 ÁREA: RECEPCIÓN

El atún es capturado por barcos que cuentan con sistemas de congelación, en donde la carga es almacenada a una temperatura de 14°F (-10°C), manteniendo la calidad del producto.

El pescado llega a las cámaras frigoríficas de la planta en la ciudad de Manta o en la ciudad de Posorja. Las cámaras frigoríficas tienen una capacidad de 2000 tn.

El pescado es transportado a la planta procesadora en contenedores que cuentan con un sistema de refrigeración, donde el pescado es mantenido a una temperatura máxima de 22°F (-5.5°C), con lo que se logra mantener la calidad de la materia prima.

5.2 ÁREA: ALMACENAMIENTO

5.2.1 Recepción en planta

El pescado es seleccionado y clasificado por especie y tamaño (ANEXO No1), colocándolos en "scows" (cubas) de acero galvanizado, para luego ser pesados y codificados. Se realiza inspecciones evaluando características organolépticas, químicas y presencia de contaminantes. Posteriormente las cubas son conducidos a las cámaras de mantenimiento conservando el pescado a una temperatura de 22°F o menor hasta su posterior procesamiento. Las cámaras cuentan con una capacidad de 800 Tn.



5.3 ÁREA: DESBUCHE

5.3.1 Descongelamiento.

Las cubas son trasladados al área de desbuche y colocados en columnas de descongelamiento (bloques de tres cubas). El pescado es descongelado por medio de un sistema cerrado de recirculación de agua con cantidades de cloro de 0.5 a 0.7 ppm y temperatura alrededor de 60°F (15.5°C). El pescado se descongela hasta alcanzar temperaturas de 28°F – 38 °F (-2.2°C a 0°C), que es la temperatura ideal de eviscerado.

5.3.2 Eviscerado

Una vez alcanzada la temperatura de descongelamiento, un volteador Dumper vacía las cubas, el pescado es lavado por aspersores antes de ser eviscerados manualmente cuando el pescado es menor a 7.5 lb, de no ser así, se le corta la cabeza, cola y panza (las que se cocen separadamente), y luego se corta por el centro de forma vertical a lo largo de la espina dorsal, siendo luego colocados sobre laminas o “layers” dentro de las canastas que se apoyan sobre los carros – estantes o “racks” .

5.3.3 Precocción

Los carros tiene capacidad para 18 canastas, y una vez llenos son conducidos hacia los hornos para precocerlos con vapor hasta temperaturas de 120°F – 145°F (48.8 – 62.7°C), en el interior de los hornos se alcanzan temperaturas de 214°F – 190°F – 170°F (3 fases) para pescados pequeños y 214°F – 190°F (2 fases) para pescados grandes.

El tiempo de cocción es de 45 minutos para pescados pequeños y 2 horas para especies grandes. Son cinco hornos con capacidad de 20 carros cada uno.

5.4 ÁREA: CHILLING ROOM

5.4.1 Enfriamiento

Las porciones cocidas son sacadas de los hornos y trasladados al área de enfriamiento, el pescado sufre un choque térmico al ser rociado con agua por medio de duchas durante 5 minutos, luego de esto es rociado cada 15 minutos hasta alcanzar temperaturas de 80.6 °F – 89.6°F (27°C – 32°C), afirmándose los tejidos facilitando así la limpieza del lomo y la separación de las espina dorsal.

5.4.2 Limpieza.

El pescado precocido y frío es volteado (poncheo) desde las canastas de los carros sobre las líneas de limpieza, donde manualmente la piel es raspada con la ayuda de cuchillos especiales.

Primero: se separa la piel, cabeza, cola y aletas. Todo esto se denomina Scrab

Segundo: se separa la sangre y las espinas al igual que el Flake.

El Scrab y las espinas sirven para la elaboración de harina de pescado.

La sangre (Red Meat) se separa de las espinas y se empaca en fundas para la exportación (balanceados)

El Flake es carne blanca desmenuzada. El lomo limpio o la carne blanca del pescado es lo que se usa.

5.4.3 Llenado.

Las porciones comestibles de lomo o carne blanca se la clasifica en carne compacta (loins - lomos), trozos (chunck) y rallada o desmenuzada (flake). Estas se transfieren a la zona de llenado automático: para lomo, trozos, y rallado de 15 – 25 %.

En cada lata de 307 / 108 se adicionan 85 g de pastilla de pescado, 25 gr de broth y 63 g de agua. Para dar un peso neto de 173 g.

5.4.4 Adición de líquido de cobertura

Una vez llenas las latas con las diferentes presentaciones, son conducidas hacia la zona de dosificación. La maquina ya esta calibrada en peso para la dosificación del líquido de cobertura.

Teniendo pesos estandarizados en cada maquina evita la acumulación de presión, la cual provocaría el daño del doble cierre.

5.4.5 Sellado

Las latas llenas pasan hacia la maquina selladora, esta maquina tiene incorporado un mecanismo de flujo de vapor que funciona al tiempo que sucede la succión del aire retenido en el envase.

Las maquinas tiene incorporado un mecanismo de codificación en alto relieve, para así sellar y codificar al tiempo.

No siempre se usa el alto relieve, muchas veces se emplea, una codificación por inyección de tinta.

El sellado en caliente contrarresta la presión generada en el calentamiento del contenido de la lata hasta la temperatura del tratamiento térmico.

5.5 ÁREA: AUTOCLAVES

5.5.1 Esterilización.

Las latas una vez selladas herméticamente se carga en forma manual en las cestas. En cada cesta se colocan una rejilla, se colocan latas encima y luego otra rejilla. Cada cesta lleva aproximadamente 15 rejillas (layers) y 99 latas en cada cesta.

Las cestas son transportadas manualmente a los autoclaves discontinuos a vapor saturado y enfriamiento a presión alcanzando temperaturas de 242°F(118°C) y 11psi, durante 50 minutos.

Por el momento solo hacen latas de ¼ de libra, de los siguientes códigos: KBW, CBW, FBO y CAW.

Donde los códigos KBW, CBW son mezcla de especies de atún en caldo vegetal; el código FBO es mezcla de especies de atún en aceite y el código CAW es lomo de albacora en caldo vegetal.

5.5.2 Enfriamiento.

Al finalizar el tratamiento térmico, los envases son enfriados a presión hasta temperaturas menores de 40°C en el centro del envase. En esta etapa se toma muestra del agua de enfriamiento, para la revisar los niveles de cloro, los cuales deben estar entre 0.6 y 1.5 ppm.

Concluido el tratamiento térmico, se sacan las cestas y secan a temperatura ambiente de forma inclinada, aproximadamente por una hora.

Cuando las latas están frías se toman muestras al azar y se realizan:

- ↳ Inspección visual de la lata
- ↳ Análisis físico-químico y microbiológicos
- ↳ Inspección del doble sello

5.6 ÁREA: ENCARTONADO

5.6.1 Etiquetado y encartonado

Las latas son conducidas hacia el área de etiquetado, donde automáticamente se adhieren las etiquetas. Las gomas calientes y frías son las que se utilizan para este proceso. Una vez adheridas las etiquetas a los envases, estos son embalados en cajas de cartón correctamente identificadas; para luego paletizarse y almacenarse.

5.6.2 Almacenamiento

Las conservas son almacenadas sobre paletas, los cuales son colocados a una distancia de 45 cm de la pared y en pilas evitando al mismo tiempo la compresión y deformación de los envases ubicados en las capas inferiores.

Los lotes defectuosos serán identificados aparte y permanecerán en bodega de producto en espera o "hold" hasta su liberación o destrucción.

DIAGRAMA DE FLUJO GENERAL DEL PROCESAMIENTO DE ATUN

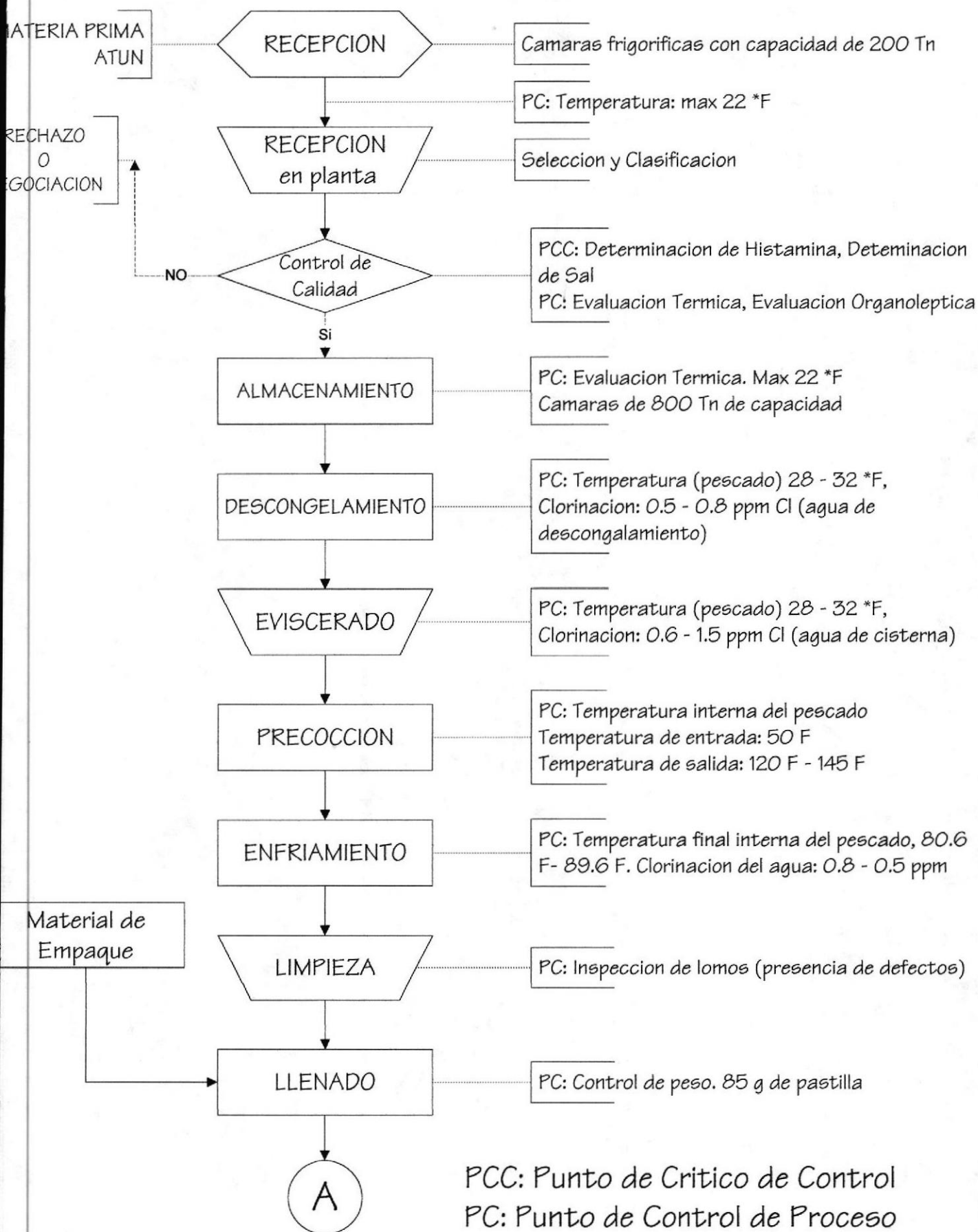
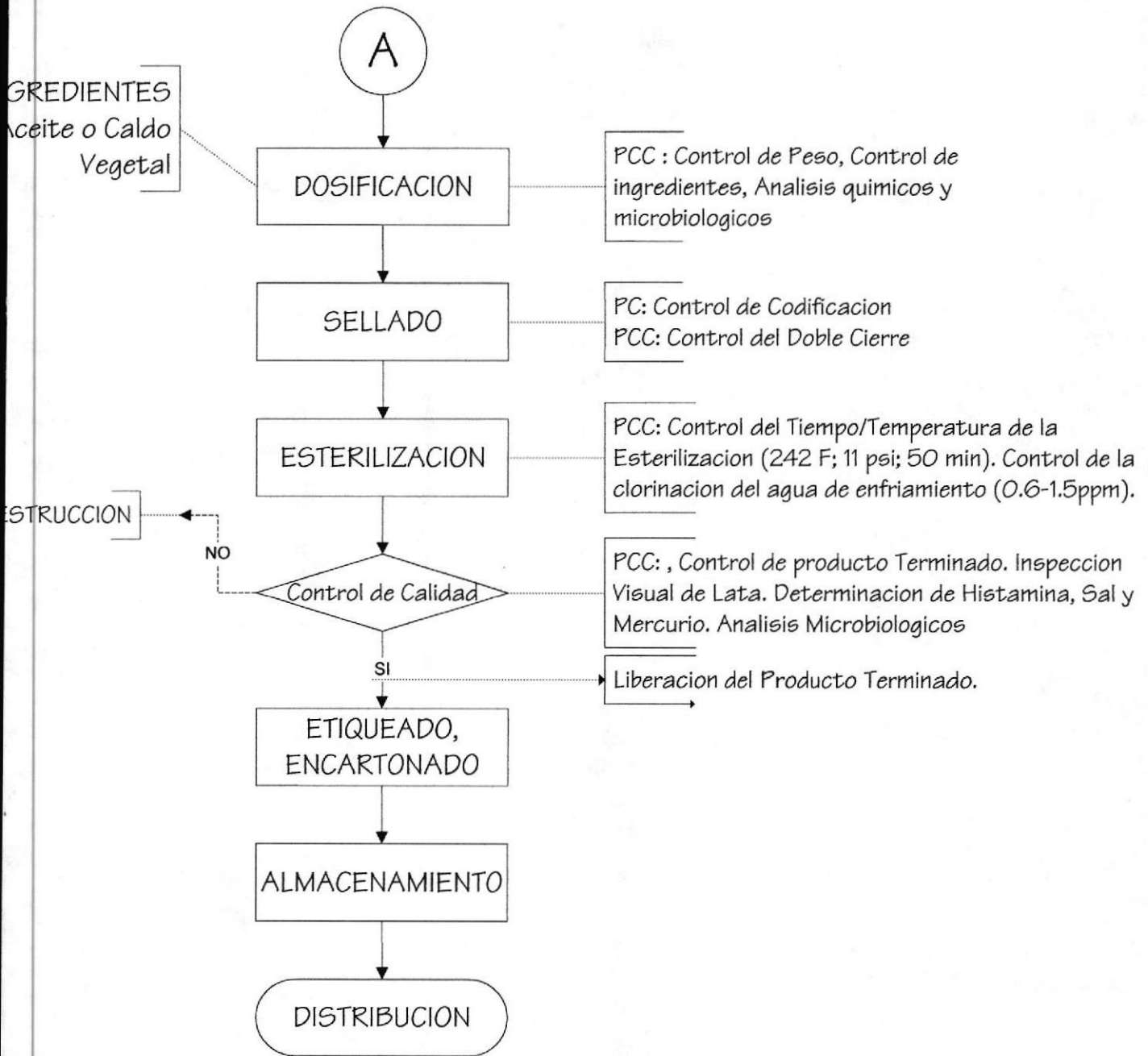


DIAGRAMA DE FLUJO GENERAL DEL PROCESAMIENTO DE ATUN



PCC: Punto de Critico de Control
PC: Punto de Control de Proceso

7. CONTROLES EN LÍNEA

7.1 RECEPCION

7.1.1 Evaluación Organoléptica

El pescado en buenas condiciones presenta las siguientes características:

- γ Piel brillante, de color natural.
- γ Ojos brillantes, claros y prominentes.
- γ Branquias de color rojo intenso y olor a marisco.
- γ Carne muscular, que sea propia de la especie.
- γ Olor a marisco fresco en la piel y cavidades corporales.
- γ Ausencia de contaminación por combustible.

7.1.2 Evaluación Química

Al llegar se clasifica para luego ser muestreada, tomando seis pescados y de los cuales se hace tres cortes en el lomo (el corte es en forma de triangulo).

Determinación de histamina:

Menor a 1.6 mg %	Lote aceptable.
Mayor o igual a 1.6 mg %	Rechequeo de compositas y muestras individuales.
Menor o igual a 2 mg%	Proceso normal.
De 2 a 5 mg%	Aceptable con proceso Special Handling por histamina
Mayor o igual a 5 mg%	Rechazo.

Determinación de sal:

1.21 – 2.26 %	Todo proceso
2.27 – 3.22%	Sujeto a todo proceso
Mayor o igual a 3.23 %	Sujeto a rechazo o negociación.

7.1.3 Evaluación Térmica

Se verifica la temperatura interna del pescado durante la transportación. La temperatura debe ser igual o menor a 22°F (-5.5°C)

7.2 ALMACENAMIENTO

7.2.1 Evaluación Térmica

Se verifica la temperatura de las cámaras de frío cada dos horas, las cuales deben encontrarse de 0°F a 10°F (-17.7°C a -12.2°C), con el objetivo de mantener el pescado a temperaturas inferiores o iguales de 22°F(-5.5°C) hasta el momento de su procesamiento.

7.3 DESCONGELAMIENTO

7.3.1 Evaluación Térmica

Se lleva el control de temperatura a la primera cuba que ingresa al área, con el objetivo de controlar la temperatura de descongelamiento a la que debe llegar el pescado para continuar hacia la etapa de eviscerado, la cual es de 28°F a 32°F (-2.2 a 0 °C)

La velocidad de descongelamiento depende del tamaño del pescado y de la temperatura a la que ingresa cada lote al área para ser descongelado.

TAMAÑO POR PESO	T° INICIAL	T° FINAL	TIEMPO DE DESCONGELAMIENTO
20 libras	15.5°C	-2.2°C	3 horas y 15 minutos
7.5 libras	15.5°C	-2.2°C	1 horas y 35 minutos
4 a 7 libras	15.5°C	-2.2°C	1 hora

7.3.2 Clorinacion

Dos veces por turno se toma una muestra de agua usada en el descongelamiento, la cual proviene de la cisterna general, pero esta recircular por todo el sistema de cubas. Este punto es importante debido a que esta agua esta en contacto directo con el producto, esta agua debe de contener de 5 a 7 ppm de cloro.

7.4 EVISCERADO

7.4.1 Evaluación Térmica

Se verifica que la temperatura interna del pescado permanezca entre -2.2°C y 0°C .

7.4.2 Clorinacion

En cada turno se verifica el nivel de cloro existente en el agua de la cisterna general. Las cuales deben de estar entre 0.6 ppm a 1.5 ppm.

La clorinacion se realiza cada 3 horas.

7.5 PRECOCCION

7.5.1 Evaluación Térmica

La temperatura se toma en la espina dorsal del pescado. Se realiza durante la precocción, donde la temperatura alcanzada dentro de los hornos es de 214°F (101°C), la temperatura al momento de la carga debe ser máximo 50°F (10°C), siendo la temperatura de descarga de $120^{\circ}\text{F} - 145^{\circ}\text{F}$ ($48.8^{\circ}\text{C} - 62.7^{\circ}\text{C}$)

7.6 ENFRIAMIENTO

7.6.1 Determinación de Temperatura y Tiempo

Se realiza a varios lotes al azar los mismos que se encuentran en el cuarto de enfriamiento. Se controla la temperatura y el tiempo, donde el pescado debe alcanzar de 80.6 °F a 89.6 °F (27°C a 32°C), por 5 minutos (evitar excesiva cocción), luego se rocía de manera intermitente por 2 minutos cada 15 minutos, para luego ser llevado hacia el área de limpieza.

7.6.2 Clorinacion

Dos veces al día se determina las cantidades de cloro del agua de la cisterna general, empleada en las torres de descongelamiento. El agua debe tener entre 0.5 y 0.8 ppm.

7.7 LIMPIEZA

7.7.1 Inspección de Lomos

En cada línea se toman muestras de lomo al azar inspeccionando la presencia de defectos, espinas, sangre, piel, decoloración. Se inspecciona la carne roja (sangre) y la carne blanca (lomo).

7.8 LLENADO

7.8.1 Control de Llenado

Se realiza a medida que las latas son llenadas, tomando al azar diez latas y verificando el peso, haciendo luego un promedio para obtener las desviaciones, controlando de esta manera la graduación de la maquina.

7.9 DOSIFICACION DEL LIQUIDO DE COBERTURA

7.9.1 Control del Liquido de Cobertura

Cada quince minutos, durante la dosificación de las latas se toman muestras al azar y se pesa. Verificando así que el peso del liquido este dentro de los parámetros.

7.10 SELLADO

7.10.1 Control de Codificación

Al inicio de cada turno o cambio de producto se verifica la codificación del producto en curso.

Se toma en cuenta la especie de pescado, turno en que fue procesado dicho lote (bach), línea en la cual fue procesado, tipo de producto y de liquido de cobertura.

En la codificación se usa el calendario juliano, para expresar la fecha.

Tenemos así:

Primera posición:

CAWCL

C: Chunk o lomo

A: Albacora. También puede ser mezcla de especies (B)

W: Caldo Vegetal

C: Línea de proceso. Puede ser D o C

L: Bach o lote de proceso

Segunda posición

E201M

E: Ecuador

201: Día correspondiente al calendario juliano del día de posición

M: Año del calendario juliano, correspondiente al 2003.



7.10.2 Control del Doble Cierre

Análisis realizado en la Cabina de Enlatado

Cada media hora toman cuatro muestras de latas selladas.

Según los resultados analizados por el método del micrómetro, se realizan las respectivas calibraciones a la máquina.

7.11 ESTERILIZACION

7.11.1 Control de Tiempo y Temperatura de Esterilización

Mediante los termógrafos se verifica y controla que la temperatura del tratamiento térmico sea la adecuada para el proceso según el tamaño de la lata.

La empresa solo procesa un tipo de lata, la cual es la de cuarto libra.

7.11.2 Control del Cloro del Agua de Enfriamiento

En el momento de enfriamiento de cada autoclave se toma una muestra del agua de enfriamiento para medir el nivel de cloro y su temperatura.

El nivel de cloro debe estar entre 0.6 a 1.5 ppm de cloro.

7.11.3 Control de Calidad Final

Una vez esterilizadas las latas se toman muestras al azar de cada lote y se las somete a inspecciones visuales de las condiciones externas del envase, evaluación organoléptica de olor, color y sabor; análisis físico - químicos de pH, vacío y peso drenado; análisis químicos de sal e histamina; y control microbiológico de coliformes totales, E. coli, estabilidad con el fin de garantizar un producto inocuo, que cumple las especificaciones de los clientes.

Con estos requisitos se libera el producto y distribuyen.

7.12 ETIQUETADO, ENCARTONADO Y ALMACENAMIENTO

El departamento de control de calidad maneja el área de bodegas, en la cual constantemente se realizan controles sobre el ingreso de etiquetas, etiquetado de latas, defectos de golpes en las latas al salir de la etiquetadora, en general se realiza el control del producto terminado.

Una vez ingresado el producto a bodega, controlando los productos retenidos por algún defecto, los cuales se someterán a mayores con la finalidad de liberar, reprocesar o destruir el producto contenido.

8. DETERMINACIONES REALIZADAS EN EL LABORATORIO

8.1 ANALISIS QUÍMICOS EN ATUN

Se realizan análisis de porcentaje de histamina, porcentaje de sal, y ppm de mercurio según los métodos aquí descritos.

8.1.1 Determinación del porcentaje mg de Histamina

En el organismo animal aparece por la descarboxilación de la histidina. La histamina causa reacciones alérgicas, confiere olor purgante (picantoso) y amoniacal, se presenta en mayor cantidad durante la descomposición de los pescados.



CIBT

8.1.2 Determinación de las ppm de Mercurio

El mercurio es parte fundamental hoy en día en los análisis en producto de pesca en alta mar, debido al alto grado de contaminación procedente de fabricas que eliminan sus desechos nucleares en el mar, esto es sobre todo por las grandes potencias. Como sabemos el habitat natural del Atún es el mar, por consiguiente cualquier factor que influya en su ambiente influirá en él. El mercurio es una sustancia que causa envenenamiento.

8.1.3 Determinación del porcentaje de Sal

Como el fabricante de alimentos, se ha dado cuenta del valor de un buen control de la materia prima y del producto terminado; actualmente el pago de la materia prima se basa en su análisis. Desde este punto de vista el fabricante de conserva de atún sabe que el porcentaje de sal hace variar su Formulación (sabor), y también para muchos comerciantes la cantidad de sal presente en el atún, indica cuanto tiempo el pescado ha pasado desde su captura hasta que llega a sus manos.

8.1.4 TOMA DE MUESTRA

El personal de recepción de pescado toman las muestras en el momento en que llega los contenedores de los puertos de Posorja y de Manta.

Al pescado se le realiza un corte en el lomo, en forma de rebanada triangular.

Se corta tres pedazos y se los rotula con la siguiente información: (ver Anexo No1)

- ↳ Fecha
- ↳ Nombre del barco
- ↳ Destino
- ↳ Lote
- ↳ Contenedor o Cuba
- ↳ Especie y tamaño
- ↳ Temperatura
- ↳ Numero de muestras
- ↳ Origen

8.1.5 TRATAMIENTO DE LA MUESTRA

- ↳ Antes de manipular la muestra limpiar el área de trabajo y sus proximidades, la muestra debe estar descongelada para ser manipulada.
- ↳ A cada pedazo se retira la piel y las espinas.
- ↳ Todos los pedazos son colocados en el mezclador para triturar y homogenizar la muestra. En caso de que el análisis no se realice inmediatamente la muestra se conserva en el congelador. Para el análisis descongele la muestra en agua fresca (50- 60 °F) hasta que esté suave. No retener las muestra descongeladas en el refrigerador.
- ↳ Rotulación de la muestra.

8.1.6 EQUIPOS Y MATERIALES

- Todo el material a utilizarse en la determinación debe de estar perfectamente limpio.
- Todas las áreas del laboratorio deben de estar libre de polvo, insectos y guardar protegidos el material y suministro.

8.2 DETERMINACIÓN DE MERCURIO TOTAL. METODO ESPECTROFOTOMETRICO DE ABSORCIÓN ATOMICA NO INFLAMABLE.

8.2.1 Fundamento

La muestra tratada con ácido sulfúrico y ácido nítrico oxida el mercurio presente en la muestra a ión mercurio (Hg^{++}), que a su vez es reducido a mercurio elemental por la adición de cloruro estannoso.

El mercurio pasa a través de la celda de absorción para luego ser irradiado por la lámpara de luz ligera, absorbiendo energía, el cambio de energía transmitida a través de la célula es detectada por un fototubo UV sensible.

El incremento de energía detectado por el fototubo esta relacionado con la concentración de mercurio absorbido por la célula y es convertido en una escala de porcentaje de transmitancia por el sistema convertidor del equipo

La transmitancia obtenida es convertida a porcentaje de absorbancia usando una tabla. El nivel de mercurio es determinado con el uso de muestras de referencia de mercurio.

8.2.2 Procedimiento

1. Pesar analíticamente 0.55 ± 0.05 gramos de muestra en una fiola de boca ancha. Preparar un frasco vacío por separado para el blanco. Las referencias son tratadas de la misma manera que la muestra a analizar.
2. Precalentar dos hornillas, una a $180^{\circ}C$ y la otra a $300^{\circ}C$. Use termómetros de superficie para monitorear la temperatura de las hornillas.
3. Usando dispensadores, adicionar 15 ml de H_2SO_4 y 5 ml de HNO_3 . Girar suavemente las fiolas para mezclar las muestras con los ácidos.

4. Colocar las fiolas en los platos a $180^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ y permitir la digestión. La digestión puede tomar de 15 a 22 minutos dependiendo del tamaño del lote y el tipo de muestra. La digestión completa es señalada como suspensiones de espuma vigorosas y alumbradas de gases oscuros (café, rojos oscuros).

Nota 1: El cumplimiento de la digestión debe ser bajo la sorbona y usando chaqueta para laboratorio, gafas y guantes de protección.

5. Remover la fiola de la hornilla y dejar enfriar por 4 minutos.

Nota 2: La fiola debe ser enfriada por 4 minutos de tal forma que el contenido no se derrame cuando se añade el agua.

Nota 3: Si se deja enfriar la fiola por más de 4 minutos, es más difícil liberar todo el NO_3 .

6. Adicionar 17 ml de agua destilada o deionizada, girar y colocar en la hornilla a $300^{\circ}\text{C} \pm 15^{\circ}\text{C}$.

7. Dejar la fiola en la hornilla por 15 minutos o más hasta que el color de la solución cambie de amarillo pálido a descolorido. Si la solución continua amarilla, dejar en la hornilla mientras le da vueltas frecuentemente hasta que no se emita mas vapores de oxido nitroso.

Nota 4: No permitir que las muestras permanezcan en el horno hasta que pierda un humo espeso y blanco.

8. Remover el frasco desde el plato caliente y proceder a enfriar por 4 minutos. Favor ver las notas 2 y 3.
9. Llenar la fiola hasta la marca de 75 ml con agua destilada o deionizada inmediatamente tapar y girar suavemente. Colocar la fiola en un baño de enfriamiento (agua a temperatura ambiente). Dejar enfriar a temperatura ambiente.



10. Encender el analizador de mercurio y dejar que se caliente por lo menos 20 minutos.
11. Preparar la perilla a % T. Calibrar el equipo a 100 % T con la perilla en posición Open, y 0% T con la perilla en posición Close.
12. Asegúrese que la perilla este alineada correctamente para permitir una calibración apropiada.
13. Usando una pipeta volumétrica (con la respectiva repipeta), adicionar 5 ml de cloruro estannoso a la fiola e inmediatamente insertar el aireador y leer el mínimo % de transmitancia.
14. Enjuagar el aireador después de cada lectura con agua destilada.
15. Leer el blanco, el set entero de los estándares de referencia y las muestras a analizar.

8.2.3 Equipos y materiales

- ↳ Balanza analítica – capacidad de peso 0.0001gram.
- ↳ Frascos erlenmeyer de 125 ml con tapan de goma No.6
- ↳ Dispensadores de 1 – 5 ml y 5 – 25 ml.
- ↳ 2 estufas con capacidad para calentar a $180^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ y $300^{\circ}\text{C} \pm 15^{\circ}\text{C}$.
- ↳ 2 Termómetros de superficie
- ↳ Cronómetro.
- ↳ Espectrofotometro de Mercurio de Absorción Atómica.
- ↳ Aireador.
- ↳ Mezclador Robot Coupe.

8.2.4 Reactivos

- γb Ácido Sulfúrico concentrado – Grado reactivo (90 – 91%)
- γb Ácido Nítrico concentrado -- Grado reactivo (65%)
- γb Cloruro estannoso

8.2.5 Preparación de Reactivos

8.2.5.1 Cloruro Estannoso

Preparar bajo sorbona, usando chaqueta de laboratorio, protección de anteojos y guantes.

- γb Mezclar cuidadosamente 30 g de cloruro estannoso con 30 ml de ácido sulfúrico concentrado. Mover bien la solución.
- γb Transferir cuidadosamente la solución de ácido dentro de un matraz de un litro conteniendo alrededor de 500 ml de agua destilada. Girar para mezclar y disolver los cristales de cloruro estannoso. Añadir agua hasta que la solución este caliente. Enfriar y diluir hasta la marca con agua destilada.
- γb Almacenar en botella ámbar con dispensador.

Nota 5: Si la solución se torna amarilla por exposición a la luz desechar y elaborar una solución fresca.

8.2.6 Cálculos

1. Obtener los valores de absorción apropiados por % T, de la tabla de absorción.
2. Calcular la inclinación de cada muestra de la referencia como sigue:

$$\text{Slope (pendiente): } \frac{(\text{Absm}) - (\text{Absbl})}{(\text{spll. wt.}) (\text{Cstd})}$$

Donde :

Absm = Absorbancia de la muestra

Absbl = absorbancia del blanco

Spl. Wt. = Peso de la muestra en gramos.

C std = Valor del estándar del mercurio en ppm por cada referencia de mercurio. (TABLA No1)

Nota 6: El valor de la absorbancia del blanco debe ser ≤ 0.010 . Si este está sobre este valor entonces hay algún error con algunos de los reactivos o los frascos pueden haber estado contaminados. El blanco también puede ser negativo aunque esto normalmente no ocurre.

TABLA No1

<i>REFERENCIA DE LA MUESTRA</i>	<i>VALORES DEL ESTANDAR DE MERCURIO (ppm Hg) Cstd</i>
R2	0.27
R3	0.37
R4	0.48
R5	0.55
R6	0.70
R7	0.75
R8	0.89

3. Promediar las pendientes de las muestras de referencia.
4. Del promedio de las pendientes se determina un rango del +/- 10%. Si hay valores que sean diferentes al >- 10 % del promedio (no están dentro del rango). Si mas 2 de valores de pendientes son descartados entonces todo el grupo de muestras deben ser analizados de nuevo.
5. Si algunas pendientes son descartadas promedie las pendientes otra vez y repita el paso 3.
6. Calcule la concentración de mercurio en ppm por cada muestra de referencia (solo de aquellas que no han sido descartadas).

$$\text{Calc} = \frac{(\text{Aspl}) - (\text{Abl})}{(\text{spl. wt}) (\text{avgslope})}$$

Donde:

Avgslope = pendiente promedio de las pendientes.

Absm = Absorbancia de la muestra

Absbl = absorbancia del blanco

Spl. Wt. = Peso de la muestra en gramos.

7. Calcule la diferencia entre los valores calculados y el valor estándar de mercurio de las muestras de referencia.

$$\text{Diff (diferencia)} = \text{Calc} - \text{Cstd}$$

Donde:

C std = Valor del estándar del mercurio en ppm por cada referencia de mercurio.

Calc = Concentración de Mercurio en ppm de las referencias.(Paso 6)

8. Compare esta diferencia con la diferencia permitida mencionada abajo. Descarte los valores que sean mayores de los mencionados. Debe haber al menos 5 valores aceptables para procesar si estos no son obtenidos, entonces el grupo de muestras debe ser hecho nuevamente.

<i>REFERENCIA DE LA MUESTRA</i>	<i>DIFERENCIA PERMISIBLE (ppm)</i>
R2	+/- 0.02
R3	+/- 0.03
R4	+/- 0.04
R5	+/- 0.04
R6	+/- 0.05
R7	+/- 0.05
R8	+/- 0.05

Total de diferencias del paso 7

9. Multiplique las diferencias del paso 7 de acuerdo a los factores mencionados abajo.

<i>REFERENCIA DE LA MUESTRA</i>	<i>FACTOR</i>
R2	3
R3	2.5
R4	2
R5	1.5
R6	1.5
R7	1
R8	1

10. Cuando una apropiada pendiente y valor del blanco son obtenidos, enciérrelos en un círculo y calcule la concentración de la muestra no conocida según la ecuación del paso 6.

8.2.6.1 Informe de Resultados

• Use 3 cifras significativas cuando realiza los cálculos. Registre los resultados mas cercanos a centésimas de ppm.

• Escriba todos los cálculos directamente a los formatos. (Anexo 3)

8.2.6.2 Ejemplo

<i>Sample</i>	<i>Valor</i>	<i>Weight (g)</i>	<i>%T</i>	<i>Abs</i>	<i>Slope</i>	<i>Calc</i>	<i>Diff</i>	<i>Diff</i>
Blank	-----	-----	100.1	0.000	-----	-----	-----	-----
R2	0.27	0.5576	80.5	0.094	0.6244	0.28	0.01	0.03
R3	0.37	0.5507	75.3	0.123	0.6037	0.37	0.00	0.00
R4	0.48	0.5533	70.5	0.152	0.5723	0.46	-0.02	-0.04
R5	0.55	0.5509	66.6	0.177	0.5842	0.53	-0.02	-0.03
R6	0.70	0.5547	57.3	0.242	0.6232	0.73	0.03	0.045
R7	0.75	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
R8	0.89	0.5512	50.6	0.296	0.6034	0.89	0.00	0.00
Total diff							-0.01	0.01

• El peso se escribe en el momento de pesar la muestra.

• El %T (% de transmitancia) se obtiene en el momento del análisis, y de este se obtiene Abs (la absorbancia) usando la tabla (Anexo 4).

Paso 2

$$\text{Slope: } \frac{(\text{Absm}) - (\text{Absbl})}{(\text{spll.wt}) * (\text{Cstd})}$$

Sample	Valor	Weight (g)	Abs	Calculo	Slope
-----	(Cstd)	(Spll.wt)	-----	-----	-----
Blanco	-----	-----	0.000	-----	-----
R2	0.27	0.5576	0.094	$\frac{0.094 - 0.000}{0.5576 * 0.27}$	0.6244
R3	0.37	0.5507	0.123	$\frac{0.123 - 0.000}{0.5507 * 0.37}$	0.6037
R4	0.48	0.5533	0.152	$\frac{0.152 - 0.000}{0.5533 * 0.48}$	0.5723
R5	0.55	0.5509	0.177	$\frac{0.177 - 0.000}{0.5509 * 0.55}$	0.5842
R6	0.70	0.5547	0.242	$\frac{0.242 - 0.000}{0.5547 * 0.70}$	0.6232
R7	0.75	-----	-----	-----	-----
R8	0.89	0.5512	0.296	$\frac{0.296 - 0.000}{0.5512 * 0.89}$	0.6034

Paso 3 y 4

$$\text{Average Slope: } \frac{(0.6244 + 0.6037 + 0.5723 + 0.5842 + 0.6232 + 0.6034)}{6}$$

6

$$\text{Average Slope (avgslope): } 0.6017$$

$$\text{Range: } 0.6017 \pm 10\%$$

$$\text{Range: } (0.54153 - 0.661872)$$



Paso 6

$$\text{Calc:} = (\text{Absm}) - (\text{Absbl})$$

$$(\text{spl. wt}) (\text{avgslope})$$

Average Slope (avgslope): 0.6017

<i>Sample</i>	<i>Weight (g)</i>	<i>Abs</i>	<i>Calculo</i>	<i>Calc</i>
-----	(Spll.wt)	----	-----	----
Blanco	-----	0.000	-----	----
R2	0.5576	0.094	$\frac{0.094 - 0.000}{0.5576 * 0.6017}$	0.28
R3	0.5507	0.123	$\frac{0.123 - 0.000}{0.5507 * 0.6017}$	0.37
R4	0.5533	0.152	$\frac{0.152 - 0.000}{0.5533 * 0.6017}$	0.46
R5	0.5509	0.177	$\frac{0.177 - 0.000}{0.5509 * 0.6017}$	0.53
R6	0.5547	0.242	$\frac{0.242 - 0.000}{0.5547 * 0.6017}$	0.73
R7	-----	-----	-----	-----
R8	0.5512	0.296	$\frac{0.296 - 0.000}{0.5512 * 0.6017}$	0.89

Paso 7

Diff : Calc - Cstd

<i>Sample</i>	<i>Calc</i>	<i>Cstd</i>	<i>Calculo</i>	<i>Diff</i>
R2	0.28	0.27	0.28 - 0.27	0.01
R3	0.37	0.37	0.37 - 0.37	0.00
R4	0.46	0.48	0.46 - 0.48	-0.02
R5	0.53	0.55	0.53 - 0.55	-0.02
R6	0.73	0.70	0.73 - 0.70	0.03
R7	-----	-----	-----	-----
R8	0.89	0.89	0.89 - 0.89	0.00
Total diff				- 0.01

Paso 9

Diff : Diff * Factor R#

<i>Sample</i>	<i>Diff</i>	<i>Factor</i>	<i>Calculo</i>	<i>Diff</i>
R2	0.01	3	0.01 * 3	0.03
R3	0.00	2.5	0.00 * 2.5	0.00
R4	-0.02	2	-0.02 * 2	-0.04
R5	-0.02	1.5	-0.02 * 1.5	-0.03
R6	0.03	1.5	0.03 * 1.5	0.045
R7	-----	-----	-----	-----
R8	0.00	1	0.00 * 1	0.00
Total diff				0.01

<i>N°</i>	<i>Sample</i>	<i>Weight (g)</i>	<i>%T</i>	<i>Abs</i>	<i>Hg ppm</i>
1	CIWDK E199M (pouch)	0.5580	72.5	0.140	0.42
2	CAWDJ E199M(lata)	0.5538	82.8	0.082	0.25
3*	YF+80 ATÚN IV 215 2E	0.5561	91.8	0.037	0.11
4*	KAWABM196M (lata M)	0.5550	87.0	0.060	0.18

*Muestra 3 es: YF Barco Atún IV; Lote 215; Cuba 2E

*Muestra 4 Lata de Manta. Barco Blue Dolphin; lote 187

Se calcula las ppm de Hg en la muestra

$$CHg: = \frac{(Absm) - (Absbl)}{(spl. wt) (avgslope)} = Hg \text{ ppm}$$

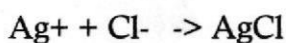
Avgslope: 0.6017

<i>N°</i>	<i>Sample</i>	<i>Weight (g)</i>	<i>Abs</i>	<i>Calculo</i>	<i>Hg ppm</i>
---	Blanco	-----	0.000	-----	-----
1	CIWDK E199M (pouch)	0.5580	0.140	$\frac{0.140 - 0.000}{0.5580 * 0.6017}$	0.42
2	CAWDJ E199M (lata)	0.5538	0.082	$\frac{0.082 - 0.000}{0.5538 * 0.6017}$	0.25
3	YF+80 ATÚN IV lote: 215 cuba: 2E	0.5561	0.037	$\frac{0.037 - 0.000}{0.5561 * 0.6017}$	0.11
4	KAWAB M196M (lata Manta)	0.5550	0.060	$\frac{0.060 - 0.000}{0.5550 * 0.6017}$	0.18

8.3 DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE SAL METODO DEL CHLORHIDROMETRO MODIFICADO

8.3.1 Fundamento

Extracción de sal de la muestra con agua destilada, adición de ácido reactivo y gelatina reactiva y después de homogenizada se titula frente iones de plata formando un precipitado insoluble de cloruro de plata.



La lectura de los iones es traducida amperiométricamente a miliequivalentes sobre litro de cloruro de sodio por el equipo.

Mediante el cálculo del estándar del equipo, se saca el porcentaje de sal en la muestra analizada.

8.3.2 Procedimiento

1. Pesar 5.00 ± 0.05 gramos de muestra en una fiola Erlenmeyer y adicionar 195 ml de agua destilada. (utilizar una probeta de plástico graduado y marcar el volumen para la medida de agua.)
2. Homogenizar la mezcla a velocidad moderada por 30 segundos. Enjuagar la probeta con agua destilada (descartar el agua de enjuague) y seguir con las siguientes muestras.
3. Dejar en reposo hasta que la muestra se asiente.
4. Preparar dos viales para extracción de la muestra, cada uno conteniendo alícuotas de 2.0 ml del extracto, 3.0 ml de ácido reactivo para sal y 4 gotas de gelatina reactiva.
5. Titular los viales de la muestras.



CLBT

8.3.2.1 Calibración del Clorhidrometro

La calibración del equipo debe ser antes leer las muestras de concentración desconocida, por menos cada 8 horas (una vez por turno). Colocar el clorhidrometro en posición HIGH y calentar por lo menos 30 minutos. Ajustar el blanco colocando en 0.000. Limpiar el electrodo de plata con la crema limpiadora.

Seguir los siguientes pasos para la calibración:

1. Preparar un vial con 4.5 ml de ácido reactivo para sal y adicionar 4 gotas de gelatina reactiva.
2. Leer el vial, esta lectura nos da la cantidad de ácido.
3. Transferir exactamente 100 ul de 100 meq/l de estándar al vial. Leer el estándar en el chlorhidrometro. Esto es para condicionar el chlorhidrometro.
4. Transferir exactamente 100 ul de 100 meq/l de estándar de cloruro dentro del mismo vial. Las Lecturas deben ser entre 99.0 y 100.9. Si este no es el caso, chequear exactamente la técnica de pipeteo. Si las lecturas están por debajo de 100 ajustar el botón de compensación localizado en la parte de atrás del instrumento.
5. Repetir el paso del pipeteo hasta obtener tres lecturas consecutivas entre 99.0 – 100.9.

6. Anotar las lecturas de calibración y sacar el estándar de sal por medio de los siguientes pasos:

6.1 Preparar los siguientes viales:

a. Ajustes: Tres viales cada uno conteniendo 2.0 ml de la solución de trabajo para sal, 3.0 ml de ácido reactivo para sal y 4 gotas de gelatina reactiva. Esto debe ser leído antes de la muestra actual para condicionar el electrodo.

b. Blancos: Cuatro viales, cada uno conteniendo 2.0 ml de agua destilada, 3.0 ml de ácido reactivo para sal y 4 gotas de gelatina reactiva.

c. Estándares: Tres viales, cada uno conteniendo 2.0 ml de la solución de trabajo para sal, 3.0 ml de ácido reactivo y 4 gotas de gelatina reactiva

<i>Lectura del Clorhidrometro (meq/l)</i>	<i>Diferencia Admisible (meq/l)</i>
1 - 20	2
20 - 100	3
>100	5

6.2 Titular los viales de ajuste. Anotar las lecturas obtenidas, por lo general estas lecturas están entre 99.5 - 100.1.

6.3 Titular el vial del blanco y ajustar el blanco para el promedio de las cuatro lecturas. Anotar las lecturas obtenidas.

6.4 Titular los viales estándares. Anotar las lecturas obtenidas, estas lecturas son importante debido a que son usadas en el calculo del estándar del equipo

8.3.3 Equipos y Materiales

- ↳ Mezclador – Robot Coupe vertical.
- ↳ Clorhidrometro digital Labconco
- ↳ Homogenizador Brinkmann.
- ↳ Balanza analítica – Capacidad de peso 0.0001 g.
- ↳ Pipetas volumétricas de 2 ml de capacidad
- ↳ Fiolas erlenmeyer de 250ml de capacidad
- ↳ Cilindro o Probeta graduada de 250 ml de capacidad.
- ↳ Viales – 20 x 40 mm.
- ↳ Gradilla para viales.
- ↳ Dispensadores de 1 a 5 ml de capacidad.
- ↳ Pipetas MLA con puntas de 1.0 ml.
- ↳ Pinza para cortar el hilo metálico de plata.
- ↳ Microdispensador de 100ul de capacidad.

8.3.4 Reactivos

- ↳ Gelatina reactiva.
- ↳ Hilo metálico de plata puro
- ↳ Crema para limpiar el hilo de plata.
- ↳ Cloruro de Sodio (Grado reactivo)
- ↳ Ácido Reactivo para sal
- ↳ Solución estándar de sal
- ↳ Solución stock de sal.
- ↳ Solución de trabajo para sal.
- ↳ Estándar de cloruro de sodio– 100 meq/ l.(Compran)
- ↳ Agua destilada libre de CO₂

8.3.5 Preparación de reactivos

8.3.5.1 Gelatina reactiva.

Calentar en un litro de agua destilada y adicionar lentamente el vial de gelatina reactiva (6.2 g). Mover continuamente hasta que el polvo se disuelva. Enfriar y guardar el refrigerador.

8.3.5.2 Ácido Reactivo para Sal

Diluir 10 ml de ácido nítrico y 150 ml de ácido acético en un litro de agua destilada.

8.3.5.3 Solución Estándar de Sal

- a. Solución stock de sal: Disolver 1.0 gramo de cloruro de sodio puro (secado en la estufa a 101°C) en 500 ml de agua destilada en un matraz volumétrico.
- b. Solución de trabajo para sal (0.00025 g/ml de NaCl): Transferir 25 ml de la solución stock de sal en un matraz volumétrico de 200 ml de capacidad y diluir a volumen con agua destilada.

8.3.5.4 Agua destilada libre de CO₂

Agua destilada, hervida por 5 minutos y enfriada

8.3.6 Cálculos

El contenido de sal es calculado usando la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Sal} = \frac{\text{Promedio de la lecturas de la muestra}}{\text{Promedio de la lectura del estándar}}$$

Donde:

Promedio de las lecturas de la muestra: Promedio de las lecturas de los dos viales de la muestra

Promedio de la lectura del estándar: Promedio de las lecturas de los tres viales de la solución de trabajo para sal.

8.3.6.1 Ejemplo

a. Calibración del Clorhidrometro

Se deben obtener tres lecturas consecutivas del vial con 4.5 ml Ácido Reactivo, adicionando Solución Estándar de Cloruro de Sodio 100 meq/L

Lectura obtenidas: 100.4 – 100.4 – 100.6

Lecturas de los viales:

Viales de Ajuste: 99.3 – 99.2 – 99.9

Viales de Blancos: 10.4 – 10.8 - 9.4 – 9.8

b. Calculo del Estándar del Equipo:

Después de ajustar el Equipo al promedio de las lecturas del Blanco (10.1). Se procede a leer los viales de los Estándares

Lecturas:

Viales de Estándares: 90.0 – 90.3 – 90.7

El estándar del equipo es el promedio de las lecturas de los viales de estándares, siendo este:

90.33

A continuación se puede dar lectura a los viales de las muestra problema, las muestra se hacen por duplicado:

El calculo del % de sal es el Promedio de las lecturas de las muestra dividido para el Estándar del Equipo.

<i>Muestra</i>	<i>Lecturas</i>	<i>Promedio</i>	<i>Calculo</i>	<i>% de SAL</i>
Barco: Atún IV, lote 216, Scow 4B, Sp: SJ	113.6 – 113.8	113.7	$\frac{113.7}{90.33}$	1.26
Barco: Yolanda, lote 199, Scow 7E, Sp YF	60.0 – 60.7	60.35	$\frac{60.35}{90.33}$	0.67
Barco: Hiang An, lote 226, Cont MWCU 74916-1, Sp Alb	12.3 – 12.4	12.35	$\frac{12.35}{90.33}$	0.14
Pouch: CBWEK E213M, peso 43oz	90.7 – 90.3	90.5	$\frac{90.5}{90.33}$	1.00
Lata: CWBDF E213M,	43.5 – 44.5	44.0	$\frac{44.0}{90.33}$	0.49



8.4 DETERMINACIÓN DE PORCENTAJE DE HISTAMINA MÉTODO FLUOROMETRICO AOAC MODIFICADO.

8.4.1 Fundamento

Extracción de la histamina de la muestra con metanol, remoción de las sustancias interferentes a través de la resina intercambiadora aniónica. Reacciona con O-phthalic dicarboxaldehyde (OPT) para formar los derivados fluorescentes de la histamina, medidos por el fluorómetro haciendo uso de estándares externos.

8.4.2 Procedimiento

8.4.2.1 Preparación de las columnas

1. Ubicar el disco fragmentado a la base de la columna y ajustar la llave de paso a la columna de vidrio. Adicionar la resina preparada formando un lecho de 8 cm dentro de la columna y agua destilada suficiente para no dejar secar la columna.
2. Mantener el nivel de agua sobre la parte superior de la resina todo el tiempo, aproximadamente 2 cm por encima.
3. La resina no debe de tener burbujas, ni perder agua hasta el punto de secarse, debido a que esto interfiere en la confiabilidad del análisis.

8.4.2.2 Tratamiento de la Muestra

1. Triturar la muestra de pescado crudo o enlatado en un homogenizador. Guardar la muestra debidamente rotulada en un recipiente apropiado. Conservar la muestra en el congelador hasta ser analizada. Para el

análisis descongele la muestra en agua fresca (50 – 60 °F) hasta que este suave. No retener las muestra descongeladas en el refrigerados.

2. Pesar exactamente 10.00 g de muestra en un erlenmeyer de 125 ml
3. Adicionar aproximadamente 60 ml de metanol al 75 % y homogenizar por 2 min a una velocidad media. Enjuagar el homogenizador con metanol al 75 % y recoger el lavado en el frasco de la muestra. Hacerlo bajo la sorbona.
4. Transferir a un matraz volumétrico por medio de un embudo. Enjuagar el residuo con metanol al 75 % y adicionar este lavado al matraz volumétrico. Diluir hasta la marca con metanol al 75 % y mezclar bien. En este punto la extracción del metanol es estable por 4 meses bajo refrigeración.

8.4.2.3 Cromatografía de Intercambio Aniónico.

1. Pasar 20 ml de agua destilada a través de la columna y dejar ~~fluir~~ hasta que el nivel de agua sea cerca de 2 cm sobre la resina.
2. Coloque un tubo cónico de 50 ml que contenga 5.0 ml de HCL 1.0 N para recoger la extracción.
3. Transferir 1.0 ml de la extracción de la muestra (la del matraz volumétrico) dentro de la columna usando una pipeta MLA y su respectiva punta.
4. Inmediatamente adicionar cerca de 10 ml de agua destilada y permitir que el liquido fluya hasta que el nivel este cerca de 2 cm sobre la resina.
5. Cuando el nivel del líquido este cerca de 2 cm sobre la resina , adicionar otros 10 ml de agua destilada y continúe con la extracción.



GIBT

6. Como en el paso 5 adicione 20 ml mas de agua destilada y continúe filtrando hasta que el nivel en el tubo centrifugo llegue a la marca de 50. Tape el tubo y mezcle bien. Lavar la columna con 10- 25 ml de agua destilada antes de aplicar la siguientes extracción.
7. Este es un punto la extracción de las columnas de intercambio iónico son estables bajo refrigeración por lo menos 4meses.

8.4.2.4 Determinación Fluorometrica

a. Calibración del Fluorometro

La calibración del equipo debe ser antes de ser usado, por menos 8 horas (una vez por turno). Calentar por lo menos 30 minutos.

Ajustar el blanco colocando el 0000.

1. Preparar los siguientes tubos cónicos centrífugos:
 - a. Blancos: Dos tubos, cada uno conteniendo 5.0 ml de ácido clorhídrico 0.1 N
 - b. Estándares: Seis tubos. Dos tubos, cada uno conteniendo 5.0 ml de la solución estándar de 0.5 ppm de Histamina. Dos tubos, cada uno conteniendo 5.0 ml de la solución estándar de 1.0 ppm de Histamina. Dos tubos, cada uno conteniendo 5.0 ml de la solución estándar de 1.5 ppm de Histamina.
 - c. Solución control: Dos tubos con 5.0 ml de solución control.
 - d. Muestra Check: Dos tubos con 5.0 ml de muestra check

Cada uno de los tubos debe de contener 1 agitador magnético.

2. Adicionar 10 ml de ácido clorhídrico 0.1 N en cada tubo centrífugo usando una pipeta precisión y mezclar.
3. Adicionar 3 ml de NaOH 1N en cada tubo con una pipeta de precisión y mezclar.
4. Adicionar 1 ml de solución de OPT 0.1% usando una pipeta precisión y mezclar. Colocar el cronómetro en 4 minutos en la adición de OPT.
5. Después de exactamente 4 minutos de la adición de OPT, adicionar 3 ml de H₃PO₄ 3.57N y mezclar inmediatamente.
6. Dejar las soluciones en reposo por 15 minutos. Transferir a los tubos de borosilicato y leer en el fluorómetro.
7. Encerar el fluorómetro usando la solución blanco antes de leer los estándares, la solución control y la muestra check. La solución blanco no puede registrar mas de 4 unidades. Si excede de 4 unidades, chequear los reactivos (desechar se están contaminados). Revisar vasos de vidrio y plástico por contaminación.

Las lecturas son admisibles con una diferencia de una unidad. Se deben de leer los tubos de la siguiente manera

<i>Orden</i>	<i>Descripción</i>	<i>Lectura</i>
1ero	Blancos	0 – 4
2do	Estándar 0.5 ppm	20
3ero	Estándar 1.0 ppm	40
4to	Estándar 1.5 ppm	60
5to	Solución control	40
6to	Muestra check	0 – 4 (baja); 20 –24 (alta)

8. Al leer el blanco ajustar a cero con el menor de las lecturas con la perilla ZERO. Es decir si las lecturas son 2 – 3, se coloca el tubo de lectura 2 y ajustar a 0
9. Leer el estándar de 0.5 ppm, si la lectura no coincide ajustarla con la menor de las lecturas a 20 con la perilla SPAM. Es decir si las lecturas son 19 - 18, se coloca el tubo de lectura 18 y ajustar a 20
10. Leer los tubos con los estándares restantes y las muestra check y control. Registrar la intensidad de fluorescencia de cada uno de los tubos.

c. **Mantenimiento**

- ∞ Reemplace la resina en las columnas después de correr 10-14 muestras.
- ∞ Cheque la eficiencia de la resina pasando 1 ml de solución control estándar de histamina. La lectura de la extracción debe ser 40.
- ∞ Siempre chequee la condición del dihidrocloruro de histamina y de los cristales de OPT . Estos deben siempre estar secos y guardados de acuerdo a las instrucciones de manufactura.

8.4.3 Equipos y materiales

- γb Fluorometro
- γb Columnas cromatográficas de vidrio.
- γb Frascos volumétricos de 100 ml.
- γb Pipetas de precisión con capacidad de 1, 5 y 10 ml.
- γb Tubos de centrifugación cónicos de polipropileno graduados con tapa rosca de 50 ml.
- γb Mezclador
- γb Pipetas MLA de 1.0 y 5.0 ml.
- γb Homogenizador.
- γb Agitadores magnéticos.
- γb Cronómetro.
- γb Embudos plásticos
- γb Matraces erlenmeyer de 125 ml.
- γb Gradillas, para los tubos de borosilicato.
- γb Dispensadores
- γb Balanza de una capacidad de 0.01 g
- γb Balanza analítica de una capacidad de 0.0001 g
- γb Dispensador con tapa rosca para botella de un rango de volumen entre 5- 25 ml.

8.4.4 Reactivos

- γ Resina de intercambio aniónica. Grado analítico
- γ Hidróxido de sodio 2 N
- γ Hidróxido de sodio 1 N
- γ Ácido fosfórico 3.57 N
- γ Metanol
- γ O-phthalic dicarboxaldehyde (OPT) : 97 % de pureza.
- γ Ac. Clorhídrico 1.0 N:
- γ Ac Clorhídrico 0.1 N
- γ Solución estándar de histamina:
 - Solución stock de histamina
 - Solución intermedia de histamina
 - Solución de trabajo, 0.5 , 1.0, y 1.5 ug / 5 ml
 - Solución control estándar de histamina, 10 ug / m
- γ Muestra Check.
- γ Muestra control



8.4.5 Preparación de reactivos

8.4.5.1 Resina de intercambio aniónica. Grado analítico

1. Pesar 30 g de resina de intercambio iónico en un beacker plástico.
2. Añadir NaOH 2 N en una relación de 1 ml por gramo de resina. (la adición del NaOH convierte la resina en la forma de -OH)
3. Mezclar bien y dejar reposar por no más de 30 min.
4. Decantar el líquido y repetir la adición de la base
5. Enjuagar bien la resina con agua destilada para remover todos rastros de NaOH (el pH del lavado debe ser neutro antes de usar la resina). Se hacen lavados cuantos sean necesarios hasta llegar a la neutralidad.
6. Transferir la resina a un recipiente adecuado y almacenar en agua destilada.

8.4.5.2 Hidróxido de sodio 2 N

Pesar 82.6 g. De lenteja de Hidróxido de Sodio, diluyéndose en 1lt de agua destilada. Recuerde que debe enrasarse cuando la solución este fría.

8.4.5.3 Hidróxido de sodio 1 N

Diluir 1 ampolleta 1N de Hidróxido de Sodio de Merck, en 500 ml de agua destilada libre de CO₂, enrasar hasta la marca de 1 lt.

8.4.5.4 Ácido fosfórico 3.57 N

Medir exactamente 120 ml de ácido fosfórico al 85 % usando un recipiente graduado y adicione en un frasco de 1000 ml que contenga 500 ml de agua destilada.

Pipetee exactamente 1.8 ml de ácido fosfórico al 85 % y adicione en la mezcla del ácido. Diluir al volumen con agua destilada , mezclar bien .

Nota 1: Siempre adicione ácido al agua, Realice la adición de ácido bajo la cámara de extracción.

c. Estandarización

Especialmente con ácido fosfórico diferente o mayor al 85 %. Volumen requerido para 1 L de H₃PO₄ = $174937 / (\text{densidad del ácido} \times \% \text{ de ácido fosfórico})$.

Transferir 5 ml de ácido fosfórico 3.57 N dentro de un erlenmeyer de 250 ml. Adicione 5 gotas de indicador fenolftaleína. Titular con hidróxido de sodio hasta punto de viraje de la fenolftaleína. Agitar la muestra luego de la adición del hidróxido de sodio usando un agitador magnético.

Nota 2: El volumen de la titulación (1N NaOH) debe ser de 17.85 ml para una normalidad de 3.57 del H_3PO_4 , si no ajustar la concentración del H_3PO_4 .

$N_{H_3PO_4}$: normalidad del $H_3PO_4 = 3.57 N$

$V_{H_3PO_4}$: volumen del $H_3PO_4 = 5 ml$

$V_{H_3PO_4}$: Volumen de la titulación (Hidróxido de sodio 1N) requerido para titular 5.00 ml de H_3PO_4 3.57 N

$N_{H_3PO_4} * V_{H_3PO_4} = N_{NaOH} * V_{NaOH}$

$V_{NaOH} = N_{H_3PO_4} V_{H_3PO_4} / N_{NaOH}$

$V_{NaOH} = 17.85 ml$

Normalidad del H_3PO_4 si el volumen del hidróxido de sodio no es 17.85 ml:

$N_{H_3PO_4} =$ desconocido

$V_{H_3PO_4} = 5 ml$

$N_{NaOH} = 1 N$

$V_{NaOH} = 20 ml$; por ejemplo

Entonces: $N_{H_3PO_4} * V_{H_3PO_4} = N_{NaOH} * V_{NaOH}$

$N_{H_3PO_4} = N_{NaOH} * V_{NaOH} / V_{H_3PO_4}$

$N_{H_3PO_4} = (1 N * 20 ml) / (5 ml)$

$N_{H_3PO_4} = 4 N$

Esto significa que la concentración del H_3PO_4 puede ser ajustado añadiendo suficiente agua destilada para bajar la normalidad de 4 N a 3.57 N.

Adicionar agua destilada en pequeñas cantidades dentro del frasco de H_3PO_4 , agitar bien y luego repetir el procedimiento de estandarización hasta obtener la normalidad de 3.57 N.

Si la normalidad del H_3PO_4 después de la estandarización es menor que 3.57 adicionar H_3PO_4 al 85 % en pequeñas cantidades y luego repetir la estandarización.

- b. Indicador fenolftaleína : Disolver 0.05 g de fenolftaleína en 100 ml de etanol

8.4.5.5 Metanol al 75 %:

Transferir 750 ml de metanol a un matraz volumétrico de 1000 ml y diluir hasta la marca con agua destilada.

8.4.5.6 O-phthalic dicarboxaldehyde (OPT) al 0.1%

Disolver 100 mg de OPT al 97% en 100 ml de metanol al 100%

Guardar en un frasco color ámbar.

8.4.5.7 Ac. Clorhídrico 1.0 N:

Se miden 83ml de ácido clorhídrico al 37 %, que se trasvasan a una matraz volumétrico que contenga 500 ml de agua destilada libre de CO₂, luego se lleva a la marca con la misma.



8.4.5.8 Ac Clorhídrico 0.1 N

CIBT

Se miden 100 ml de ácido clorhídrico 1.0 N con pipeta volumétrica y se enrasa a 1000 ml en un matraz volumétrico con agua destilada libre de CO₂

8.4.5.9 Solución Estándar de Histamina

a. Solución Stock de Histamina 1g / ml

Pesar 0.1691 g de histamina dihidroclorhidrica grado reactivo (>98%) en un matraz de 100 ml. Disolver con HCL 0.1 N hasta la marca. Guardar en el refrigerador. Preparar semanalmente.

b. Solución Intermedia de Histamina 10 ug / ml

Transferir 1.0 ml de la solución stock en un matraz volumétrico 100 ml y diluir hasta la marca con HCL 0.1 N. Guardar en el refrigerador cuando no se use. Preparar semanalmente.

c. Solución de Trabajo, 0.5 , 1.0, y 1.5 ug /5 ml

Transferir 1, 2 y 3 ml de la solución intermedia en matraces volumétricos de 100 ml respectivamente y diluir cada uno hasta la marca con HCL 0.1 N . Guardar en el refrigerador cuando no se use. Preparar diariamente.

d. Solución control estándar de histamina, 10 ug / ml

Transferir 1 ml de solución stock en un matraz volumétrico de 100 ml y diluir con metanol al 75%.

e. Muestra check

Transferir 1 ml de solución check en un matraz volumétrico de 100 ml y diluir con metanol al 75%.

8.4.6 Cálculos

La histamina es expresada como mg % de histamina o mg de histamina por 100 g de pescado.

Calcular la intensidad de fluorescencia (I) (corregida por el blanco).

$$\text{Pendiente} = m = \frac{((I_a / 1.5) + I_b + (I_c))}{3}$$

Donde:

Ia = Fluorescencia promedio de solución de trabajo 1.5 ug / 5 ml

Ib = Fluorescencia promedio de solución de trabajo 1.0 ug / 5 ml

Ic = Sumatoria de la Fluorescencia de solución de trabajo 0.5 ug / 5 ml

Calcular los mg % de histamina o mg de histamina por 100 g de pescado como sigue:

$$\text{mg \% de histamina} = \frac{10 (IS)}{m}$$

Donde: IS= fluorescencia promedio de la muestra analizada

8.4.6.1 Precisión

La diferencia máxima permitida entre los análisis duplicados es de +/- 1 de intensidad e fluorescencia de histamina.

8.4.6.2 Ejemplo

a. Calibración del Fluorómetro

Después de leer los blancos, se ajusta el equipo en Cero con la perrilla ZERO.

Lectura obtenidas: 1 – 1 ajustadas a 0

Después de leer los Estándares 0.5 ppm de histamina, se ajusta el equipo en 20 con la perrilla SPAM.

Lectura obtenidas: 19 – 19 ajustadas a 20

Lecturas de los tubos:

Tubos de Estándares de 1.0 ppm : 40 - 40

Tubos de Estándares de 1.5 ppm : 60 - 60

b. Calculo del Estándar del Equipo

El calculo es según la siguiente formula:

$$\text{Pendiente} = m = \frac{((I_a / 1.5) + I_b + (I_c))}{3}$$

Donde:

Ia = Fluorescencia promedio de solución de trabajo 1.5 ug / 5 ml = 60

Ib = Fluorescencia promedio de solución de trabajo 1.0 ug / 5 ml = 40

Ic = Sumatoria de la Fluorescencia de solución de trabajo 0.5 ug / 5 ml = 40

$$\text{Pendiente} = m = \frac{((60 / 1.5) + 40 + (40))}{3}$$

$$\text{Pendiente} = m = 40$$

El estándar del equipo es: 10 dividido para la pendiente, siendo este:

$$\underline{0.25}$$

A continuación se puede dar lectura a los tubos de las muestra problema, las muestra se hacen por duplicado:

El calculo del % mg Histamina es el Promedio de las lecturas de las muestra es multiplicado para el Estándar del Equipo.

<i>Muestra</i>	<i>Lecturas</i>	<i>Promedio</i>	<i>Calculo</i>	<i>% de HIST</i>
Barco: Atún IV, lote 216, Scow 4B, Sp: SJ (Raw Fish)	1.0 – 1.0	1.0	1.0 * 0.25	0.25
Barco: Isabel Victoria, lote 145, Scow 2E, Sp YF (Red Meat)	2.0 – 2.0	2.0	2.0 * 0.25	0.50
Barco: Hiang An, lote 226, Cont MWCU 74916-1, Sp Alb	1.0 – 1.0	1.0	1.0 * 0.25	0.25
Pouch: CBWEK E213M, 43oz	1.0 – 2.0	1.5	1.5 * 0.25	0.38
Lata: CWBDF E213M,	1.0 – 1.0	1.0	1.0 * 0.25	0.25

- Raw Fish: Pescado Fresco
- Red Meat: Sangre de la limpieza de los lomos

8.5 ANÁLISIS HECHOS EN ACEITE

Los análisis hechos en laboratorio en los aceites son básicamente dos: Determinación del Índice de peróxido y Determinación porcentaje de Ácidos Grasos.

8.5.1 Determinación del Índice de peróxido

Los aceites son sustancias rápidamente oxidadas por el oxígeno del aire. El resultado es la rancidez, que va acompañada de malos olores y sabores. Por lo tanto es un factor que afecta las propiedades organolépticas del producto terminado.

8.5.2 Determinación del porcentaje de Ácidos Grasos Libres

Este análisis determina el porcentaje de ácidos grasos libres en el aceite. Todos los aceites tienen una cierta cantidad de ácidos grasos libres presentes, pero cuando esta cantidad se eleva es por lo general causa de una lipólisis (acción enzimática sobre la estructura del lípido, liberando sus componentes), la cual es un indicador de la descomposición del producto.



8.6 DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE PEROXIDO

8.6.1 Fundamento

Liberación del Yodo de la muestra por la reacción del Yoduro de Potasio y valoración con una solución de tiosulfato de sodio de normalidad conocida

8.6.2 Procedimiento

1. Pesar 5 +/- 0.05 g de la muestra en un frasco erlenmeyer de 250 ml
2. Adicionar 30 ml de una solución de ácido acético – cloroformo y agitar para disolver la grasa
3. Adicionar 0.5 ml de solución saturada de KI, tapar, dar movimientos giratorios y dejar que reaccione por exactamente 1 minuto dando movimientos ocasionales.
4. Adicionar 30 ml agua y dar movimientos giratorios para mezclar
5. Adicionar 2 ml de indicador de almidón y agitar para mezclar
6. Titular con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.001 N hasta que el color azul haya desaparecido
7. Registrar el volumen consumido de tiosulfato de sodio durante la titulación
8. Realizar una determinación diaria de un blanco. la titulación del blanco no debe exceder de 0.1 ml de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.001 N.

8.6.2.1 Tratamiento de la muestra

La muestra debe de mantenerse en un ambiente fresco y seco, almacenada en un recipiente impermeable a la luz y el aire, debidamente sellados y rotulados.

8.6.3 Equipos y materiales

- ↳ Balanza analítica .- Capacidad de peso 0.0001g.
- ↳ Bureta.- Capacidad de 50 ml.
- ↳ Fiolas erlenmeyer .- Capacidad de 125 , 250 ml

8.6.4 Reactivos

- ↳ Dicromato de potasio
- ↳ Almidón al 1%
- ↳ Tiosulfato de sodio 0.1 N – 0.01 N
- ↳ Solución saturada de yoduro de potasio
- ↳ Solución ácido acético-cloroformo (3:2)

8.6.5 Preparación de reactivos

8.6.5.1 Dicromato de potasio

Dicromato de potasio Grado primario estándar. Secarlo dos horas a 100 °C para poder usar. Guardar en el desecador. Precaución: Sustancia carcinógena.

8.6.5.2 Almidón al 1%.

Pesar 1 g de almidón soluble en una fiola erlenmeyer de 100 ml luego adicionar una pequeña cantidad de agua. Adicionar suficiente agua destilada hasta la marca de 100. Colocar el frasco volumétrico en un plato de calefacción, tan pronto como la solución comience a ebulir retirar del plato. tapar y dejar que se enfríe. Guardar en refrigeración. Preparar semanalmente la solución.

8.6.5.3 Solución saturada de Yoduro de potasio

Pesar 40g de yoduro de potasio y disolverlo en 20 ml de agua destilada. Usar agua recién hervida para preparar la solución. La solución es saturada por la presencia de cristales no disueltos. Guardar en una botella color ámbar.

8.6.5.4 Tiosulfato de sodio 0.1 N.

Disolver 25 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ en 1000 ml de agua destilada por 5 minutos y transferir hasta caliente a un frasco color ámbar y guardar la botella (previamente lavada con una solución de ácido crómico caliente y enjuagada con agua hervida caliente.) Preparar cada tres meses.

8.6.5.5 Tiosulfato de sodio 0.01 N

Adicionar 50 ml de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1 N a un frasco volumétrico de 500 ml y diluir con agua hervida y fría. Preparar en fresco o estandarizar mensualmente.

c. Estandarización

Pesar 0.0100 g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ en un frasco de 250 ml

Adicionar 80 ml de agua libre de cloruros y 2 g de KI para disolver el $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

Adicionar 20 ml de HCl e inmediatamente colocar en la oscuridad por 10 minutos.

Titular el I_2 liberado con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ hasta solución amarillo débil

Adicionar 2 ml de indicador de almidón y continuar titulado hasta cambio de color a azul.

Normalidad del $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{\text{Peso del } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 (1000)}{\text{Volumen de } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 (49.032)}$

8.6.5.6 Tiosulfato de sodio 0.001 N

Pipetear 50 ml de la solución de Tiosulfato de sodio 0.01 N en un frasco volumétrico y diluir hasta la marca con agua hervida y fría. Preparar la solución diariamente.

8.6.5.7 Solución Ácido acético – Cloroformo.

Mezclar 3 partes de ácido acético glacial (grado reactivo) con 2 partes de cloroformo (grado reactivo) Precaución: el cloroformo es una sustancia carcinógena

8.6.5.8 Prueba Diaria

Adicionar 2 gotas de indicador de almidón a 0.5 ml de KI en 30 ml de la mezcla de ácido acético- cloroformo.

Si se forma un color azul cuando se necesita mas de una gota de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ para descargar, Descartar la solución de KI y preparar una solución fresca



8.6.6 Cálculos

$$\text{Valor de peróxido} = \frac{(S - B)(1000) * N}{\text{Peso de la muestra}}$$

Donde:

PV: Miliequivalente de peróxido / 1000g de muestra

S : ml de Na₂S₂O₃ usados para titular la muestra

B : ml de Na₂S₂O₃ usados para titular el blanco

N : Normalidad de la solución de Na₂S₂O₃.

8.6.6.1 Precision

La diferencia máxima permisible entre análisis duplicados en niveles de 0 – 3 meq / kg es de 0.1.

8.6.6.2 Ejemplo

Muestra: Aceite de Girasol

Normalidad de Na₂S₃O₂: 0.001N

ml de consumo de Na₂S₃O₂: 0.3 ml

Peso de la muestra: 5.04 g

B: Se asume el valor del blanco como 0.05ml

$$\text{Valor de peróxido} = \frac{(S - B)(1000)*N}{\text{Peso de la muestra}}$$

$$\text{Valor de peróxido} = \frac{(0.3 - 0.05)(1000)*0.001}{5.04}$$

$$\text{Valor de Peroxido} = 0.05 \text{ meq}$$

8.7 DETERMINACIÓN DEL VALOR DE ACIDEZ

8.7.1 Fundamento

El valor de acidez es el número de miligramos de álcali de baja concentración, necesario para neutralizar los ácidos grasos libres en un gramo de muestra.

En muestras que virtualmente no contienen más que ácidos grasos libres, el valor de acidez se puede convertir por medio de un factor determinado a % de ácido grasos libres.

8.7.2 Procedimiento

1. Tomar una fiola de 250 ml y colocarla sobre la balanza analítica, encerrar la balanza
2. Pesar de 56.42 +/- 0.05 g de muestra en la fiola.
3. Agregar 50 ml de alcohol neutro a 80°C.
4. Adicionar 2 ml de Fenoltaleína.
5. Titularla con hidróxido de 0.1 N hasta que tome una coloración rosada leve durante 30 segundos.
6. Tomar lectura del consumo de hidróxido de sodio para los cálculos.
7. Los resultados se presentan como porcentaje del ácido grasos presente en la muestra. Para los aceites se usa el factor de ácido oleico.

8.7.3 Equipos y materiales

- γ Bureta de 50 ml
- γ Balanza analítica
- γ Erlenmeyer de 250 cm³.
- γ Pipeta pasteur desechable

8.7.4 Reactivos

- ↳ Hidróxido de sodio 0.1 N
- ↳ Alcohol neutro
- ↳ Solución Indicadora de Fenolftaleina

8.7.5 Preparación de reactivos

8.7.5.1 Hidróxido de sodio NaOH 0.1 N

gr= Volumen x miliequivalente x normalidad

gr= 1000 x 0.040 x 0.1

gr= 4

Adicione 4 g de NaOH grado reactivo y se llevan a 1000 ml con agua destilada en un matraz aforado y se agita hasta completa dilución

8.7.5.2 Alcohol neutro

A 50ml de alcohol neutro adicionar 2 ml de solución indicadora de fenolftaleina al 1%, y hacerlo hervir y se titula con hidróxido de sodio 0.1 N en la bureta hasta que tome un color rosado tenue.

8.7.5.3 Solución indicadora de fenolftaleina al 1%

100 ml de agua destilada y 1 ml de fenolftaleina

8.7.6 Cálculos

El valor de acidez expresado en miligramos de NaOH por gramos de muestra es calculado por:

$$\% \text{ A.G.L (Acidez)} = \frac{\text{ml de consumo de NaOH X Factor}}{\text{peso de la muestra}}$$

Para expresar el resultado en % A.G.L en base oleico, laurico o palmitico, divida el valor de índice de acidez por el factor del ácido graso

$$\text{Factor oleico} = N(\text{OHNa}) \times 100 \times 0.282$$

$$\text{Factor palmitico} = N(\text{OHNa}) \times 100 \times 0.256$$

$$\text{Factor laurico} = N(\text{OHNa}) \times 100 \times 0.199$$

8.7.6.1 Ejemplo

Muestra: Aceite de Girasol

Factor: 2.76

Normalidad de NaOH: 0.0979

ml de consumo de NaOH: 0.55

Peso de la muestra: 56.40

$$\% \text{ A.G.L (Acidez)} = \frac{\text{ml de consumo de NaOH X Factor}}{\text{peso de la muestra}}$$

$$\% \text{ A.G.L (Acidez en oleico)} = \frac{0.55 \times 2.76}{56.40}$$

$$\% \text{ A.G.L (Acidez en oleico)} = 0.27$$

CONCLUSIONES

- ∞ Los análisis en pescado fresco deben de ser de preferencia rápidos, debido a las reacciones físicas – químicas que presenta por el proceso normal de descomposición, por lo tanto se debe de mantener refrigerada o congelada dependiendo del tiempo que se demorara en empezar el análisis. Además se trabaja en condiciones de inocuidad para cualquiera que sea el análisis.
- ∞ El control de calidad no solo depende de los análisis químicos-físicos o microbiológicos, también son importantes los análisis organolépticos y los controles en línea. De esta manera se podrá mantener un proceso homogéneo, y elaborar un producto de optima calidad.
- ∞ Hay una gran confiabilidad en los análisis desarrollados dentro del laboratorio, debido a que mensualmente los analistas son evaluados mediante muestras control de laboratorios de Canadá y Estados Unidos, mediante Control de Patrón de Referencia (PTS). Además de esto los laboratorios de control de calidad cuentan con los equipos y materiales, al igual que los reactivos necesarios para los diferentes procedimiento analíticos.

RECOMENDACIONES

- ∞ No solo se debe concientizar al personal sino que también, exigirle cumplimiento de las normas de Seguridad Industrial dentro del laboratorio, ya que estas si están en vigencia en la empresa .
- ∞ Se debe prestar mayor atención al Control de Inventario en el laboratorio para evitar retrasos en la ejecución de los análisis por la falta de reactivos. Siendo preferible manejar el sistema de Inventario con Stock mínimo de reactivos para hacer el pedido.
- ∞ Dentro de los sistemas de Control de Calidad se tiene en cuenta la calibración de los termómetros, siendo estos sensibles a los golpes se le debe exigir al personal que los usa un mayor cuidado de estos.

BIBLIOGRAFIA

γb Técnicas de Laboratorio Químico. Empresa Pesquera Ecuatoriana S.A. 2003



γb Manual de Equipo Labconco Clorhidrometro. 1999

CIBT

γb Manual de Equipo Labconco Fluorometro. 1999

γb Manual de Equipo Bachara Espectrofotometro de Mercurio. 2001

γb Boletín Científico – Técnico. Dr Nelly Camba . Volumen 4 . 1989.

ANEXOS

IDENTIFICACION DE LA MUESTRA EN RECEPCION

INCOMING FISH			
DATE	Oct-03		
ORIGEN			
BOAT	RODOLFO		
LOTE	216		
SCOW	3E		
CONTAINER	PONU 44581-8		
DESTINE	MAQUILA		
TEMPERATURE	0		
No MUESTRAS	3		
YF	SJ	BE	ALB
-3	3-4	4-7	7-10
10-15	15-20	20-25	25-30
30-40	40-50	50-60	+80

Esta la ficha usada en la recepcion para la codificacion de la muestra, al llegar los contenedores a la planta

Para identificar los datos de Especie y Tamaño encieran en un circulo la correspondiente

ESPECIES

SJ Skip Jack

BE Big Eyes

YF Yellow Fin

ALB Albacora

3-4 Se refiere al peso en libras del pescado

DATE Corresponde a la fecha de recepcion del pescado en la planta

ORIGEN Corresponde al lugar de donde viene el barco

BOAT Corresponde al nombre del barco

SCOW Corresponde al numero y ubicación de la cuba dentro del barco

Por lo general no se usa en los Lotes Albacora, en el resto de especie siempre se usa

LOTE Numeracion designada a la carga que llega

CONTAINER Es la codificacion de contenedor que traen Albacora

DESTINE Es el destino final del pescado el cual es MAQUILA

TEMPERATURE La temperatura interna del pescado a la llegada a la planta

HORA		BACH O LOTE
05:00	06:00	A
07:00	08:00	B
09:00	10:00	C
11:00	12:00	D
13:00	14:00	E
15:00	16:00	F
17:00	18:00	G
19:00	20:00	H
21:00	22:00	I
23:00	00:00	J
01:00	02:00	K
03:00	04:00	L

CODIFICACION DE LAS LATAS

CAWCK

C: Chunk o lomo (60% de Flake - 40% de lomo)

A: Albacora

W: Caldo Vegetal o Broth

C: Linea de proceso (Lleando y Sellado)

K: Bach o Lote Según la hora de su elaboracion

KBWDJ

K: Chunk o lomo (70% de lomo - 30 % de Flake)

B: Blendado o mezcla de especies

W: Caldo Vegetal o Broth

D: Linea de proceso (Lleando y Sellado)

J: Bach o Lote Según la hora de su elaboracion

FBODB

F: Flake o carne rallada o desmenuzada

B: Blendado o mezcla de especies

O: Aceite

D: Linea de proceso (Lleando y Sellado)

B: Bach o Lote Según la hora de su elaboracion

Absorbance

%T	<u>0.0</u>	<u>0.1</u>	<u>0.2</u>	<u>0.3</u>	<u>0.4</u>	<u>0.5</u>	<u>0.6</u>	<u>0.7</u>	<u>0.8</u>	<u>0.9</u>
10	1.000	0.996	0.991	0.987	0.983	0.979	0.975	0.971	0.967	0.963
11	0.959	0.955	0.951	0.947	0.943	0.939	0.936	0.932	0.928	0.924
12	0.921	0.917	0.914	0.910	0.907	0.903	0.900	0.896	0.893	0.889
13	0.886	0.883	0.879	0.876	0.873	0.870	0.866	0.863	0.860	0.857
14	0.854	0.851	0.848	0.845	0.842	0.839	0.836	0.833	0.830	0.827
15	0.824	0.821	0.818	0.815	0.812	0.810	0.807	0.804	0.801	0.799
16	0.796	0.793	0.790	0.788	0.785	0.783	0.780	0.777	0.775	0.772
17	0.770	0.767	0.764	0.762	0.759	0.757	0.754	0.752	0.750	0.747
18	0.745	0.742	0.740	0.738	0.735	0.733	0.730	0.728	0.726	0.724
19	0.721	0.719	0.717	0.714	0.712	0.710	0.708	0.706	0.703	0.701
20	0.699	0.697	0.695	0.693	0.690	0.688	0.686	0.684	0.682	0.680
21	0.678	0.676	0.674	0.672	0.670	0.668	0.666	0.664	0.662	0.660
22	0.658	0.656	0.654	0.652	0.650	0.648	0.646	0.644	0.642	0.640
23	0.638	0.636	0.635	0.633	0.631	0.629	0.627	0.625	0.623	0.622
24	0.620	0.618	0.616	0.614	0.613	0.611	0.609	0.607	0.606	0.604
25	0.602	0.600	0.599	0.597	0.595	0.593	0.592	0.590	0.588	0.587
26	0.585	0.583	0.582	0.580	0.578	0.577	0.575	0.573	0.572	0.570
27	0.569	0.567	0.565	0.564	0.562	0.561	0.559	0.558	0.556	0.554
28	0.553	0.551	0.550	0.548	0.547	0.545	0.544	0.542	0.541	0.539
29	0.538	0.536	0.535	0.533	0.532	0.530	0.529	0.527	0.526	0.524
30	0.523	0.521	0.520	0.519	0.517	0.516	0.514	0.513	0.511	0.510
31	0.509	0.507	0.506	0.504	0.503	0.502	0.500	0.499	0.498	0.496
32	0.495	0.493	0.492	0.491	0.489	0.488	0.487	0.485	0.484	0.483
33	0.481	0.480	0.479	0.478	0.476	0.475	0.474	0.472	0.471	0.470
34	0.469	0.467	0.466	0.465	0.463	0.462	0.461	0.460	0.458	0.457
35	0.456	0.455	0.453	0.452	0.451	0.450	0.449	0.447	0.446	0.445
36	0.444	0.442	0.441	0.440	0.439	0.438	0.437	0.435	0.434	0.433
37	0.432	0.431	0.429	0.428	0.427	0.426	0.425	0.424	0.423	0.421
38	0.420	0.419	0.418	0.417	0.416	0.415	0.413	0.412	0.411	0.410
39	0.409	0.408	0.407	0.406	0.405	0.403	0.402	0.401	0.400	0.399
40	0.398	0.397	0.396	0.395	0.394	0.393	0.391	0.390	0.389	0.388
41	0.387	0.386	0.385	0.384	0.383	0.382	0.381	0.380	0.379	0.378
42	0.377	0.376	0.375	0.374	0.373	0.372	0.371	0.370	0.369	0.368
43	0.367	0.366	0.365	0.364	0.363	0.362	0.361	0.360	0.359	0.358
44	0.357	0.356	0.355	0.354	0.353	0.352	0.351	0.350	0.349	0.348
45	0.347	0.346	0.345	0.344	0.343	0.342	0.341	0.340	0.339	0.338
46	0.337	0.336	0.335	0.334	0.333	0.333	0.332	0.331	0.330	0.329
47	0.328	0.327	0.326	0.325	0.324	0.323	0.322	0.321	0.321	0.320
48	0.319	0.318	0.317	0.316	0.315	0.314	0.313	0.312	0.312	0.311
49	0.310	0.309	0.308	0.307	0.306	0.305	0.305	0.304	0.303	0.302
50	0.301	0.300	0.299	0.298	0.298	0.297	0.296	0.295	0.294	0.293
51	0.292	0.292	0.291	0.290	0.289	0.288	0.287	0.287	0.286	0.285
52	0.284	0.283	0.282	0.281	0.281	0.280	0.279	0.278	0.277	0.277

Absorbance

%T	<u>0.0</u>	<u>0.1</u>	<u>0.2</u>	<u>0.3</u>	<u>0.4</u>	<u>0.5</u>	<u>0.6</u>	<u>0.7</u>	<u>0.8</u>	<u>0.9</u>
53	0.276	0.275	0.274	0.273	0.272	0.272	0.271	0.270	0.269	0.268
54	0.268	0.267	0.266	0.265	0.264	0.264	0.263	0.262	0.261	0.260
55	0.260	0.259	0.258	0.257	0.256	0.256	0.255	0.254	0.253	0.253
56	0.252	0.251	0.250	0.249	0.249	0.248	0.247	0.246	0.246	0.245
57	0.244	0.243	0.243	0.242	0.241	0.240	0.240	0.239	0.238	0.237
58	0.237	0.236	0.235	0.234	0.234	0.233	0.232	0.231	0.231	0.230
59	0.229	0.228	0.228	0.227	0.226	0.225	0.225	0.224	0.223	0.223
60	0.222	0.221	0.220	0.220	0.219	0.218	0.218	0.217	0.216	0.215
61	0.215	0.214	0.213	0.213	0.212	0.211	0.210	0.210	0.209	0.208
62	0.208	0.207	0.206	0.206	0.205	0.204	0.203	0.203	0.202	0.201
63	0.201	0.200	0.199	0.199	0.198	0.197	0.197	0.196	0.195	0.194
64	0.194	0.193	0.192	0.192	0.191	0.190	0.190	0.189	0.188	0.188
65	0.187	0.186	0.186	0.185	0.184	0.184	0.183	0.182	0.182	0.181
66	0.180	0.180	0.179	0.178	0.178	0.177	0.177	0.176	0.175	0.175
67	0.174	0.173	0.173	0.172	0.171	0.171	0.170	0.169	0.169	0.168
68	0.167	0.167	0.166	0.166	0.165	0.164	0.164	0.163	0.162	0.162
69	0.161	0.161	0.160	0.159	0.159	0.158	0.157	0.157	0.156	0.156
70	0.155	0.154	0.154	0.153	0.152	0.152	0.151	0.151	0.150	0.149
71	0.149	0.148	0.148	0.147	0.146	0.146	0.145	0.144	0.144	0.143
72	0.143	0.142	0.141	0.141	0.140	0.140	0.139	0.138	0.138	0.137
73	0.137	0.136	0.135	0.135	0.134	0.134	0.133	0.133	0.132	0.131
74	0.131	0.130	0.130	0.129	0.128	0.128	0.127	0.127	0.126	0.126
75	0.125	0.124	0.124	0.123	0.123	0.122	0.121	0.121	0.120	0.120
76	0.119	0.119	0.118	0.117	0.117	0.116	0.116	0.115	0.115	0.114
77	0.114	0.113	0.112	0.112	0.111	0.111	0.110	0.110	0.109	0.108
78	0.108	0.107	0.107	0.106	0.106	0.105	0.105	0.104	0.103	0.103
79	0.102	0.102	0.101	0.101	0.100	0.100	0.099	0.099	0.098	0.097
80	0.097	0.096	0.096	0.095	0.095	0.094	0.094	0.093	0.093	0.092
81	0.092	0.091	0.090	0.090	0.089	0.089	0.088	0.088	0.087	0.087
82	0.086	0.086	0.085	0.085	0.084	0.084	0.083	0.082	0.082	0.081
83	0.081	0.080	0.080	0.079	0.079	0.078	0.078	0.077	0.077	0.076
84	0.076	0.075	0.075	0.074	0.074	0.073	0.073	0.072	0.072	0.071
85	0.071	0.070	0.070	0.069	0.069	0.068	0.068	0.067	0.067	0.066
86	0.066	0.065	0.064	0.064	0.063	0.063	0.062	0.062	0.061	0.061
87	0.060	0.060	0.059	0.059	0.058	0.058	0.057	0.057	0.057	0.056
88	0.056	0.055	0.055	0.054	0.054	0.053	0.053	0.052	0.052	0.051
89	0.051	0.050	0.050	0.049	0.049	0.048	0.048	0.047	0.047	0.046
90	0.046	0.045	0.045	0.044	0.044	0.043	0.043	0.042	0.042	0.041
91	0.041	0.040	0.040	0.040	0.039	0.039	0.038	0.038	0.037	0.037
92	0.036	0.036	0.035	0.035	0.034	0.034	0.033	0.033	0.032	0.032
93	0.032	0.031	0.031	0.030	0.030	0.029	0.029	0.028	0.028	0.027
94	0.027	0.026	0.026	0.025	0.025	0.025	0.024	0.024	0.023	0.023
95	0.022	0.022	0.021	0.021	0.020	0.020	0.020	0.019	0.019	0.018

Absorbance

%T	<u>0.0</u>	<u>0.1</u>	<u>0.2</u>	<u>0.3</u>	<u>0.4</u>	<u>0.5</u>	<u>0.6</u>	<u>0.7</u>	<u>0.8</u>	<u>0.9</u>
96	0.018	0.017	0.017	0.016	0.016	0.015	0.015	0.015	0.014	0.014
97	0.013	0.013	0.012	0.012	0.011	0.011	0.011	0.010	0.010	0.009
98	0.009	0.008	0.008	0.007	0.007	0.007	0.006	0.006	0.005	0.005
99	0.004	0.004	0.003	0.003	0.003	0.002	0.002	0.001	0.001	0.000