



**UNIVERSIDAD NACIONAL DE CHIMBORAZO**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA**  
**CARRERA DE AGROINDUSTRIA**

Elaboración de un manual de prácticas para la formación académica de  
Química Analítica de la carrera de Agroindustria-UNACH

**Trabajo de Titulación para optar al título de**  
**Ingeniero Agroindustrial**

**AUTOR:**

Zhunio Lituma, Andres Leonel

**TUTOR:**

Dra. Ana Mejía López Mgs.


Riobamba, Ecuador. 2026

## DECLARATORIA DE AUTORÍA

Yo, Andres Leonel Zhunio Lituma, con cédula de identidad 0106482847, autor del trabajo de titulación titulado: Elaboración de un manual de prácticas para la formación académica de Química Analítica de la carrera de Agroindustria-Unach, certifico que la producción, ideas, opiniones, criterios, contenidos y conclusiones expuestas son de mí exclusiva responsabilidad.

Asimismo, cedo a la Universidad Nacional de Chimborazo, en forma no exclusiva, los derechos para su uso, comunicación pública, distribución, divulgación y/o reproducción total o parcial, por medio físico o digital; en esta cesión se entiende que el cesionario no podrá obtener beneficios económicos. La posible reclamación de terceros respecto de los derechos de autor de la obra referida será de mi entera responsabilidad; librando a la Universidad Nacional de Chimborazo de posibles obligaciones.

En Riobamba a los 05 del mes de junio de 2026



---

Andres Leonel Zhunio Lituma  
C.I: 0106482847

## DICTAMEN FAVORABLE DEL PROFESOR TUTOR

Quien suscribe, Ana Hortencia Mejía López catedrático adscrito a la Facultad de Ingeniería, por medio del presente documento certifico haber asesorado y revisado el desarrollo del trabajo de titulación: Elaboración de un manual de prácticas para la formación académica de Química Analítica de la carrera de Agroindustria-Unach, bajo la autoría de Andrés Leonel Zhunio Lituma; por lo que se autoriza ejecutar los trámites legales para su sustentación.

Es todo cuanto informar en honor a la verdad; en Riobamba, a los 05 del mes de junio de 2026



---

Dra. Ana Hortencia Mejía López  
C.I: 0601948813

## CERTIFICADO DE LOS MIEMBROS DEL TRIBUNAL

Quienes suscribimos, catedráticos designados Miembros del Tribunal de Grado para la evaluación del trabajo de investigación por Andres Leonel Zhunio Lituma, con cédula de identidad número 0106482847, bajo la tutoría de Dra. Ana Hortencia Mejía López; certificamos que recomendamos la APROBACIÓN de este con fines de titulación. Previamente se ha evaluado el trabajo de investigación y escuchada la sustentación por parte de su autor; no teniendo más nada que observar.

De conformidad a la normativa aplicable firmamos, en Riobamba a los 05 del mes de junio de 2026

Patricia Viña, Mgs.  
PRESIDENTE DEL TRIBUNAL DE GRADO

Handwritten signature of Patricia Viña in blue ink, written over a horizontal line.

Víctor Valverde, PhD.  
MIEMBRO DEL TRIBUNAL DE GRADO

Handwritten signature of Víctor Valverde in blue ink, written over a horizontal line.

Daniel Luna, Mgs.  
MIEMBRO DEL TRIBUNAL DE GRADO

Handwritten signature of Daniel Luna in blue ink, written over a horizontal line.



# CERTIFICACIÓN

Que, **ZHUNIO LITUMA, ANDRES LEONEL** con CC: **0106482847**, estudiante de la Carrera **AGROINDUSTRIA**, Facultad de **INGENIERIA**; ha trabajado bajo mi tutoría el trabajo de investigación titulado **“Elaboración de un manual de prácticas para la formación académica de Química Analítica de la carrera de Agroindustria-UNACH)”**, cumple con el 6 %, (1% de similitud y 5% de texto potencialmente generados por la IA) de acuerdo al reporte del sistema Anti plagio **COPILATO**, porcentaje aceptado de acuerdo a la reglamentación institucional, por consiguiente autorizo continuar con el proceso.

Riobamba, 29 de marzo de 2026



---

Mgs. Ana Mejía López  
**TUTORA**

## DEDICATORIA

Primeramente, dedico este logro a Dios, por acompañarme en cada paso de este camino. Gracias por darme la paciencia, la fe y la voluntad para terminar esta etapa tan importante.

A mi Madre, **Mercedes L**, con todo mi amor y gratitud. por ser mi ejemplo de esfuerzo, por sus consejos, su apoyo y por creer en mí. A mis hermanos **Daniel y Tamara**, por su cariño, por estar siempre presentes moralmente, su apoyo y alegría me motivaron a seguir adelante.

Dedico esta tesis a mi fiel compañera, **Alexandra C.**, una de las personas que más amo en este mundo. Su apoyo constante, tanto como amiga y compañera, ha sido fundamental para la realización de este proyecto. A través del diálogo y su acompañamiento sincero, logró que mi trabajo se convierta en un esfuerzo valorado y significativo. Su comprensión, paciencia y amor inquebrantable fueron un pilar esencial durante todo este recorrido. Gracias por acompañarme con ternura, por alentarme en los momentos de cansancio y por celebrar conmigo uno de los primeros logros de mi vida.

También, dedico este trabajo con mucho afecto a mi Padre **Daniel S.Z** y tía **María Angelita Z**, quienes partieron de este mundo. Pero permanecen vivos en mi memoria y corazón de mi familia, su amor y ejemplo continúan siendo una inspiración constante en el trayecto de mi vida.

A mi mejor amigo **Steven**, quien me acompañó desde la escuela, gracias por su amistad y sus palabras de ánimo. A mis amigos **Isaac, Erick, Rashell, Annette, Bethy y Jairo Ríos**, con quienes compartí todo el trayecto universitario, desafíos, aprendizaje y momentos inolvidables.

Finalmente me dedico este logro, por no rendirme cuando las cosas se complicaron, por mantener la fe en mis capacidades y por demostrarme que los sueños se alcanzan con esfuerzo y dedicación.

*Zhunio Lituma Andres Leonel*

## AGRADECIMIENTO

Expreso mi más sincero agradecimiento a la Universidad Nacional de Chimborazo, en especial a la Facultad de Ingeniería y a la carrera de Agroindustria, por brindarme la oportunidad de formarme profesionalmente y proporcionarme las herramientas necesarias para culminar con éxito esta etapa académica.

Mi profundo agradecimiento a mi tutora, **Dra. Ana Mejía López**, por su guía, paciencia y dedicación durante el desarrollo de este proyecto. Su orientación académica, sus valiosas observaciones y su constante apoyo fueron fundamentales para alcanzar los objetivos propuestos.

De igual manera, A todos mis amigos de carrera, por compartir esfuerzos, ideas y momentos de aprendizaje que hicieron de este proceso una experiencia enriquecedora.

Finalmente, agradezco a todas las personas que, de una u otra forma, contribuyeron con su apoyo moral, motivación y confianza, haciéndome creer que cada meta es alcanzable con esfuerzo, perseverancia y fe.

*Zhunio Lituma Andres Leonel*

# ÍNDICE GENERAL

DECLARATORIA DE AUTORÍA	
DICTAMEN FAVORABLE DEL PROFESOR TUTOR	
CERTIFICADO DE LOS MIEMBROS DEL TRIBUNAL	
CERTIFICADO ANTIPLAGIO	
DEDICATORIA	
AGRADECIMIENTO	
ÍNDICE GENERAL	
ÍNDICE DE TABLAS	
ÍNDICE DE FIGURAS	
RESUMEN	
ABSTRACT	

CAPÍTULO I. INTRODUCCION.....	14
1.1. Antecedentes.....	14
1.2. Problema .....	15
1.3. Justificación.....	16
1.4. Objetivos .....	17
1.4.1 General .....	17
1.4.2 Específicos.....	17
CAPÍTULO II. MARCO REFERENCIAL.....	18
CAPÍTULO III. METODOLOGÍA .....	22
3.1. Contexto general .....	22
3.2 Identificación de necesidades y problemas .....	22
3.2.1 Inventario de infraestructura, equipos, materiales y reactivos presentes en el laboratorio .....	23
3.2.2 Prácticas ejecutadas.....	26
3.3 Fortalezas y debilidades .....	27
3.4 Limitaciones y amenazas.....	27
3.5 Síntesis del diagnóstico .....	28
3.6 Descripción general del proyecto.....	28

3.6.1 Fundamentación técnica .....	29
3.7 Resultados del desarrollo .....	30
3.7.1 Contenido del manual de prácticas.....	30
3.7.2 Estructura de las prácticas .....	33
3.7.3 Número total de prácticas y tiempo de ejecución .....	34
3.7.4 Implementación de materiales y reactivos.....	35
CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	38
CAPÍTULO V. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES .....	40
5.1. Conclusiones.....	40
5.2. Recomendaciones .....	40
BIBLIOGRAFÍA .....	41
ANEXOS.....	43

## ÍNDICE DE TABLAS.

Tabla 1 Infraestructura y servicios básicos .....	23
Tabla 2 Materiales para análisis volumétricos .....	24
Tabla 3 Reactivos para los métodos volumétricos .....	24
Tabla 4 Equipos, materiales y reactivos para el análisis gravimétrico .....	25
Tabla 5 Prácticas y tiempo de ejecución.....	34
Tabla 6 Requerimientos de reactivos y materiales para los análisis.....	35
Tabla 7 Insumos adquiridos.....	36

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 Ubicación del laboratorio de Control de Calidad .....	23
Figura 2 Laboratorio de control de calidad .....	23
Figura 3 Acta entrega recepción .....	39
Figura 4 Formato de las guías de prácticas .....	38

## RESUMEN

Este proyecto técnico se llevó a cabo debido a la inexistencia de un documento tangible y formalizado que contenga las prácticas de laboratorio de la asignatura de Química Analítica Aplicada impartida en el segundo semestre de la carrera de Agroindustria de la Universidad Nacional de Chimborazo (Unach). El objetivo fue diseñar e implementar un manual de prácticas como estrategia didáctica en la construcción de conocimiento de los estudiantes y un apoyo de docencia para los docentes en sus actividades académicas y de investigación. Para su elaboración, se inició con un diagnóstico de la situación actual identificando fortalezas, oportunidades, limitaciones y amenazas, además se realizó un inventario de equipos, materiales y reactivos para conocer las condiciones reales del laboratorio y determinar procedimientos e insumos faltantes. El diagnóstico realizado evidenció que, aunque el laboratorio cuenta con una infraestructura aceptable y equipos básicos que funcionan, existen varias dificultades que influyen negativamente en la calidad y el aprovechamiento de las prácticas. Entre los principales problemas se destacan la falta de suficientes materiales y reactivos, lo que limita el desarrollo adecuado de las actividades formativas. Asimismo, se determinó que una de las principales debilidades es la ausencia de un manual estandarizado de prácticas para las diversas asignaturas. Para suplir lo anterior se realizó un manual de prácticas que contiene las siguientes secciones: Disposiciones generales que reúne las normas básicas e información esencial que orienta el trabajo dentro del laboratorio, la segunda sección es sobre análisis volumétricos donde se exponen 8 prácticas con 26 procedimientos, la tercera sección trata de los métodos gravimétricos con 2 prácticas y 4 determinaciones y la última sección trata de la determinación de la composición básica de los alimentos en cuanto a sus componentes nutricionales conocido como análisis proximal de Weede con una práctica y 6 procedimientos ejecutados en 3 sesiones, finalmente se procedió a la adquisición de reactivos y materiales faltantes con el propósito de garantizarla la correcta ejecución de las prácticas expuestas en el manual. En conclusión, este documento se establece como un apoyo académico fundamental en la formación estudiantil, al impulsar el desarrollo de competencias técnicas y fortalecer la preparación para su futuro desempeño profesional en la industria agroalimentaria.

**Palabras Claves:** Manual, Química Analítica, volumetría, gravimetría, análisis proximal

## ABSTRACT

This technical project was carried out due to the absence of a tangible, formalized document outlining the laboratory practices for the Applied Analytical Chemistry course taught in the second semester of the Agroindustry program at Universidad Nacional de Chimborazo (UNACH). The objective was to design and implement a laboratory practice manual as a didactic strategy for the construction of students' knowledge and as teaching support for instructors in their academic and research activities. For its development, a qualitative methodology was applied. The process began with a diagnosis of the current situation, identifying strengths, opportunities, limitations, and threats. In addition, an inventory of equipment, materials, and reagents was conducted to determine the real laboratory conditions and identify missing procedures and supplies. The diagnosis revealed that, although the laboratory has acceptable infrastructure and functional basic equipment, several difficulties negatively affect the quality and effectiveness of the laboratory practices. Among the main problems identified were the lack of sufficient materials and reagents, which limit the proper development of training activities. Likewise, it was determined that one of the principal weaknesses is the absence of a standardized laboratory practice manual for the different subjects. To address these issues, a practice manual was developed containing several sections. The first section, General Provisions, includes basic regulations and essential information to guide laboratory work. The second section focuses on volumetric analysis and presents 8 laboratory practices with 26 procedures. The third section addresses gravimetric methods, including 2 laboratory practices and 4 determinations. The final section deals with the determination of the basic composition of foods in terms of their nutritional components, known as the Weende proximate analysis, which consists of 1 laboratory practice and 6 procedures carried out in 3 sessions. Finally, the missing reagents and materials were acquired to ensure the proper execution of the practices described in the manual. In conclusion, this document serves as a fundamental academic support tool in student training by promoting the development of technical competencies and strengthening preparation for future professional performance in the agro-food industry.

**Keywords:** Manual, Analytical Chemistry, volumetry, gravimetry, proximate analysis.



Reviewed by:  
Mgs. Hugo Romero  
**ENGLISH PROFESSOR**  
C.C. 0603156258

## CAPÍTULO I. INTRODUCCION

### 1.1. Antecedentes

Zumbado (2022) define a la Química Analítica como “la rama de la química que estudia y desarrolla los métodos, técnicas y procedimientos empleados en muchos campos de la ciencia para identificar y cuantificar la composición química de una sustancia”.

La Química Analítica se aplica en muchos ámbitos como en el sector agrícola, clínico, ambiental, forense, en la manufactura, en metalurgia y lo que es más importante en el sector alimentario, aquí el análisis químico constituye una herramienta importantísima en el control de calidad de los productos agroindustriales y otras matrices alimentarias, así como también en la determinación del valor nutricional de los alimentos y en estudios de conservación y análisis toxicológicos entre otras muchas aplicaciones (Zumbado, 2022).

Por lo anterior el estudio de la Química Analítica es una ciencia esencial dentro de la formación académica de diversos futuros profesionales, y en este caso de los futuros ingenieros agroindustriales, por lo que esta asignatura con el nombre de Química Analítica Aplicada es impartida en el segundo semestre de la carrera de Agroindustria de la Universidad Nacional de Chimborazo (Unach) es de naturaleza teórica práctica y abarca los temas de los análisis clásicos es decir los métodos de análisis volumétrico y análisis gravimétrico, aplicados al análisis de control y aseguramiento de la calidad de los productos agroindustriales.

En cuanto a la naturaleza práctica de las asignaturas, Egel (2019) señala que la actividad experimental es importante porque despierta y desarrolla la curiosidad de los estudiantes, ayudándolos a resolver problemas, a fortalecer los conocimientos conceptuales, procedimentales y actitudinales, desarrollan y fortalecen competencias significativas, como sacar conclusiones claras, usar un lenguaje científico de forma sencilla, registrar correctamente los datos, diseño y aplicación de experimentos, relación práctica-contexto, relaciones grupales (trabajo en equipo) e hipótesis, entre otras. El autor aclara que, “si el contacto con el laboratorio es escaso, o poco frecuente no es posible desarrollar completamente competencias y habilidades científicas”.

Así mismo, Morejón et al. (2023) señala que los estudiantes que realizaron prácticas experimentales áulicas obtuvieron un mayor rendimiento académico, en comparación con los que solo recibieron enseñanza teórica, demostrando que las prácticas experimentales fortalecen los conocimientos teóricos, debido a que los estudiantes se vuelven protagonistas de su propio aprendizaje cuando realizan actividades por sí mismos.

Por otra parte, Velásquez, M. G. et al. (2017) marca la importancia de contar con un manual de procedimientos misma que debe ser implementada sobre todo una vez que la empresa decide abrir sus puertas, estos manuales permite: Estandarizar los métodos de trabajo; unificar criterios; realizar de manera eficiente las actividades, y; es una herramienta

muy útil que una organización pueda tener al momento de recibir a nuevos colaboradores, en este caso nuevos docentes y estudiantes.

Se identificó en la revisión bibliográfica que existen un gran número de universidades sobre todo extranjeras que disponen de manuales de prácticas para diferentes tipos de laboratorio, tales como Química General, Biología, Química Analítica entre otros, siendo éstas de gran utilidad para los diferentes actores.

Por todo lo anterior, el propósito de este estudio técnico fue diseñar e implementar un manual que incluye guías de las prácticas de laboratorio que responden a los objetivos y contenidos del programa de la asignatura de Química Analítica Aplicada de la Unach, así como la adquisición de material y reactivos necesarios para su ejecución por un periodo de tres semestres académicos.

Por ende, el manual realizado será una ayuda didáctica para los estudiantes y docentes, ya que describe procedimientos claros, actuales y fáciles de comprender, enfocados en mejorar el aprendizaje práctico y científico en la formación de los futuros ingenieros agroindustriales.

## **1.2. Problema**

En la Universidad Nacional de Chimborazo (Unach), en la carrera de Agroindustria, se identificó que el laboratorio destinado para las prácticas de la asignatura de Química Analítica no cuenta con un manual de prácticas que guíen de manera clara y uniforme el trabajo de los estudiantes y docentes. También, se comprobó que material de laboratorio y reactivos necesarios para algunas prácticas eran insuficientes.

A esto se suma, que la carrea dispone d de un único técnico de laboratorio para dar soporte a todas las asignaturas que contemplan actividades experimentales. Esta situación limita la posibilidad de un acompañamiento continuo durante cada práctica, dificultad que se destaca cuando los estudiantes realizan actividades en horarios extracurriculares o de forma autónoma fuera del horario regular de atención.

Con lo anteriormente dicho, se evidenció la necesidad de diseñar e implementar un manual de laboratorio para la asignatura de Química Analítica Aplicada, que contenga guías experimentales estructuradas orientadas a reforzar los conocimientos teóricos impartidos en el aula y al desarrollo de habilidades técnicas y competencias analíticas en los estudiantes.

### 1.3. Justificación

La necesidad de documentar las prácticas de asignatura de Química Analítica Aplicada en un documento tangible y formalizado como son los manuales se justifica porque varios autores señalan su importancia como una estrategia didáctica en la construcción del conocimiento, siendo así que varias universidades sobre todo extranjeras lo disponen.

Así, Guzmán & Blanco (2025) señala que la ausencia de un manual de prácticas estandarizado había generado dificultades en la enseñanza, provocando variaciones en los procedimientos, errores experimentales y resultados poco confiables, por ello, fue necesario contar con un recurso didáctico que sirviera de guía para la correcta ejecución de las prácticas, asegurando uniformidad, precisión y rigor científico mejorando la forma en que se realizan las prácticas de laboratorio, ya que ayudó a ordenar y aplicar correctamente los métodos de análisis utilizados. Esto aportó a una mejor comprensión de los procesos y a obtener resultados más confiables durante las prácticas.

Según el Manual de Actividades de Los Alimentos (2018), indica que el desarrollo de prácticas aporta de manera importante a la correcta aplicación de métodos analíticos y al aseguramiento de calidad de los alimentos.

También, la Universidad de Vigo, a través de la guía de seguridad e higiene en el laboratorio (s.f.) señala la importancia y un mejor aprovechamiento de los recursos disponibles, así como el desarrollo del pensamiento crítico y capacidad investigativa en los estudiantes.

En México el Tecnológico De Estudios Superiores De Ecatepec cuenta con un manual de Química Analítica y señala en su introducción que:

La razón de ser de estas sesiones experimentales, que han sido compiladas de diversas fuentes y adaptadas a las necesidades de un programa basado en competencias profesionales, es hacer consciente al alumno que la ejecución correcta de una práctica se encuentra facilitada, por una investigación previa del tema, su comprensión y reflexión en el planteamiento de todo aquello que se pretende realizar experimentalmente (Ecatepec, 2021)

La Universidad Autónoma de Baja California Facultad de Medicina y Psicología cuenta con el manual de Química y Conservación de los Alimentos, indica que el propósito de este manual es apoyar en el aprendizaje. El manual sigue el método de enseñanza basado en competencias, con el fin de orientar a los alumnos sobre las actividades programadas y muestra una serie de procedimientos sobre actividades que se realizarán durante el transcurso del semestre (Alcalá y Ochoa, 2017).

En contexto general, los manuales de prácticas sirven como una herramienta que ayuda a mejorar el nivel académico, facilitar el desarrollo de las actividades experimentales y reforzar la preparación profesional de los estudiantes.

## **1.4. Objetivos**

### **1.4.1 General**

Diseñar e implementar un manual de prácticas para el laboratorio de Química Analítica, orientado a la carrera de Agroindustria de la Universidad Nacional de Chimborazo, que estandarice procedimientos y facilite el desarrollo de actividades académicas y de investigación.

### **1.4.2 Específicos**

- Investigar y recopilar prácticas vigentes en el ámbito de la Química Analítica que sean relevantes para la formación académica en Agroindustria.
- Estructurar e implementar protocolos detallados para las prácticas más representativas de la asignatura de Química Analítica, con ampliación en la docencia.
- Elaborar un manual estandarizado de prácticas que compilen los procedimientos definidos que sirva de guía técnica para estudiantes y docentes.

## CAPÍTULO II. MARCO REFERENCIAL

En este capítulo se exponen diversos manuales de prácticas de Química Analítica implementados en diversas instituciones de educación superior y la revisión de sílabos de esta asignatura, estas consultas permiten reconocer la importancia que tienen las actividades de laboratorio en la formación de profesionales y la importancia de diseñar e implementar un manual en la carrera de Agroindustria de la Unach.

En este contexto, el manual de prácticas elaborado titulado Fundamentos del Análisis Químico Con Aplicaciones Prácticas para la carrea de Agronomía por Goyeneche (2023), presentan indicaciones claras sobre las etapas del análisis químico, métodos del análisis químico cuantitativo, expresiones de concentraciones, diluciones, cálculos estequiométricos, reactivos, equipos y procedimientos básicos del análisis químico, el error experimental, gravimetría, equilibrios acido-base y volumetrías. Gracias a esto, los estudiantes han logrado desenvolverse mejor en el laboratorio y mejorar su rendimiento académico.

La Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Estudios Superiores Zaragoza, posee un manual de laboratorio de química analítica elaborado por Velásquez, M. G. et al. (2017), los autores expresan que este manual representa una guía para cumplir con los objetivos planteados en el laboratorio, no es un manual de prácticas preestablecidas, dado que se propone trabajar por proyectos; de esta forma se pretende que, con proyectos sencillos, el alumno investigue, integre, aplique, reorganice, compruebe conceptos y teorías que le permitan aprendizajes significativos.

En el Instituto Tecnológico de Tepic (Becerra, (2019). El manual implementado, tiene 14 prácticas de laboratorio de Química Analítica. La primera práctica introduce los conceptos básicos de seguridad en el laboratorio. Las prácticas siguientes cubren técnicas analíticas como volumetría, complexometría, gravimetría y electroquímica para determinar diversas sustancias. El manual provee instrucciones detalladas para cada práctica y resalta la importancia de la seguridad en el laboratorio

Los autores Velásquez, M. G. et al. (2017), a través del Manual de Laboratorio de Química Analítica correspondiente a la carrera de Ingeniera Agroindustrial, dispone de un documento académico que orienta el desarrollo del proceso de enseñanza-aprendizaje en el laboratorio. Dicho manual de prácticas de laboratorio de Química Analítica incluye actividades orientadas al desarrollo de competencias experimentales, tales como la preparación de disoluciones con concentración conocida, métodos gravimétricos para la determinación de metales y valoraciones analíticas para la identificación y cuantificación de componentes en muestras. Estas prácticas se acompañan de fundamentos teóricos, objetivos claros y ejercicios de análisis de resultados, lo que permite una comprensión integral del proceso analítico desde la toma de muestra hasta la interpretación de los datos.

En general, los diferentes manuales abordan prácticas de química analítica incluyendo la aplicación de técnicas clásicas y modernas para la identificación y cuantificación de analitos en diferentes matrices, enfatizando la importancia del proceso

analítico completo: definición del problema, muestro adecuado, selección del método, ejecución experimental, tratamiento de datos y validación de resultados. Estas investigaciones suelen combinar fundamentos teóricos con la ejecución práctica en laboratorio para formar competencias analíticas sólidas y aplicables en contextos científicos e industriales (Goyeneche, 2023)

Por otro lado, en la formación en el ámbito agroindustrial resulta fundamental que los estudiantes desarrollen competencias prácticas en el uso de técnicas analíticas aplicadas al control de calidad de productos. En este sentido, se destaca la importancia del aprendizaje de métodos básicos, como la determinación de parámetros fisicoquímicos, así como el uso de técnicas instrumentales entre las que se incluyen la espectrofotometría UV- visible y los métodos cromatográficos. Asimismo, se resalta la necesidad de adquirir habilidades para el análisis de la composición de los alimentos, la determinación de metales pesados y el manejo adecuado de los procedimientos de preparación y conservación de muestras, aspectos esenciales para su aplicación en contextos productivos e industriales (Alonso, 2021)

Un ejemplo de esta metodología se evidencia en la Universidad Nacional de la Plata, donde la enseñanza de la Química Analítica integra contenidos teóricos con actividades prácticas de laboratorio orientadas al desarrollo de competencias experimentales. En este enfoque, las prácticas de laboratorio abordan el análisis cualitativo y cuantitativo de sustancias, incluyendo procedimientos volumétricos y gravimétricos, así como el estudio de equilibrios químicos, con el propósito de fortalecer la comprensión de los fundamentos analíticos y su aplicación en contextos experimentales y productivos (Sampaolesi, 2019)

En la Universidad Autónoma de Madrid (España), el curso de Química Analítica I incluye un bloque de 10 sesiones de prácticas en laboratorio, donde los estudiantes aplican técnicas de análisis cuantitativo y cualitativo en muestras reales (UAM, 2023)

Por su parte, diversos estudios evidencian que la formación en química analítica con enfoque aplicado integra de manera significativa las clases teóricas con prácticas de laboratorio orientadas al análisis de matrices propias de la industria alimentaria. En este contexto, se destaca el uso de métodos analíticos para la determinación de componentes como metales y grasas, así como el desarrollo y aplicación de técnicas cromatográficas e instrumentales, permitiendo a los estudiantes participar en proyectos experimentales avanzados y en la resolución de problemáticas reales en el ámbito industrial (Idrovo & Morán, 2025).

En Estados Unidos, la Universidad de California Davis (UC Davis) desarrolla asignaturas como Food Chemistry Laboratory y Physical and Chemical Methods for Food Analysis, en las que los estudiantes realizan prácticas orientadas al análisis de la composición de los alimentos, la medición de propiedades fisicoquímicas y el uso de equipos modernos para evaluar la calidad e inocuidad alimentaria (Mitchell, 2020)

De manera similar, en Texas A&M University-Commerce, el curso Advanced Analytic Chemistry se enfoca en actividades prácticas donde los estudiantes aprenden a

validar procedimientos analíticos, realizar titulaciones, trabajar con equilibrios ácido-base, analizar proteínas y determinar metales mediante técnicas instrumentales, fortaleciendo así sus habilidades en el laboratorio (Laurence, 2022)

La Universiteit Gent (2024) en Bélgica, a través del curso Food Chemistry and Analysis, complementa la teoría con práctica de laboratorio que permite al estudiante familiarizarse tanto con métodos analíticos básicos como avanzados, así como con la instrumentación utilizada en la industria alimentaria.

Fragoso et al. (2020) indica que la identificación, análisis de nutrientes, la validación de métodos y el control de calidad son importantes para formar profesionales en la industria alimentaria y garantizar un control de calidad a los productos.

El análisis comparativo de los manuales y experiencias revisadas permite evidenciar que las brechas identificadas en el laboratorio de Química Analítica Aplicada de la carrera de Agroindustria de la Unach no son un caso aislado, sino que responden a una problemática común en instituciones de educación superior. Instituciones como el Instituto Tecnológico de Tepic (Becerra, 2019) y la Universidad Nacional Autónoma de México (Velásquez et al., 2017) desarrollaron sus manuales precisamente ante la ausencia de procedimientos que articularan la teoría con la práctica experimental. En el contexto, los laboratorios de la carrera de Agroindustria-Unach presenta una situación similar, la carencia de un manual formalizado, la insuficiencia de materiales y reactivos, y la dependencia de guías elaboradas por período académico sin estructura común, generan variaciones en los procedimientos y limitan el desarrollo de competencias técnicas en los estudiantes, tal como advierten Guzmán y Blanco (2025) al señalar que dicha ausencia provoca errores experimentales y resultados poco confiables.

A diferencia de universidades internacionales como UC Davis (Mitchell, 2020) o la Universiteit Gent (2024), que integran prácticas con instrumentación avanzada y matrices alimentarias reales, la realidad del laboratorio de la carrera de Agroindustria-Unach exige un punto de partida más fundamental, contar con un documento que recopile los procedimientos básicos de Química Analítica Aplicada y garantice que cada estudiante, independientemente del docente o del período, tenga acceso a una guía clara, uniforme y pertinente a las necesidades de la industria agroalimentaria. La construcción de este manual responde, por tanto, a esa brecha estructural, alineando los contenidos con las competencias que demanda el sector agroindustrial, en concordancia con lo que Zumbado (2022) plantea respecto a la evaluación del impacto de los manuales a través de indicadores de desempeño, autonomía y percepción de utilidad de docentes y estudiantes.

Un aspecto fundamental del manual es la base normativa sobre la que se fundamentan los procedimientos analíticos seleccionados. En el ámbito del análisis de alimentos y control de calidad agroindustrial, las normativas oficiales constituyen el referente técnico que garantiza la validez, reproducibilidad y comparabilidad de los resultados obtenidos en el laboratorio. El Instituto Ecuatoriano de Normalización (INEN) establece los métodos oficiales para el análisis de materias primas y productos alimenticios en el Ecuador, siendo sus normas de cumplimiento obligatorio en el contexto nacional (INEN, 2024). A nivel

latinoamericano, las Normas Oficiales Mexicanas (NOM), emitidas por la Secretaría de Salud y la Secretaría de Economía de México, y las normas COVENIN de Venezuela, proporcionan protocolos detallados para la determinación de parámetros fisiocoquímicos, microfísicos y bromatológicos en alimentos.

En el plano internacional, la Association of Official Analytical Chemists (AOAC International) es reconocida como el organismo de mayor autoridad en la validación y certificación de métodos analíticos para alimentos y matrices relacionadas; sus métodos oficiales son ampliamente adoptados por laboratorios acreditados y organismos reguladores a nivel mundial (AOAC International, 2023). La incorporación de estas normativas como referencia no solo fortalece el rigor científico del presente trabajo, sino que prepara a los estudiantes de Agroindustria para desenvolverse con criterio técnico en el sector productivo, donde el conocimiento y aplicación de estas normativas es un requisito indispensable para el aseguramiento de la calidad.

Finalmente, en relación con la evaluación del impacto de los manuales de laboratorio, Zumbado (2022), plantean un modelo basado en indicadores de desempeño, el cual considera aspectos como el porcentaje de prácticas realizadas con éxito, la calidad de los resultados obtenidos, el tiempo empleado en los procedimientos, el nivel de autonomía alcanzado por los estudiantes y la percepción de utilidad tanto por parte de docentes como de alumnos.

## CAPÍTULO III. METODOLOGÍA

### 3.1. Contexto general

En la carrera de Agroindustria de la Unach, la asignatura de Química Analítica con el código AGB053125 que se dicta en segundo semestre, constituye un componente esencial en la formación académica, debido a su aplicación directa en el análisis, control de calidad de materias primas y productos agroindustriales.

Al ser una asignatura práctica, la parte experimental se realiza en el laboratorio de control de calidad que se encuentra ubicado en las naves industriales (Figura 1), en el área destinada a los laboratorios de la carrera de Agroindustria, adicionalmente en esta nave se encuentran 5 laboratorios especializados (cárnicos, frutas y hortalizas, cereales y oleaginosas, microbiología, no alimentarios).

#### Figura 1

Ubicación del laboratorio de Control de Calidad



*Nota.* Captura de pantalla de Google Maps donde se indica la ubicación del laboratorio de Control de Calidad dentro del campus universitario. Coordenadas aproximadas:  $-1.652384, -78.641275$ .

### 3.2 Identificación de necesidades y problemas

Partiendo desde las condiciones actuales del laboratorio y de la experiencia en el desarrollo de las prácticas, uno de los principales problemas que fueron identificados fue la insuficiente disponibilidad de materiales y reactivos necesarios para la ejecución completa y sistemática de las prácticas de Química Analítica. Durante esta revisión con juntamente con el técnico de laboratorio, se constató la ausencia o insuficiencia de insumos indispensables, lo que obligaba a modificar, reducir o postergar algunas prácticas, afectando la continuidad del proceso formativo y correcta aplicación de los métodos analíticos.

También, se evidenció que las prácticas se realizan a partir de guías elaboradas en cada periodo académico, las cuales son revisadas por la Dirección de Carrera y deben

cumplir con los resultados de aprendizaje establecidos para la asignatura. Sin embargo, el análisis de las guías revisadas reveló que, si bien cumplen con los requisitos formales exigidos por la carrera, no se revisa su contenido.

Para identificar las necesidades reales de las prácticas de la asignatura, se llevó a cabo el levantamiento de la siguiente información:

### 3.2.1 Inventario de infraestructura, equipos, materiales y reactivos presentes en el laboratorio

Se realizó un inventario del laboratorio de Control de Calidad con el fin de evaluar las condiciones iniciales en cuanto a la infraestructura, equipos, materiales y reactivos disponibles para la ejecución de las prácticas de Química Analítica. Este diagnóstico inicial permitió identificar las limitaciones existentes, así como establecer las necesidades reales para la ejecución de las prácticas según los procedimientos consultados.

El inventario de llevo a cabo mediante la observación directa y verificación física con la colaboración de la ingeniera responsable de los laboratorios.

En cuando a la infraestructura y servicios básicos se da a conocer en la Tabla 1.

**Tabla 1**  
Infraestructura y servicios básicos

Infraestructura y servicios básicos	Descripción/ Estado
Mesas de trabajo	6 mesas disponibles en condiciones adecuadas
Lavaderos	5 funcionales
Servicio de agua potable	Disponible de forma continua
Servicio de energía eléctrica	Disponible y operativo
Señalización de seguridad	Limitada

El laboratorio cuenta con espacios adecuados para el trabajo experimental como se observa en la Figura 2.

Figura 2  
Laboratorio de control de calidad



Respecto a los equipos, se constató la disponibilidad de balanzas (analítica y técnicas), estufas, muflas, desecadores, agitadores magnéticos, campana de extracción y digestor de fibra, los cuales se encuentran en condiciones operativas aceptables, aunque algunos presentan desgaste por uso continuo y requieren mantenimiento preventivo.

El inventario del material para análisis volumétricos se da a conocer en la Tabla 2.

**Tabla 2**  
Materiales para análisis volumétricos

<b>Materiales</b>	<b>Cantidad Existente</b>	<b>capacidad</b>
Bureta	4	25 ml
Soporte Universal	7	
pinza para bureta	0	
Pipetas aforo	8-5-2	10-5-1 ml
Probeta	7- 6	25-50 ml
Matras Erlenmeyer	18	125 ml
Matras Aforado	8-10-20	25-50-100 ml
Vasos Precipitados	15-24-15	50-250 -100 ml
Papel Filtro	1 pliego	pliego
Espátula	20	
Pera	6	
Goteros	3	1 ml

*Nota.* Las cantidades separadas por guion se relacionan en el mismo orden con la capacidad

Se identificó que matraces, probetas, pipetas y vasos de precipitación son suficientes, pero se observó que el equipo para volumetría (buretas, soporte universal y pinza) no alcanzan para el número de mesas y grupos con los que se trabajan, lo que dificulta el desarrollo adecuado de prácticas de análisis volumétrico.

En cuanto a los reactivos químicos para el análisis volumétrico, el inventario evidenció la disponibilidad parcial de sustancias básicas, el cual se indica en la Tabla 3.

**Tabla 3**  
Reactivos para los métodos volumétricos

<b>métodos</b>	<b>Reactivos</b>	<b>Cantidad Existente</b>
Acidimetría	Hidróxido de sodio (NaOH)	300 g
	Ftalato ácido de potasio (KHP)	0
	Fenolftaleína	80 g
Alcalimetría	Ácido clorhídrico (HCl)	1 L
	Ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ )	900 mL
	Naranja de metilo	4 g
Precipitación	Nitrato de plata ( $AgNO_3$ )	0
	Cloruro de sodio (NaCl)	180 g
	Cromato de potasio ( $K_2CrO_4$ )	23 g
Formación de Complejos	Ácido etilendiaminotetraacético (EDTA)	150 g
	Cloruro de calcio ( $CaCl_2$ )	12 g

métodos	Reactivos	Cantidad Existente
	Buffer de pH 10	0
	Negro de Eriocromo T (NET)	10 g
	Murexida	10 g
Volumetría	Tiosulfato de sodio ( $Na_2S_2O_3$ )	90 g
Redox	Yodato de potasio ( $KIO_3$ )	0
	Yoduro de potasio KI	10 g
	Almidón	50 g

Los reactivos necesarios para la estandarización de soluciones se encuentran agotados o en cantidades limitadas, lo que dificulta el desarrollo de prácticas analíticas, entre ellos ftalato ácido de potasio (KHP), nitrato de plata ( $AgNO_3$ ), buffer pH 10 y yodato de potasio ( $KIO_3$ ).

Para el análisis gravimétrico se constató, que existe equipos, materiales y reactivos limitados para la ejecución de las prácticas como se da conocer en la Tabla 4.

**Tabla 4**  
Equipos, materiales y reactivos para el análisis gravimétrico

Material	Capacidad o volumen	Cantidad Existente
Mufla	FD1540M Thermo scientific Rango de temperatura 100 a. 1200 °C; control digital PID; cámara de 2.2 L en fibra cerámica; aislamiento térmico multicapa; precisión $\pm 1$ °C; voltaje 220 V.	1
Estufa	Marca: Memmert Capacidad/Especificaciones: 40–200°C / volumen: 32–240 L	1
Desecador	Diámetro: 150–300 mm de diámetro interno /volumen de 4 L.	1
Crisol y capsulas	15, 25, 30, 50 mL	16
Pinza para crisol	Capacidad / Especificaciones: Acero inoxidable / longitud: 130–300 mm	10
Papel filtro	60 x 60 cm	1 pliego
Mortero	80 ml y 500 ml	7
Agitador	Marca: Velp Scientifica Capacidad / Especificaciones: 6 posiciones / 120°C – 450°C	1
Nitrato de plata ( $AgNO_3$ )		0
Balanza analítica	Marca: Mettler Toledo Capacidad / Especificaciones: Máx. 220 g / d = 0,0001 g (0,1 mg)	

Se evidenció que no se cuenta con nitrato de plata ( $AgNO_3$ ), el cual es fundamental para la ejecución de las prácticas tanto para el análisis volumétrico como el análisis gravimétrico.

En cuanto a los equipos para la ejecución de un análisis proximal por el método clásico de Weende, se determinó que el laboratorio no dispone de los equipos Kjeldahl (dados de baja por daño), mientras que para la determinación de humedad, cenizas, fibras y grasa cruda por método Soxhlet) si se disponen. Sin embargo, se identificó la ausencia de éter de petróleo, reactivo indispensable para determinados de grasa bruta, lo que limita la ejecución completa de esta práctica

Al finalizar la revisión y análisis del inventario se concluye que, si bien el laboratorio cuenta con una base funcional para la enseñanza experimental, es necesario complementar el material y los reactivos disponibles para garantizar la correcta ejecución de las prácticas propuestas. Esta información se utilizó como punto de partida para organizar la adquisición de insumos con la finalidad de que las prácticas redactadas en el manual puedan ejecutarse.

### **3.2.2 Prácticas ejecutadas.**

En la asignatura de Química Analítica de la carrera de Agroindustria, durante los últimos 3 periodos académicos se han ejecutado prácticas de laboratorio utilizando guías previamente elaboradas por el docente responsables de la cátedra.

En los periodos 2024-1S, las actividades prácticas que se realizaron fueron:

- Guía 1 Normas de seguridad y uso de balanzas
- Guía 2 Preparación de soluciones
- Guía 3 Estandarización
- Guía 4 Volumetría de neutralización
- Guía 5 Volumetría de Precipitación y complexometría
- Guía 6 Volumetría Redox
- Guía 7 Gravimetría
- Guía 8 Métodos Electro analíticos
- Guía 9 UV- Visible
- Guías 10 Técnicas Ópticas No espectroscópicas
- Guías 11 Técnicas de separación

Mientras que en el periodo 2024-2S y 2025-1S el responsable de la cátedra desarrolló las siguientes prácticas:

- Guía 1 Preparación y estandarización de soluciones
- Guía 2 Volumetría de neutralización: Acidez fija
- Guía 3 Volumetría de neutralización: Acidez volátil y acidez fija
- Guía 4 Volumetría de precipitación
- Guía 5 Volumetría redox 1
- Guía 6 Volumetría de formación de complejos
- Guía 7 Volumetría redox 2
- Guía 8 gravimétrica y volumetría: muestreo y preparación de muestras

- Guía 9 Análisis proximal: Humedad, proteína, grasa, fibra

Estas guías son subidas al aula virtual del periodo en curso, se observó que no podían ser utilizados por otros estudiantes como tesis y de proyectos de investigación formativa, además no contienen información sobre: introducción, detalle de materiales y tipos de muestras a analizar, preparación de reactivos, ni cuestionarios, lo que dificulta a los estudiantes un manejo adecuado de la información, por otra parte no hay una aplicación a diferentes tipos de muestras, que en algunos casos tienen sus procedimientos particulares en la preparación de porción de ensayo.

### **3.3 Fortalezas y debilidades**

La carrera de Agroindustria dispone de un laboratorio de Control de calidad que constituye un espacio fundamental para el desarrollo de las prácticas de la asignatura de Química Analítica Aplicada, lo que representa una fortaleza significativa para la formación profesional de los estudiantes. Este laboratorio cuenta con equipos básicos funcionales que permiten la ejecución de prácticas elementales. Otra fortaleza determinada es el compromiso de los docentes por fortalecer la enseñanza práctica.

De igual manera, la materia de Química Analítica es muy importante dentro de la formación del profesional en agroindustria, ya que contribuye al desarrollo de habilidades vinculadas al control de calidad, al análisis de materias primas y productos agroindustriales.

Sin embargo, también se identificaron debilidades, entre ellas la disponibilidad insuficiente de reactivos y materiales para ejecutar las prácticas y sobre todo la falta de un documento que recopile todas las prácticas realizadas organizadas de manera que sean útiles y de fácil ejecución para todos los estudiantes de la carrera y no solamente para los estudiantes que cursan la asignatura.

El hecho de que la carrera actualmente cuenta con un solo técnico para varios laboratorios es una debilidad que acarrea que muchas veces los estudiantes pierdan tiempo para realizar consulta sobre un procedimiento.

### **3.4 Limitaciones y amenazas**

Como una limitación se destaca el no contar con un manual que contenga procedimientos para la ejecución de la parte práctica de la asignatura, lo que dificulta su aprendizaje, pues las actividades se realizan con guías que cambian según el docente a cargo de la materia y periodo académico.

La amenaza más importante es la falta o reducida cantidad de ciertos insumos necesarios para desarrollar algunas prácticas básicas de la asignatura, así por ejemplo el disponer de solo 4 buretas para un número de estudiantes de hasta 40 conlleva a que muchos de los alumnos solo se limiten a observar, además, ha obligado a realizar ajustes en la planificación reduciendo las prácticas. Estas situaciones afectan el proceso de enseñanza y

aprendizaje, influyendo de manera negativa en la organización y el desarrollo adecuado de las actividades prácticas.

### **3.5 Síntesis del diagnóstico**

El diagnóstico realizado evidenció que, aunque el laboratorio cuenta con una infraestructura aceptable y equipos básicos que funcionan, existen varias dificultades que influyen negativamente en la calidad y el aprovechamiento de las prácticas. Entre los principales problemas se destacan la falta de suficientes materiales y reactivos, así como el deterioro de algunos equipos, lo que limita el desarrollo adecuado de las actividades formativas

Asimismo, se determinó que una de las principales debilidades es la ausencia de un manual estandarizado de prácticas para las diversas asignaturas. Aunque existen guías elaboradas previamente por los docentes y estas han sido utilizadas durante varios periodos académicos, dichas guías no son accesibles a tesisistas ni a estudiantes de otros semestres que requieren realizar análisis, además estas guías no especifican con detalle la preparación de diversas muestras agroindustriales que las que el estudiante puede aplicar los diferentes métodos aprendidos.

Este análisis permitió también corroborar que, junto a estas debilidades, existen fortalezas y oportunidades relevantes, como el interés institucional por mejorar la calidad académica, la pertinencia de la asignatura dentro del perfil profesional del ingeniero Agroindustrial y la posibilidad de optimizar los recursos disponibles mediante los procedimientos.

Por ende, la elaboración de un manual de prácticas de Química Analítica Aplicada y la implementación de varios reactivos y materiales constituye una solución viable y pertinente, que permitirá optimizar el trabajo en el laboratorio, asegurar la reproducibilidad de los análisis, organizar mejor las prácticas en cada periodo académico y reforzar la formación técnica y científica de los estudiantes de la carrera de Agroindustria.

### **3.6 Descripción general del proyecto**

El proyecto consistió en realizar una revisión biobibliográfica de prácticas de laboratorio las mismas que fueron redactadas en un manual que será usado como una herramienta de apoyo para docentes y estudiantes. El manual se diseñó como un recurso didáctico que contiene: el objetivo y alcance de la práctica, fundamentación teórica, preparación de reactivos, procedimientos experimentales, reporte de resultados, cuestionario y bibliografía, con la finalidad de facilitar la comprensión de la aplicación de los métodos volumétricos y gravimétricos en muestras agroindustriales.

Paralelamente, para cada práctica propuesta se verificó que éstas contaran con los reactivos y materiales suficientes para ser ejecutadas por un período de tres semestres académicos, para ello se implementó algunos materiales y reactivos cuyos faltantes se detectó en el inventario realizado.

Lo anterior busca responder a la necesidad de contar con material actualizado y organizado que guíe a los estudiantes y docentes en la ejecución de prácticas, que complementan las bases teóricas impartidas en clases, además las prácticas ayudan al desarrollo de habilidades blandas y por ende a la formación del futuro profesional en agroindustria.

### **3.6.1 Fundamentación técnica**

La Química Analítica, es una ciencia teórico-experimental esencial en la formación de los futuros ingenieros agroindustriales, ya que permite comprender los fundamentos teóricos y la aplicación de estos para la cuantificación de analitos en muestras agroindustriales para establecer su calidad y/o composición.

Por lo anterior, es importante abordar los diferentes temas de la química analítica aplicada impartida a los estudiantes de segundo semestre de la carrera de Agroindustria-Unach, tanto desde el aula en su parte teórica, como desde el laboratorio en su parte experimental; debido a esto se evidenció la necesidad de disponer de un manual de prácticas de laboratorio; que, como lo expresa (Esteban, 2018, pág. 5) “es una guía indispensable para el trabajo práctico del estudiante el cual le permitirá complementar la temática tratada en las clases teóricas y consolidar su aprendizaje frente a una de las principales ciencias naturales de gran aplicación e importancia”.

Para el diseño del manual se realizó una búsqueda bibliográfica de sílabos y análisis de manuales, textos y guías utilizadas en instituciones de educación superior nacionales e internacionales en el área de Química Analítica sobre todo en los temas de métodos clásicos y análisis proximal que son los temas según el sílabo de la asignatura. También se tomó procedimientos de las normas INEN, Normas Oficiales Mexicanas (NOM) y venezolanas COVENIN. A continuación, se describen las algunas fuentes consultadas:

- Libro Análisis Químico de los alimentos de los métodos Clásicos de Héctor Manual Zumbado Fernández, desarrollado para el Instituto de Farmacia y Alimentos de la Universidad de la Habana, en su edición original del 2002 y en la segunda edición actualizada del año 2022.
- Manual de prácticas de laboratorio de Química analítica de la Universidad Nacional Autónoma de México del 2017, abarca temas como equilibrio ácido-base, Complejos, equilibrio oxidación-reducción y equilibrio de precipitación. Contando con 10 prácticas dentro de estos temas.
- Manual de fundamentos del Análisis Químico con aplicaciones prácticas realizado por María Alejandra Goyeneche en 2023, abarcando nueve capítulos y tiene temas como el análisis químico, Gravimetría, Equilibrio ácido-base, volumetría ácido-base, volumetría de precipitación, volumetría de complejos, volumetría de oxidación-reducción, métodos electroquímicos y espectroscopia.

- Manual de la Universidad Veracruzana, titulado como Manual de prácticas de laboratorio de la experiencia educativa Laboratorio de Química Analítica, publicado en enero del 2024, abarcando 12 prácticas, entre ellas análisis volumétrico y gravimétrico.
- También, Manual de prácticas de Química Analítica elaborado por Erasmo Flores Valverde, para la Universidad Autónoma Metropolitana, abarca 10 prácticas como manejo de la balanza analítica, preparación y normalización de soluciones, titulaciones ácido base (valoraciones de ácidos y bases), determinación gravimétrica, titulación por precipitación, determinación espectrofotométrica y cromatografía.
- Manual de prácticas de análisis de alimentos de la Universidad Cristóbal Colón, que fue elaborado por la Mtra. Susana Hernández Pérez en Julio del 2024, con 9 prácticas experimentales, Tales como análisis microbiológico de aguas, análisis proximal, determinación de nitritos en cárnicos, determinaciones en carne, productos lácteos y frutos.
- Para el Análisis proximal se siguió el manual titulado “Análisis proximal en alimentos Fundamentos teóricos y técnicas experimentales” de Flor Marina Fon Fay Vásquez y Héctor Zumbado Fernández del 2019, abarca temas como la preparación de la muestra, determinaciones de humedad, proteínas, cenizas, grasas, carbohidratos, fibra dietética.
- El silabo de la Universidad Veracruzana, que tiene la carrera Licenciatura en ingeniería en Alimentos, Se tomó el temario como referencia, que tiene un total de 105 horas de práctica y teoría por semestre.
- El silabo de la asignatura de Química Analítica aplicada de la carrera de Agroindustria de la Unach, para la organización de las prácticas conforme a los temas.

La validación de los procedimientos que se incluyeron en el manual de prácticas de Química Analítica se realizó mediante la revisión técnica y académica por parte de los docentes evaluadores y tutora de la presente investigación, quienes poseen amplia experiencia en el área de análisis de alimentos y control de calidad. Posteriormente la pertinencia del manual se lo realizará con los estudiantes y docente de la asignatura en el momento de hacer uso de este, lo que permitirá mejorar con actualizaciones del documento.

### 3.7 Resultados del desarrollo

#### 3.7.1 Contenido del manual de prácticas

El manual consta de 7 secciones:

1. **INFORMACIÓN DOCUMENTADA DEL MANUAL.** Contiene la siguiente información:
  - **Identificación del documento:** Incluye código, versión, fecha y control documental del manual.
  - **Registros que conservar:** Indica los documentos y evidencias que deben archivarse.
  - **Indicadores:** Presenta criterios para medir desempeño y cumplimiento de objetivos.
  - **Legalización:** Contiene aprobaciones, firmas y validación oficial del manual.

## 2. INFORMACIÓN GENERAL

- **Introducción:** Presenta el contexto y la importancia del manual del laboratorio.
- **Objetivo:** Indica la finalidad principal del manual.
- **Alcance:** Indica para quienes y en qué casos se usaría el manual.
- **Responsables y horarios:** Quienes son responsables del laboratorio y horarios de atención.
- **Instrucciones generales para el trabajo en el laboratorio:** Presenta normas básicas de comportamiento, orden y trabajo seguro.
- **Instrucciones para pedir material:** Explica el procedimiento para solicitar reactivos, equipos y materiales.
- **Seguridad en el laboratorio:** Detalla medidas de bioseguridad, uso de EPP y prevención de accidentes.
- **Desarrollo de la práctica:** Explica paso a paso cómo ejecutar las prácticas de laboratorio.
- **Finalización de la práctica:** Describe limpieza, entrega de materiales y disposición de residuos al finalizar.
- **Términos y definiciones:** Contiene conceptos y vocabulario técnico usado en el manual.
- **Señalética de seguridad del laboratorio de control de calidad:** Describe señales preventivas, informativas y de emergencia del laboratorio.
- **Equipos del laboratorio utilizados para Química Analítica Aplicada:** Detalla los equipos e instrumentos disponibles, características y usos.

## 3. ANÁLISIS VOLUMÉTRICO

Esta parte del manual contiene:

- **Fundamento:** Explica el principio de la volumetría y su importancia en el análisis químico.
- **Clasificación de los métodos volumétricos:** Explica desde 2 puntos de vista la clasificación de los métodos volumétricos: Por el tipo de reacción que tiene lugar entre el analito y el titulante (neutralización, precipitación, complexometría y redox). Y desde la técnica de titulación: (directa e indirecta).
- **Preparación de la solución titulante:** Explica los cálculos para preparar soluciones expresadas en normalidad a partir de reactivos sólidos y líquidos
- **Preparación de bureta:** Indica cómo utilizar correctamente la bureta para medir.
- **Cálculo de la concentración del analito:** se deduce la fórmula que se aplica en toda volumetría para expresar la cantidad del analito en % ppm, g/l.

- **Estandarización de soluciones titulantes:** Explica procedimiento y cálculos para conocer la concentración exacta del titulante.
  - **Preparación de indicadores y buffer:** Muestra procedimiento y cantidades para preparar soluciones que permiten visualizar el punto final de la reacción y soluciones buffer que se utilizan en volumetría de formación de complejos.
  - **Prácticas incluidas en volumetría:** Se incluyen determinaciones en diferentes tipos de alimentos, en donde la forma de preparar la muestra difiere de un tipo de alimento a otro, aquí el docente puede trabajar en cada grupo con un tipo de alimento o en cada periodo trabajar con diferentes muestras.
  - **Práctica 1:** Estandarización de soluciones para neutralización.
  - **Práctica 2:** Determinación de acidez en alimentos
    - 2.1. Determinación del % de acidez Lácteos y derivados
    - 2.4 Determinación del % de acidez en Frutas cítricas
    - 2.5 Determinación del % de acidez en Harinas
    - 2.6 Determinación del % de acidez en Pan
    - 2.7 Determinación del % de acidez en Queso.
    - 2.8 Determinación del % de acidez en productos cárnicos
  - **Práctica 3:** Acidez fija y volátil.
  - **Práctica 4:** Alcalimetría.
  - **Práctica 5:** Volumetría de precipitación método de MOHR
    - 5.1 Determinación de Cloruros en aguas
    - 5.2 Determinación de Cloruros en sal
    - 5.3 Determinación de Cloruro de Sodio en mantequilla.
    - 5.4 Determinación de Cloruro Sodio en queso fresco
    - 5.5 Determinación de Cloruro Sodio en galleta o snack
  - **Práctica 6:** Volumetría de precipitación- método de Volhard
    - 6.1 Determinación de cloruros en conservas
    - 6.2 Determinación de cloruro de sodio en leches fluidas
    - 6.3 Determinación de cloruro de sodio en carne y productos cárnicos
  - **Práctica 7:** volumetría complexométrica
    - 7.1 Determinación de dureza total, dureza de calcio y dureza de magnesio en aguas
    - 7.2 Determinación de calcio en alimentos previa calcinación
    - 7.4 Determinación calcio en leches fresca o pasteurizadas
  - **Práctica 8:** Volumetría redox
    - 8.1 Determinación de yodometría /yodimetría
    - 8.2 Determinación de hipoclorito de sodio en productos comerciales (clorox)
    - 8.3 Determinación de calcio con permanganato de potasio
4. **ANÁLISIS GRAVIMETRICO:** Esta parte del manual contiene:
- **Introducción:** Explica qué es la gravimetría y por qué es importante en el análisis químico.

- **Materiales:** Menciona los equipos e instrumentos necesarios, como capsulas, crisoles y papel filtro.
- **Técnica para tarar capsula o crisol:** indica cómo preparar estos materiales para obtener resultados más precisos
- **Plegado del papel filtro:** Explica cómo doblarlo correctamente para facilitar la filtración y evitar perder muestra
- **Formulas empleadas:** Presenta las ecuaciones que se utilizan para hacer los cálculos en este tipo de análisis.
- **Prácticas:**
  - Práctica 9:** Gravimetría de precipitación
    - 9.1 Determinación de cloruros
    - 9.2 Determinación de calcio en cascara de huevo
    - 9.3 Determinación de calcio en queso
  - Práctica 10:** Gravimetría de volatilización indirecta: determinación de humedad

5. **ANÁLISIS PROXIMAL:** Esta parte del manual, se centra en la determinación de la composición química básica de los alimentos, conocida como análisis proximal de Weende. Aquí se realiza la determinación de alimentos que contengan todas las fracciones que comprende este tipo de análisis, se efectúa en tres sesiones. Contiene:

- **Introducción:** Explica la importancia del análisis proximal como herramienta para caracterizar alimentos.
- **Prácticas**
  - Práctica 11.** Determinar la composición química proximal de un alimento
    - SESIÓN 1: Determinación de humedad, cenizas y comienzo del método Kjeldahl para proteínas.
    - SESIÓN 2: Determinación de grasas mediante Soxhlet y continuación Kjeldahl (destilación y titulación).
    - SESIÓN 3 Determinación de fibra cruda con el método Weende y cálculo del extracto libre de nitrógeno (ELN)

### 3.7. 2 Estructura de las prácticas

Cada práctica fue diseñada con la siguiente estructura:

- Título de práctica, identifica claramente el método analítico y el análisis a realizar
- Principio del método, donde se presenta la importancia del método
- Objetivo de la práctica, orientados al desarrollo de competencias técnicas y analíticas en el estudiante
- Muestras sugeridas, en las que se especifican los tipos de matrices Agroindustriales (sólidas, líquidas o semisólidas) recomendadas para la aplicación del método analítico.
- Equipos, materiales y reactivos, se detallan lo que el estudiante debería retirar de la bodega del laboratorio.

- Preparación de la muestra, se describen los pasos previos necesarios para el acondicionamiento de la muestra antes del análisis.
- Procedimiento experimental, se detalla paso a paso el procedimiento.
- Resultados, donde se detallan las operaciones necesarias para la obtención de resultados.
- Cuestionario de análisis, para fomentar el pensamiento crítico y consolidar el aprendizaje.
- Bibliografía, se indica los enlaces de consultas

### 3.7.3 Número total de prácticas y tiempo de ejecución

En volumetría se proponen 8 prácticas, en gravimetría 2 prácticas y en Análisis proximal: 1 práctica con 3 sesiones, dando un total de 11 prácticas principales que se realizarán en 13 semanas. El tiempo depende de la complejidad y número de pasos, en la Tabla 5 se indican las prácticas y el tiempo estimado para su ejecución:

**Tabla 5**  
*Prácticas y tiempo de ejecución*

Semana	Práctica	Tema	Tiempo estimado
1	Práctica 1	Estandarización de soluciones (Neutralización)	2.5 h
2	Práctica 2	Determinación de acidez en alimentos	3 h
3	Práctica 3	Acidez fija y volátil	2.5 h
4	Práctica 4	Alcalimetría	2.5 h
5	Práctica 5	Volumetría de precipitación – Método de Mohr	3 h
6	Práctica 6	Volumetría de precipitación – Método de Volhard	3 h
7	Práctica 7	Volumetría complexométrica	3 h
8	Práctica 8	Volumetría redox	3 h
9	Práctica 9	Gravimetría de precipitación	2.5 h
10	Práctica 10	Gravimetría de volatilización (humedad)	2.5 h
11	Práctica 11	Análisis proximal (Humedad, cenizas, inicio Kjeldahl)	3.5 h
12	Práctica 11	Análisis proximal (Soxhlet, Kjeldahl destilación/titulación)	3.5 h
13	Práctica 11	Análisis proximal (Fibra cruda, ELN)	3.5 h

*Nota.* Los tiempos estimados en gravimetría no se considera el tiempo de permanencia de la muestra en l estufa hasta obtener pesos constantes.

Los tiempos estimados se establecieron en base a la revisión bibliográfica de los procedimientos descritos en Holler y Crouch (2015) y los métodos AOAC, considerando el número de pasos, pesaje, reacciones, titulaciones, cálculos, tiempos de digestión/titulación, limpieza del material y experiencia docente previa.

### 3.7.4 Implementación de materiales y reactivos

Con el inventario realizado se determinó los reactivos y materiales del laboratorio faltantes, procediéndose a su adquisición con el propósito de garantizar la ejecución de las prácticas propuestas, para ello, se tomó en cuenta que el laboratorio dispone de 6 mesones de trabajo, cada uno con capacidad didáctica para 4 estudiantes, además se consideró que en cada mesón, los materiales críticos como buretas y crisoles deben trabajarse por lo menos con 2 equipos, mientras que los equipos de uso común como balanza analítica, estufa, mufla entre otros se comparten entre mesones, pero se debe asegurar disponibilidad suficiente para no retrasar las prácticas. En este sentido en la Tabla 9 se presenta la información indicada.

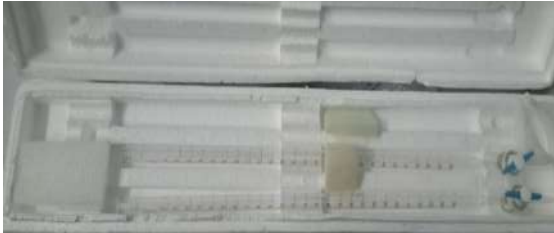
**Tabla 6**  
Requerimientos de reactivos y materiales para los análisis

<b>Materiales y reactivos</b>	<b>Cantidad existente</b>	<b>Necesario por grupo</b>	<b>Total</b>	<b>Adquisición realizada</b>
Buretas	4	2	12	12
Soporte Universal	7	2	12	6
pinza para bureta	0	2	12	12
Pipetas graduadas	8 de 10 ml	1	6	0
	5 de 5 ml	1	6	2
	2 de 1 ml	1	6	4
Papel Filtro	1 pliego			24 pliegos
Goteros para indicadores	2	1	6	6
Ftalato ácido de potasio (KHP)	0 gramos	0,1g	0,5g	50 gramos
Nitrato de plata (AgNO <sub>3</sub> )	0 gramos	0,4247g	1 litro	1 litro
Buffer de pH- 10	0 ml	5 ml	1 litro	1 litro
Yodato de potasio (KIO <sub>3</sub> )	0 gramos	0,535g	10 gramos	15 gramos
Hexano	0 ml			1 litro

Nota. Las cantidades de los reactivos se calcularon para preparar 25 mL de soluciones de concentración 0,1 N. y la adquisición realizada cubre las prácticas propuestas por 3 periodos consecutivos

En la Tabla 7 se indica la adquisición realizada.

Tabla 7  
Insumos adquiridos

<p>12 buretas</p> 	<p>12 pinzas para buretas</p> 
<p>Papel Filtro (24 pliegos)</p> 	<p>6 goteros para indicadores</p> 
<p>50 gramos KHP</p> 	<p>15 gramos KIO<sub>3</sub></p> 
<p>1 litro de hexano</p> 	<p>1 litro de pH 10 para dureza total</p> 
<p>1 litro de Nitrato de plata (AgNO<sub>3</sub>) al 0.1 N</p> 	<p>6 soportes universales</p> 

Se realizó la entrega total de los insumos adquiridos, tras lo cual el técnico de laboratorio emitió el acta de recepción y entrega correspondiente, que se indica Figura 3.

Figura 3  
Acta entrega recepción

 Laboratorio de Agroindustria  
FACULTAD DE INGENIERÍA

 **SGC**  
SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD  
UNIVERSIDAD NACIONAL DE CHIMBORAZO

## ACTA ENTREGA RECEPCIÓN

Riobamba, 19 de enero 2026

Los Laboratorios de la carrera de Agroindustria reciben de forma voluntaria:

- 12 pinzas universales
- 6 pipetas
- 500 ml de buffer Ph 10
- 12 buretas de 25 ml
- Ftalato Acido de potasio 50gramos
- Yodato de potasio 15 gramos
- 6 soportes universales
- 1 litro de Nitrato de Plata 0,1 Normal.
- 24 pliegos de papel filtro
- 6 Goteros ( reutilizados)

**RECIBE CONFORME**

  
Ing. María Fernanda Rojas  
TÉCNICO DE LABORATORIO  
CARRERA AGROINDUSTRIA

**ENTREGA CONFORME**

  
Est. Andrés Zhunio  
ESTUDIANTE DE LA CARRERA  
AGROINDUSTRIA

Av. Antonio José de Sucre, Km 1.5  
Teléfono (593-3) 373-0880, ext. 1430  
Riobamba - Ecuador  
**Unach.edu.ec**  
*en movimiento*

## CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El manual fue entregado en diferentes formatos con el fin de garantizar su accesibilidad y conservación. En primer lugar, se realizó la entrega física impresa encuadernado con pasta dura, lo que garantiza su durabilidad y adecuado manejo dentro del laboratorio. De manera complementaria, se adjuntó el manual de prácticas en versión digital en un pendrive (memoria USB), lo que asegura su disponibilidad en medios electrónicos y permite su almacenamiento, reproducción y adaptación a futuras necesidades académicas.

En el mismo pendrive, se incorporó las prácticas en el formato para docentes conforme a los lineamientos institucionales de la Unach y de la carrera (Figura 4), con la finalidad de que el docente cuente con este insumo para cada periodo académico en función de la programación y elección de las prácticas del manual.

**Figura 4**

*Formato de las guías de prácticas*

		<b>UNIVERSIDAD NACIONAL DE CHIMBORAZO</b> <b>FACULTAD DE INGENIERIA</b>				
<b>GUÍA DE PRÁCTICAS</b> <b>PERIODO ACADÉMICO: 202X-XX</b>				<b>VERSIÓN: 1</b> <b>PÁGINA: Página 40</b> <b>1</b>		
<b>CARRERA:</b> <b>DE AGROINDUSTRIA</b>		<b>DOCENTE:</b> <b>XXXXXXXXXXXXXXXX</b>		<b>SEMESTRE: SEGUNDO</b> <b>PARALELO: X</b>		
<b>NOMBRE DE LA ASIGNATURA:</b> <b>QUIMICA ANALITICA APLICADA</b>		<b>CÓDIGO DE LA ASIGNATURA:</b> <b>AGB053125</b>		<b>LABORATORIO A UTILIZAR:</b> <b>CONTROL DE CALIDAD</b>		
Práctica N°:	Tema:	Duración HORAS	N° Grupos	N° estudiantes (por Grupo)		
<b>Principio del método:</b>						
<b>Objetivos de la práctica:</b>						
<b>Muestras sugeridas:</b>						
<b>Equipos, Materiales, Insumos:</b>						
<b>Preparación de la muestra:</b>						
<b>Procedimiento:</b>						
<b>Resultados:</b>						
<b>Cuestionario de análisis. Responder las siguientes preguntas:</b>						
<b>Referencias bibliográficas:</b>						

Con respecto a la implementación de un manual, Idrovo & Morán (2025) indican que el uso de manuales de prácticas estructurados mejora significativamente la autonomía del estudiante y reduce la dependencia del docente y del personal técnico de laboratorio.

Por otra parte, Morejón et al. (2023) sostienen que las prácticas experimentales permiten que los estudiantes refuercen la teoría y desarrollen una serie de componentes como la indagación, argumentación, interpretación, además de promover el pensamiento científico. Por ende, el manual realizado responde a esta necesidad mediante la inclusión de cuestionarios de análisis al final de cada práctica, que fomentan el pensamiento crítico y la reflexión sobre los resultados experimentales obtenidos.

En cuanto al inventario realizado, se identificó los materiales y reactivos que se requerían para ejecutar de una manera satisfactoria las prácticas propuestas, los mismos que se adquirieron y se indican en la Tabla 7, también a partir del análisis de la situación inicial, se evidenció que muchas de las debilidades internas estaban asociadas a la dependencia excesiva del personal técnico y la limitada disponibilidad de recursos; aspectos que fueron abordados directamente mediante el diseño del manual.

Por lo cual, Estos hallazgos coinciden con lo propuesto por Velásquez et al. (2017), quienes indicaron que la mayoría de los proyectos técnicos de implementación de manuales fracasan cuando no se consideran un diagnóstico inicial. Por el contrario, Páez Hernández et al. (2023) sostiene que la planificación adecuada de los recursos de laboratorio permite optimizar el tiempo de trabajo, también reducir errores experimentales y mejorar la seguridad durante la ejecución de las prácticas.

## CAPÍTULO V. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### 5.1. Conclusiones

- Se recopiló información técnica y científica a partir de revisión bibliográfica en temas de procedimientos analíticos para volumetría, gravimetría y análisis proximal, lo que permitió seleccionar las prácticas más relevantes y adaptarlas al contexto del laboratorio de control de calidad de la carrera de agroindustria de la Unach.
- Se redactaron los protocolos de 11 prácticas aplicadas a diferentes matrices, para la cuantificación de diferentes analitos por métodos clásicos, facilitando el desarrollo de competencias técnicas y analíticas en los estudiantes.
- Se identificaron y adquirieron de forma planificada, materiales y reactivos que contribuyó a optimizar los recursos del laboratorio, garantizando las condiciones mínimas necesarias para la ejecución de las prácticas propuestas en el manual.
- Se diseñó e implementó un manual de prácticas de Química Analítica adaptado a la carrera de Agroindustria de la Universidad Nacional de Chimborazo, el cual permitirá fortalecer el proceso enseñanza-aprendizaje a los estudiantes del segundo semestre que cursan la asignatura de Química Analítica Aplicada, así como será una ayuda para tesis, para los proyectos de investigación formativa, para docentes y personal técnico del laboratorio.

### 5.2. Recomendaciones

- Al docente de la cátedra y técnico de laboratorio, se les recomienda hacer uso del manual para el desarrollo de las actividades tanto de la cátedra como de tesis y proyectos de investigación formativa-
- Se recomienda que, en un futuro, se realice una investigación sobre el impacto que tuvo la implementación de manual de prácticas en el laboratorio de control de calidad. Esta investigación debería analizar aspectos como los efectos en el desempeño de los estudiantes y si la carga de trabajo del técnico de laboratorio de la carrera se redujo tras la implementación del manual.
- Se recomienda actualizar el manual en las páginas correspondientes cada vez que se detecte alguna novedad tanto en los protocolos como en la falta de uno de los insumos, para para su ejecución.
- Mantener un stock de reactivos y materiales para que las prácticas propuestas puedan ejecutarse en los periodos siguientes.
- Se recomienda revisar y actualizar el manual de prácticas cada tres periodos, incorporando nuevos métodos. Además, hacer un análisis del estado inicial del laboratorio de control de calidad para la adquisición de insumos faltantes.

## BIBLIOGRAFÍA

- Alonso, J. (2021). *Prácticas con técnicas instrumentales de análisis fisicoquímico en laboratorios industriales*. Universidad Politécnica de Madrid. <https://www.studocu.com/bo/document/universidad-mayor-de-san-simon/quimica-analitica/practicas-con-tecnicas-instrumentales-de-analisis/73498868>
- Becerra, A. (2019). *Manual de prácticas de química analítica*. Instituto Tecnológico de Tepic, Tecnológico Nacional de México. <https://es.scribd.com/document/425463507/Manual-de-Pra-cticas-Qui-mica-Anali-tica>
- Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN). (2001). *Normas venezolanas COVENIN para análisis de alimentos*. <https://www.sencamer.gob.ve>
- Egel, A. (2019). *El laboratorio como herramienta didáctica en la formación de futuros docentes en biología* [Tesis de grado, Universidad Autónoma de Entre Ríos]. Repositorio Digital FCyT. <https://rd.fcyt.uader.edu.ar/server/api/core/bitstreams/e976b34a-163f-4654-8a82-ed78ee2cf82f/content>
- Esteban, C. (2018). *Manual de laboratorio de química general*. Universidad de Santander.
- Fragoso, P., et al. (2020). *La inocuidad de alimentos y su aporte a la seguridad alimentaria* (Vol. 1). Editorial Eidec. <https://www.editorialeidec.com/wp-content/uploads/2020/11/Libro-la-inocuidad-de-alimentos-y-su-aporte-a-la-seguridad-alimentaria.pdf>
- Gent, U. (2024). *Food chemistry and analysis*. Ghent University. <https://studiekiezer.ugent.be/2024/studiefiche/en/C003570>
- Goyeneche, M. A. (2023). *Fundamentos del análisis químico con aplicaciones prácticas en agronomía*. Universidad del País Vasco.
- Hernández, A. (2023). Química analítica: Teoría y aplicaciones. *Pädi Boletín Científico de Ciencias Básicas e Ingenierías del ICBI*, 11(Especial). <https://doi.org/10.29057/icbi.v11iEspecial.10928>
- Holler, D. C., & Crouch, S. R. (2015). *Química analítica* (9.<sup>a</sup> ed.). [https://www.surcosistemas.com.ar/virtual/ebooks/QUIMICA\\_ANALITICA\\_Novena\\_edicion.pdf](https://www.surcosistemas.com.ar/virtual/ebooks/QUIMICA_ANALITICA_Novena_edicion.pdf)
- Idrovo, M., & Morán, Á. (2025). Impacto del uso efectivo de laboratorios en la educación universitaria: fortalecimiento de competencias profesionales en los estudiantes. *Revista GADE*, 5(1). <https://doi.org/10.63549/rg.v5i1.572>

- Instituto Ecuatoriano de Normalización (INEN). (2024). *Catálogo de normas técnicas ecuatorianas*. <https://www.normalizacion.gob.ec/catalogos>
- Laurence, A. (2022). *Quantitative chemical analysis* [Syllabus]. Texas A&M University-Commerce. <https://inside.tamuc.edu/academics/cvSyllabi/syllabi/202240/42199.pdf>
- Mitchell, A. (2020). *Physical and chemical methods for food analysis*. University of California, Davis. <https://foodscience.ucdavis.edu/academic-programs/undergraduate/courses/fst-103-physical-and-chemical-methods-food-analysis>
- Morejón Lucio, R. N., Vélez Intriago, D. G., Macías Moreira, M. L., & Chancay Loor, Y. K. (2023). Prácticas experimentales para fortalecer el aprendizaje de la biología en estudiantes de bachillerato. *Ciencia Latina Revista Científica Multidisciplinar*, 7(1), 20–30. [https://doi.org/10.37811/cl\\_rcm.v7i1.4373](https://doi.org/10.37811/cl_rcm.v7i1.4373)
- OAC International. (2023). *Official methods of analysis of AOAC International* (22.<sup>a</sup> ed.). AOAC International. <https://www.aoac.org/official-methods-of-analysis>
- Sampaolesi, S. (2019). *Los trabajos prácticos y la integridad en la enseñanza de la química: Propuesta de innovación educativa* [Tesis de especialización, Universidad Nacional de La Plata]. SEDICI. <https://sedici.unlp.edu.ar/handle/10915/112386>
- Tecnológico de Estudios Superiores de Ecatepec. (2021). *Manual de prácticas de química analítica* segundo semestre. [https://www.tese.edu.mx/documentos2004/15595\\_XBNNSTN.pdf](https://www.tese.edu.mx/documentos2004/15595_XBNNSTN.pdf)
- Universidad Autónoma de Madrid. (2023). *Química analítica* [Guía docente]. <https://secretaria-virtual.uam.es/doa/consultaPublica/look%5Bconpub%5DMostrarPubGuiaDocAs>
- Universidad del País Vasco. (s.f.). *Guía de seguridad e higiene en el laboratorio*. Recuperado el 28 de abril de 2026, de <https://www.ehu.eus/biofisica/juanma/mbb/pdf/guiaseguridad>
- Velásquez, M. G., et al. (2017). *Manual de laboratorio de química analítica*. Universidad Nacional Autónoma de México. [https://www.zaragoza.unam.mx/wp-content/Portal2015/Licenciaturas/qfb/manuales/15Manual\\_Quimica\\_Analiitica.pdf](https://www.zaragoza.unam.mx/wp-content/Portal2015/Licenciaturas/qfb/manuales/15Manual_Quimica_Analiitica.pdf)
- Zumbado, H. M. (2022a). Diseño de un libro de texto universitario de análisis instrumental de los alimentos. *Educación Química*, 33(1), 77–89. <https://doi.org/10.22201/fq.18708404e.2022.1.79658>
- Zumbado, H. M. (2022b). *Análisis químico de los alimentos*. <https://www.academia.edu/92656505/>

## ANEXOS



### **MANUAL DE PRÁCTICAS PARA LA FORMACIÓN ACADÉMICA DE QUÍMICA ANALÍTICA DE LA CARRERA DE AGROINDUSTRIA-UNACH**

ANDRES LEONEL ZHUNIO LITUMA



UNIVERSIDAD NACIONAL DE CHIMBORAZO  
FACULTAD INGENIERIA  
CARRERA DE AGROINDUSTRIA

MANUAL DE PRÁCTICAS  
PARA LA FORMACIÓN ACADÉMICA DE QUÍMICA ANALÍTICA DE LA  
CARRERA DE AGROINDUSTRIA-UNACH

**Autor:**

**Zhunio Lituma, Andrés Leonel**

**Tutor:**

**Dra. Ana Mejía-López.**



**Riobamba, Ecuador.**

## ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE GENERAL .....	3
INFORMACIÓN DOCUMENTADA DEL MANUAL.....	6
1. Identificación del documento .....	6
2. Registros que conservar .....	6
3. Indicadores .....	6
4. Legalización .....	6
INFORMACIÓN GENERAL.....	7
1. Introducción.....	7
2. Objetivo.....	7
3. Alcance.....	7
4. Responsables y horarios del laboratorio .....	8
5. Instrucciones generales para el Trabajo en el Laboratorio.....	8
6. Instrucciones para pedir material.....	8
7. Seguridad en el laboratorio .....	9
8. Desarrollo de la práctica.....	10
9. Finalización de la práctica.....	10
10. Términos y definiciones.....	10
11. Señalética de seguridad del laboratorio de control de calidad .....	14
12. Equipos del laboratorio utilizados para Química Analítica Aplicada.....	15
ANÁLISIS VOLUMÉTRICO.....	20
1. Fundamento .....	20
2. Clasificación de los métodos volumétricos .....	20
3. Preparación de la solución titulante .....	22
4. Preparación de bureta.....	23
5. Valoración propiamente de la muestra: .....	23
6. Cálculo de la concentración del analito:.....	24
7. Estandarización de las soluciones titulantes.....	25
8. Preparación de indicadores y buffer .....	26
PRACTICA 1: ESTANDARIZACIÓN DE SOLUCIONES TITULANTES PARA LA VOLUMETRIA DE NEUTRALIZACIÓN .....	28
PRACTICA 2: DETERMINACIÓN DE ACIDEZ.....	30
2.1. Determinación del % de acidez Lácteos y derivados.....	30

2.4 Determinación del % de acidez en Frutas cítricas .....	31
2.5 Determinación del % de acidez en Harinas .....	32
2.6 Determinación del % de acidez en Pan .....	32
2.7 Determinación del % de acidez en Queso .....	32
2.8 Determinación del % de acidez en productos cárnicos .....	32
2.9 Determinación del % de acidez en Leche en polvo .....	32
PRACTICA 3: DETERMINACIÓN DE ACIDEZ FIJA Y ACIDEZ VOLATIL .....	35
PRACTICA 4: ALCALIMETRIA .....	38
PRACTICA 5: VOLUMETRÍA DE PRECIPITACIÓN-MÉTODO DE MOHR .....	41
5.1 Determinación de Cloruros en aguas .....	42
5.2 Determinación de Cloruros en sal .....	42
5.3 Determinación de Cloruro de Sodio en mantequilla .....	43
5.4 Determinación de Cloruro Sodio en queso fresco .....	43
5.5 Determinación de Cloruro Sodio en galleta o snack .....	43
PRACTICA 6: VOLUMETRIA DE PRECIPITACION- MÉTODO DE VOLHARD .....	46
6.1 Determinación de cloruros en conservas .....	46
6.2 Determinación de cloruro de sodio en leches fluidas .....	47
6.3 Determinación de cloruro de sodio en carne y productos cárnicos .....	48
PRACTICA 7: VOLUMETRIA COMPLEXOMETRICA .....	52
7.1 Determinación de dureza total, dureza de calcio y dureza de magnesio en aguas .....	53
7.2 Determinación de calcio en alimentos previa calcinación .....	54
7.4 Determinación calcio en leches fresca o pasteurizadas .....	55
PRACTICA 8: VOLUMETRIA REDOX .....	60
8.1 Determinación de yodometría /yodimetría .....	60
8.2 Determinación de hipoclorito de sodio en productos comerciales (clorox) .....	64
8.3 Determinación de calcio con permanganato de potasio .....	66
GRAVIMETRÍA .....	70
1. Introducción .....	70
2. Materiales .....	70
3. Técnica para tarar la capsula o el crisol de porcelana .....	71
4. Pasos para el plegado del papel filtro .....	71
5. Formulas empleadas para gravimetría de precipitación .....	72
PRACTICA 9: GRAVIMETRÍA DE PRECIPITACIÓN .....	73

9.1 Determinación de cloruros.....	73
9.2 Determinación de calcio en cascara de huevo .....	76
9.3 Determinación de calcio en queso .....	77
<b>PRACTICA 10: GRAVIMETRÍA DE VOLATILIZACIÓN INDIRECTA:</b>	
<b>DETERMINACIÓN DE HUMEDAD.....</b>	<b>80</b>
<b>ANÁLISIS PROXIMAL.....</b>	<b>84</b>
<b>PRACTICA 11. DETERMINAR LA COMPOSICIÓN QUÍMICA PROXIMAL DE UN</b>	
<b>ALIMENTO .....</b>	<b>84</b>
<b>SESIÓN 1 (Humedad; Cenizas; Inicio Kjeldahl).....</b>	<b>87</b>
<b>SESIÓN 2 (Extracción Soxhlet y Kjeldahl: Destilación y titulación ).....</b>	<b>88</b>
<b>SESIÓN 3 (Fibra cruda; Cálculo ELN) .....</b>	<b>89</b>

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>	
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>	
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1

### INFORMACIÓN DOCUMENTADA DEL MANUAL

#### 1. Identificación del documento

<b>Documento</b>	Manual de Prácticas – Química Analítica Aplicada
<b>Código</b>	QA-001
<b>Tipo de uso</b>	Interno
<b>Ubicación</b>	Laboratorio X106 – Carrera de Agroindustria, UNACH
<b>Versión</b>	1

#### 2. Registros que conservar



- Registros de asistencia y uso de equipos del laboratorio.
- Registros de solicitud y devolución de materiales e insumos del laboratorio.

#### 3. Indicadores

- Número de prácticas realizadas en el semestre vs. prácticas planificadas (meta: 100%).
- Incidentes de seguridad registrados por semestre (meta: 0 incidentes).

#### 4. Legalización

ELABORADO	REVISADO	APROBADO
Zhunio Lituma Andrés <b>ESTUDIANTE-TESISTA</b>	Dra. Ana Mejía López Mgs. <b>TUTORA</b>	Ing. Patricia Viña G. Mgs. Ing. Victor Valverde, PhD. Ing. Daniel Luna, Mgs. <b>EVALUADORES</b>
Fecha: ____/____/____	Fecha: ____/____/____	Fecha: ____/____/____

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>	
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>	
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1

## INFORMACIÓN GENERAL

### 1. Introducción

En el presente manual se desarrollan los fundamentos teóricos, procedimientos experimentales y protocolos de laboratorio correspondientes a técnicas clásicas de análisis (volumetría y gravimetría) y la aplicación de los mismos en los métodos de análisis proximal.

El dominio de estas técnicas analíticas resulta indispensable no solo para el control de calidad rutinario, sino también para la detección de adulteraciones, la verificación del cumplimiento de normas y estándares, la validación de procesos de conservación y el aseguramiento de la vida útil de diversos productos agroindustriales (Harvey, 2016).

Finalmente, este manual abarca 11 prácticas de laboratorio de 3 horas de duración aplicadas a diferentes matrices alimentarias (sólidas, líquidas, semisólidas), cada práctica incluye: principio del método, muestras sugeridas, preparación de muestras, materiales e insumos, procedimientos, cálculos y un cuestionario que los estudiantes lo pueden resolver como parte de su informe.



Este Manual pretende ser una guía práctica y formativa, orientada a desarrollar en el estudiante un pensamiento analítico, crítico y responsable, preparándolo para enfrentar los desafíos técnicos y profesionales del sector agroindustrial con base en criterios científicos y éticos. Además, se fomenta la integración entre la teoría aprendida en el aula y su aplicación práctica en situaciones reales de análisis químico.

### 2. Objetivo

Servir como guía didáctica para la parte experimental de la asignatura Química Analítica Aplicada

### 3. Alcance

El manual de prácticas de laboratorio está diseñado para todos los estudiantes del segundo semestre de la carrera de Agroindustria que cursan la asignatura Química Analítica Aplicada, así como para el docente responsable de la asignatura, el personal técnico del laboratorio, para tesis y estudiantes que desarrollen los proyectos de investigación formativa.

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

#### 4. Responsables y horarios del laboratorio

- **Docente responsable de la asignatura:** Encargado de supervisar el desarrollo de las prácticas de laboratorio durante el horario académico establecido.
- **Técnico de laboratorio:** responsable del control, préstamo y recepción de materiales y equipos de laboratorio, así como del apoyo en la preparación de reactivos, en el horario de atención del laboratorio.
- **Horario de atención del laboratorio:** De lunes a viernes, de 08:00 a 13:00 y de 14:00 a 20:00.

#### 5. Instrucciones generales para el Trabajo en el Laboratorio



- El estudiante deberá revisar previamente el fundamento teórico, objetivos, materiales, reactivos y procedimiento de la práctica a realizar, los mismos que deberán tener en una libreta de laboratorio.
- Es responsabilidad del estudiante presentarse puntualmente al laboratorio en el horario establecido.
- Es obligatorio el uso de bata de laboratorio limpia y correctamente abotonada durante toda la práctica.
- Cabello recogido, no usar joyas, usar zapatos cerrados
- Se deberá utilizar gafas de seguridad y guantes cuando la práctica lo requiera.
- El agua destilada deberá emplearse de forma racional y únicamente para los fines indicados en el procedimiento experimental.
- Se deberá mantener una conducta responsable, evitando juegos, distracciones o el uso inadecuado del teléfono móvil.

#### 6. Instrucciones para pedir material

Para el desarrollo de las prácticas, los estudiantes deberán llenar el formato de solicitud de materiales de laboratorio antes de retirar cualquier equipo o material. Este documento permite llevar un control del préstamo y devolución de los materiales utilizados en el laboratorio.


En la parte superior del formato se deben completar los siguientes datos: nombre del estudiante, fecha, curso y asignatura correspondiente a la práctica que se va a realizar.

En la tabla central del documento se debe registrar la cantidad y el detalle de cada material o equipo solicitado, escribiendo claramente el nombre de los instrumentos o materiales requeridos para la práctica.

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>	
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>	
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1

Al momento de solicitar los materiales, el estudiante deberá entregar su carné estudiantil o cédula de identidad al técnico de laboratorio, como garantía del uso adecuado de los equipos. Este documento será devuelto una vez que los materiales hayan sido revisados y entregados en buen estado.

Finalmente, el estudiante deberá firmar y colocar su número de cédula en el espacio correspondiente, mientras que el técnico de laboratorio completará y firmará la sección asignada, confirmando la entrega de los materiales.



**UNIVERSIDAD NACIONAL DE CHIMBORAZO**  
**FACULTAD DE INGENIERIA**  
**LABORATORIO DE AGROINDUSTRIAL**  
**SOLICITUD DE MATERIALES DE LABORATORIO**

Señor Estudiante se entregará el material de laboratorio previa la revisión del mismo, una vez entregado, no habrá reclamo alguno y el material tendrá que ser devuelto en óptimo estado.

NOMBRE DEL ESTUDIANTE \_\_\_\_\_ FECHA \_\_\_\_\_  
CURSO \_\_\_\_\_ ASIGNATURA \_\_\_\_\_



CANTIDAD	DETALLE	CANTIDAD	DETALLE

\_\_\_\_\_  
FIRMA DEL ESTUDIANTE  
C.I.

\_\_\_\_\_  
TECNICO DE LABORATORIO

### 7. Seguridad en el laboratorio

- Está estrictamente prohibido pipetear con la boca; se deberá utilizar siempre propipetas o peras de succión.
- No se deben oler, probar ni tocar directamente los reactivos químicos.
- En la preparación de soluciones, se deberá seguir la norma de seguridad: **siempre agregar el ácido sobre el agua y nunca el agua sobre el ácido**, con el fin de evitar salpicaduras y reacciones peligrosas.

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>	
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>	
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1

- Los reactivos deberán manipularse únicamente en las cantidades indicadas en la práctica.
- En caso de derrames, rotura de material, quemaduras o cualquier accidente, se deberá informar de inmediato al docente o al personal técnico del laboratorio.
- Los reactivos extraídos no deberán devolverse al frasco original para evitar contaminaciones.

#### 8. Desarrollo de la práctica

- Las prácticas se realizarán en grupos de trabajo, siguiendo las instrucciones del docente y del personal técnico del laboratorio.
- Todas las mediciones deberán efectuarse con precisión, registrando los datos obtenidos en la hoja correspondiente.
- Se recomienda realizar las determinaciones por duplicado o triplicado para garantizar la confiabilidad de los resultados.
- No se permitirá modificar el procedimiento sin autorización expresa del docente.

#### 9. Finalización de la práctica

- Al concluir la práctica, los estudiantes deberán lavar, secar y devolver correctamente todo el material utilizado.
- El área de trabajo deberá quedar limpia y ordenada.
- Los equipos deberán apagarse y dejarse en condiciones adecuadas.
- Los datos registrados servirán como base para la elaboración del informe de laboratorio correspondiente.



#### 10. Términos y definiciones

**Química Analítica:** Ciencia que desarrolla métodos e instrumentos para obtener información sobre la naturaleza y la composición química de la materia.

**Análisis Químico:** Técnica que aplica los métodos de análisis desarrollados por la Química Analítica (parte práctica de la ciencia).

**Análisis:** Es el conjunto de operaciones destinadas a identificar o cuantificar los componentes de una muestra. Ejemplo, analizar un vino para conocer su contenido de hierro.

**Determinación:** Es el resultado específico del análisis aplicado a un analito concreto. Ejemplo, determinar la concentración de cloruros en un embutido.

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>	
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>	
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: I

**Técnica:** Conjunto de procedimientos experimentales basados en principios científicos que permiten obtener información sobre la muestra. Ejemplo, volumetría, gravimetría, espectrofotometría UV-Vis, potenciometría, absorción atómica.

**Método:** Es la aplicación práctica de una técnica a un problema analítico concreto, incluyendo condiciones, reactivos y pasos definidos. Ejemplo. Método de neutralización para cuantificar acidez en alimentos.

**Procedimiento** Es un conjunto de instrucciones escritas que indican cómo aplicar un método a una muestra en particular, incluyendo información sobre cómo recolectar la muestra, cómo manejar los interferentes y cómo validar los resultados.

**Protocolo:** Es un conjunto de pautas estrictas que especifican un procedimiento y que deben ser seguidas, sin excepción, para que el resultado analítico sea aceptable de forma oficial. Algunos ejemplos son Protocolos de Muestreo, Normas de Análisis, Procedimientos Normalizados de Trabajo y Procedimientos Internos.

**Matriz:** Es el conjunto de componentes de la muestra distintos al analito. Es el “medio” en el que se encuentra el analito y puede influir en la medición. Ejemplo, en un vino, la matriz está formada por agua, alcohol, azúcares, pigmentos, etc.



**Muestra:** Es la porción representativa del material que se analiza en el laboratorio. Debe conservar las características del lote completo. Ejemplo, unos gramos de carne procesada tomados para determinar cloruros.

**Analito:** Es la especie química de interés que se quiere identificar o cuantificar en la muestra. Ejemplo, los cloruros en embutidos.

**Interferente:** Es cualquier sustancia presente en la muestra que afecta la determinación del analito, ya sea porque produce señales similares o modifica la respuesta del método. Ejemplo: Pigmentos lilas en jugos que interfieren en la cuantificación de acidez porque tiene el mismo color que el cambio en el punto final de la fenolftaleína.

**Aforo:** Marca calibrada en el cuello de matraces o pipetas volumétricas que indica el volumen exacto de líquido que el recipiente contiene o transfiere a una temperatura específica.

**Alicuota:** Porción o fracción de volumen medido exactamente de una muestra líquida mayor, utilizada para realizar un análisis individual.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

**Amortiguador (Buffer):** Solución que resiste cambios en el pH; esencial en complexometría (pH 10) para asegurar que el indicador Negro de Eriocromo T funcione correctamente.

**Clarificación:** Proceso de preparación de la muestra (usando acetato de plomo) para eliminar turbidez o compuestos que interfieren, como en la determinación de azúcares en jugos.

**Coprecipitación:** Fenómeno donde impurezas solubles son arrastradas junto con el precipitado deseado durante la gravimetría, pudiendo causar errores en el pesaje.

**Cuarteo:** Técnica de reducción de muestras sólidas que consiste en dividir el material en cuatro partes y seleccionar dos opuestas para asegurar la representatividad de una muestra más pequeña.

**Dilución:** Procedimiento de disminuir la concentración de una solución añadiendo más disolvente; fundamental para ajustar muestras concentradas al rango de lectura de la bureta.

**Estandarización:** Proceso experimental para determinar la concentración exacta de una solución valorante haciéndola reaccionar con una cantidad conocida de un patrón primario.



**Ensayo blanco:** Es la determinación que se realiza siguiendo el mismo procedimiento que en la muestra, pero sin ella. Las determinaciones blanco revelan errores debidos a contaminantes e interferencias de reactivos y recipientes utilizados en el análisis (Goyeneche, 2023).

**Homogeneización:** Proceso mecánico (licuado, triturado) para hacer que la distribución de los componentes en una muestra sea uniforme antes del análisis.

**Lote:** Cantidad total de producto alimenticio producido bajo condiciones uniformes del cual se extrae la muestra para su inspección.

**Material volumétrico:** Instrumentos de laboratorio diseñados para medir volúmenes de líquidos con alta precisión (Matraz aforado, Pipeta volumétrica, Pipeta graduada y Bureta).

**Muestra Compuesta:** Muestra obtenida mezclando varias muestras simples o elementales tomadas de diferentes puntos del lote para garantizar representatividad.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

**Muestra Representativa:** Porción de material seleccionada de tal manera que posea las mismas características esenciales que el lote total del que proviene.

**Solución neutralizada:** Es aquella que fue corrigió el pH mediante la utilización de un ácido o una base hasta llegar al punto de cambio de color de la fenolftaleína (ejemplo: alcohol neutralizado se adiciona fenolftaleína e hidróxido de sodio hasta su cambio ligeramente lila)

**Patrón Primario:** Reactivo químico de pureza elevada, estable y de composición conocida usado como referencia para estandarizar soluciones.



**Pesar con precisión de 1 mg:** Medir la masa de una sustancia con una exactitud de  $\pm 1$  miligramo utilizando una balanza analítica.

**Punto Final:** Momento visual de la titulación donde el indicador cambia de color, estimando experimentalmente el punto de equivalencia.

**Titulante:** Solución de concentración conocida que se coloca en la bureta y se añade gradualmente a la muestra durante una valoración.

**Titulación por Retroceso:** Técnica donde se añade un exceso conocido de reactivo al analito y luego se valora el sobrante con otra solución; usada cuando la reacción directa es lenta.

**Zona de Viraje:** Rango de pH (o potencial) específico en el cual un indicador químico cambia perceptiblemente de color.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>	
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>	
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1

## 11. Señalética de seguridad del laboratorio de control de calidad

**Tabla 1**  
*Señalética del laboratorio*



Imagen	Tipo de Señal	Significado	Categoría
	Salida de emergencia	Indica la ruta de evacuación en caso de emergencia	Señal de salvamento
	Bodega de reactivos y materiales	Identifica el área de almacenamiento de sustancias químicas y materiales de laboratorio	Señal informativa
	Equipo de protección personal obligatorio	Requiere el uso de mandil, mascarilla y gafas de seguridad en el Laboratorio X106	Señal de obligación
	Prohibido fumar	No está permitido fumar en esta área	Señal de prohibición
	Alarma contra incendios	Dispositivo manual de activación del sistema de alarma de incendios (marca BOSCH)	Señal de equipo contra incendios
	Extintor de incendios	Ubicación del equipo extintor con instrucciones de uso	Señal de equipo contra incendios

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>	
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>	
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1

Imagen	Tipo de Señal	Significado	Categoría
	Botiquín de primeros auxilios	Ubicación del botiquín con instrucciones: no mover la balanza y no colocar líquidos en ella	Señal de salvamento/informativa
	Ducha de emergencia	Indica la ubicación de la ducha de seguridad para casos de exposición química	Señal de salvamento
	Prohibición es múltiples del laboratorio	Panel con 6 prohibiciones: celulares, alimentos, correr, hacer fuego, fumar y animales	Señal de prohibición
	Precaución vapores tóxicos	Advierte sobre la presencia de sustancias químicas que liberan gases o vapores peligrosos. Esta campana extractora debe mantenerse encendida al manipular reactivos volátiles	Señal de advertencia

## 12. Equipos del laboratorio utilizados para Química Analítica Aplicada

En la Tabla 2 se especifican los equipos y materiales de uso exclusivo para volumetría, gravimetría y análisis proximal por método de Weende.



	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>	
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>	
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1

**Tabla**  
*Equipos*



2


 <p>Plancha con 6 posiciones de calentamiento simultáneo para muestras <b>Marca:</b> IKA / VELP Científica <b>Capacidad / Especificaciones:</b> 6 posiciones / 120°C – 450°C</p>	 <p>Balanza de precisión para pesaje de muestras <b>Marca:</b> OHAUS / KERN <b>Capacidad / Especificaciones:</b> Máx. 2.200 g / d = 0,01 g</p>
 <p>Extractor Soxhlet (determinación de grasa y compuestos liposolubles) <b>Marca:</b> BUCHI / VELP Científica (modelo SER 148) <b>Capacidad / Especificaciones:</b> 3 posiciones / cartuchos 33 × 100 mm / solventes orgánicos</p>	 <p>Equipo Jar Test (NOVATECH) – Sistema de 6 posiciones <b>Marca:</b> NOVATECH <b>Capacidad / Especificaciones:</b> 6 vasos de 1.000 ml / 0–200 rpm</p>
	



	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
<b>Fecha Aprobación:</b>	<b>Código:</b> QA-001	<b>Versión:</b> I	
<p>Hornilla eléctrica para calentamiento de muestras</p> <p><b>Marca:</b> THERMO SCIENTIFIC / STUART</p> <p><b>Capacidad / Especificaciones:</b> Potencia: 1.500 W / temperatura hasta 300°C</p>		<p>Bomba para generar vacío en sistemas de filtración</p> <p><b>Marca:</b> WELCH / GAST</p> <p><b>Capacidad / Especificaciones:</b> Vacío máx. -760 mmHg / caudal: 25 L/min</p>	
<div style="text-align: center;">  </div> <p>Balanza analítica de alta precisión</p> <p><b>Marca:</b> METTLER TOLEDO / SARTORIUS</p> <p><b>Capacidad / Especificaciones:</b> Máx. 220 g / d = 0,0001 g (0,1 mg)</p>	<div style="text-align: center;">  </div> <p>Recipiente de vidrio hermético que se utiliza para mantener muestras libres de humedad o para secar materiales en un ambiente controlado.</p> <p><b>Marca:</b> BRAND / PYREX</p> <p><b>Capacidad / Especificaciones:</b> Diámetro: 150–300 mm / silica gel o indicador de humedad</p>		
<div style="text-align: center;">  </div> <p>Estufa de secado (calor seco 40–200°C)</p> <p><b>Marca:</b> MEMMERT / BINDER</p> <p><b>Capacidad / Especificaciones:</b> 40–200°C / volumen: 32–240 L</p>	<div style="text-align: center;">  </div> <p>Horno de alta temperatura para calcinación y secado</p> <p><b>Marca:</b> NABERTHERM / THERMOLYNE</p>		

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

		<b>Capacidad / Especificaciones:</b> Hasta 1.100°C / volumen: 3–12 L	
			
<p>Stomacher (mezcla y homogeneización de muestras)</p> <p><b>Marca:</b> SEWARD / INTERSCIENCE (BagMixer)</p> <p><b>Capacidad / Especificaciones:</b> 230–400 ml por bolsa estéril / 8–400 rpm</p>	<p>Sistema de ventilación para trabajo con vapores tóxicos (señalización: "PRECAUCIÓN VAPORES TÓXICOS")</p> <p><b>Marca:</b> LABCONCO / KEWAUNEE</p> <p><b>Capacidad / Especificaciones:</b> Velocidad de cara: 0,5 m/s / caudal: 400–800 m³/h</p>		
			
<p>Capsulas de porcelana</p> <p><b>Marca:</b> CoorsTek / HALDENWANGER</p> <p><b>Capacidad / Especificaciones:</b> 10 – 150 ml / resistencia hasta 1.200°C</p>	<p>Crisoles de porcelana</p> <p><b>Marca:</b> CoorsTek / HALDENWANGER</p> <p><b>Capacidad / Especificaciones:</b> 15 – 100 ml / resistencia hasta 1.400°C</p>		
			
<p>Pinzas de laboratorio</p> <p><b>Marca:</b> BOCHEM / RETSCH</p>	<p>Equipo para volumetría</p>		

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

<b>Capacidad / Especificaciones:</b> Acero inoxidable / longitud: 130–300 mm	Bureta: 25 ml Pinzas: 2 brazos
 Erlenmeyer  <b>Marca:</b> PYREX / SCHOTT DURAN <b>Capacidad:</b> 50 – 2.000 ml / borosilicato 3.3	

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>	
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>	
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1

## ANÁLISIS VOLUMÉTRICO

### 1. Fundamento

La volumetría o análisis volumétrico es una rama fundamental de la química analítica cuantitativa que permite determinar la concentración de sustancias en solución mediante reacciones controladas. Esta técnica, también conocida como titulación o valoración, se basa en la medición precisa de volúmenes de reactivos que interactúan en proporciones estequiométricas definidas, permitiendo calcular la cantidad de analito presente en una muestra (Harvey, 2016).



El principio general de toda volumetría se sustenta en la ley de equivalentes químicos. La reacción se realiza controladamente desde una bureta, agregando pequeños volúmenes del titulante (solución de concentración conocida) a una alícuota de muestra en solución hasta cuando la cantidad de titulante agregado corresponde exactamente a la cantidad de analito presente (Oriakhi, 2021; Skoog et al., 2009).

El punto de equivalencia de una volumetría es un punto teórico que se alcanza cuando la cantidad de valorante añadido es químicamente equivalente a la cantidad de analito en la muestra. Sin embargo, dado que el punto de equivalencia es un resultado teórico, su determinación experimental es imposible, en su lugar se puede estimar su posición al observar un cambio físico relacionado con la condición de equivalencia utilizando indicadores químicos. A dicho cambio físico se le llama punto final de la volumetría (Harvey, 2016).

### 2. Clasificación de los métodos volumétricos

Según el tipo de **reacción química** involucrada, las volumetrías se clasifican en cuatro categorías principales (Christian et al., 2014):

1. **VALORACIÓN DE NEUTRALIZACIÓN** basadas en la reacción química entre un ácido y una base. Para determinar el punto final, usan un indicador sensible de pH, como la fenolftaleína (incoloro en medio ácido y lila en medio básico) o el naranja de metilo (rojo-naranja en medio ácido y amarillo en medio básico). Se Clasificación en:
  - Acidimetría: Determinación de bases utilizando un ácido fuerte estándar.
  - Alcalimetría: Determinación de ácidos utilizando una base fuerte estándar.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: I	

2. **VALORACIONES POR PRECIPITACIÓN:** Son aquellas basadas en las reacciones de precipitación. El más habituales son las Argentometrías: precipitación de aniones como los halógenos (F-, Cl-, Br-, I-) y el tiocianato (SCN-) con el ion plata.



En alimentos, la determinación del contenido de cloruro de sodio en alimentos es la más utilizada. Los métodos más utilizados para la determinación de este analito son el método de Mohr (valoración directa) para lo cual la muestra debe tener un pH de 7 a 10) y el método de Volhard valoración indirecta, para muestras con pH ácidos.

Los cloruros en muestras sólidas pueden ser determinados por extracción en solución de forma directa o a partir de sus cenizas. Para lo cual la muestra se somete a calcinación 550°C. Se disuelven las cenizas con agua y se transvasa a un matraz aforado y se filtra si es necesario.

3. **VALORACIÓN COMPLEXOMÉTRICA** basadas en la reacción de formación de un complejo entre el analito y la sustancia valorante. El agente quelante EDTA es muy usado para titular iones metálicos en disolución. Estas valoraciones generalmente requieren indicadores especializados que forman complejos más débiles con el analito. Un ejemplo es Negro de Eriocromo T para valoración de iones calcio, magnesio o cobre (II).
4. **VALORACIÓN REDOX** basadas en la reacción de oxidación-reducción o reacción redox entre el analito y una disolución de oxidante o reductor que sirve de referencia. Para determinar el punto final, usan un potenciómetro o un indicador redox, aunque a veces o bien la sustancia a analizar o la disolución estándar.

Christian et al. (2014) clasifica a la volumetría **según el método de operación o al procedimiento seguido para el desarrollo de la valoración** en tres tipos de volumetrías:

1. **Valoración directa** donde el valorante se añade a la disolución del analito hasta completar la reacción. Es el tipo de valoración más sencilla y se recomienda su aplicación siempre que sea posible.
2. **Valoración por retroceso**, también llamada retrovaloración, se añade al analito un exceso conocido del reactivo valorante, y se usa un segundo reactivo estándar para valorar el exceso del primer reactivo. Estas valoraciones se usan principalmente:
  - Cuando el punto final de la valoración por retroceso es más claro que el de la valoración directa

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>	
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>	
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1

- Cuando se necesita un exceso del primer reactivo para que se dé por completo la reacción con el analito.
  - Si la reacción de la valoración directa no es favorable, por ejemplo, tiene una cinética lenta.
3. **Valoraciones por sustitución**, también llamadas por desplazamiento, se basan en la sustitución de un ión por otro. Su campo de aplicación más importante se halla en las valoraciones de complejación de iones metálicos con el ligando EDTA

Para que una volumetría sea precisa y reproducible, deben cumplirse las siguientes consideraciones importantes (Skoog et al., 2014; Christian et al., 2014):

- La reacción debe ser rápida, completa y estequiométrica.
- El valorante debe ser estable y de concentración conocida.
- El punto de equivalencia debe ser detectable con precisión.
- Se recomienda realizar valoraciones por duplicado o triplicado para asegurar reproducibilidad.

### 3. Preparación de la solución titulante

Calcular la cantidad en gramos del reactivo para el volumen requerido utilizando:

$$N = \frac{g_{\text{solute}}}{P_{\text{eq}} \times V_{\text{litros}}} \quad \text{(Ecuación 1)}$$

Donde:



**N**: Normalidad

***g<sub>solute</sub>***: gramos de soluto

***P<sub>eq</sub>***: peso equivalente del soluto

***V<sub>litros</sub>*** : Volumen que se desea preparar en litros

**Reactivo sólido:** Colocar en la balanza analítica un vaso de precipitados de 50 o 100 ml completamente limpio y seco y pesar aproximadamente los gramos de reactivo calculado mediante la ecuación 1. Disolver con agua destiladas y transvasar al balón aforado con enjuagues del vaso hasta completar el volumen del balón aforado.

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>	
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>	
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1

**Reactivo líquido:** Éstos se deben medir y no pesar, además de que los reactivos líquidos no son 100% puros por lo que se debe considerar su pureza y densidad, por lo tanto:

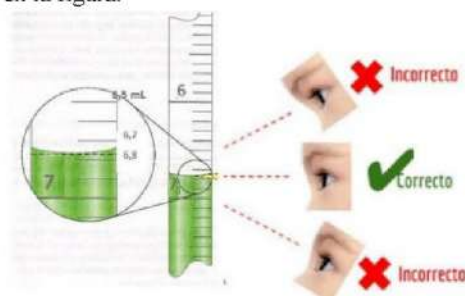
Los gramos calculados mediante la ecuación 1 pasar a volumen del reactivo:

$$\text{Volumen (ml) a tomar} = \frac{g \text{ calculados} * 100}{\text{pureza} * \text{densidad}} \quad (\text{Ecuación 2})$$

Si es un ácido colocar en el balón aforado agua destilada y adicional el volumen calculado, agitar y completar el aforo.



#### 4. Preparación de bureta

1. Enjuagar la bureta con agua destilada.
2. Colocar 2 ml del titulante en la bureta girando la misma de tal manera que la solución moje completamente las paredes internas. Elimine la solución.
3. Colocar la bureta en el soporte universal con una pinza para bureta.
4. Cierre la llave y llena la bureta con la solución titulante que se utilizará, sin sobrepasar el enrase máximo.
5. Abra la llave unos segundos para purgar la punta, eliminando burbujas de aire.
6. Ajuste el nivel de líquido al 0.00 ml o a un valor inicial conocido.
7. Asegure que la lectura se haga al nivel del menisco a la altura de los ojos como se indica en la figura.



#### 5. Valoración propiamente de la muestra:

- La muestra debe estar en solución y se toma un volumen exacto de ésta con probeta o pipeta aforada (se puede hacer uso de jeringas).
- Se coloca en un matraz Erlenmeyer.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>	
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>	
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: I

- Se añade el indicador químico que cambia de color en el punto cercano a la equivalencia (ej. fenolftaleína, naranja de metilo, etc.).
- Se añade gota a gota el titulante desde la bureta sobre la muestra, agitando constantemente, hasta observar el primer cambio de color del indicador.
- Se registra el volumen exacto de valorante consumido.

#### 6. Cálculo de la concentración del analito:

- Se aplica la relación estequiométrica de la reacción donde número de equivalentes del titulante es igual al número de equivalentes del analito

$$Eq_T = Eq_A \quad \text{(Ecuación 5)}$$

Donde:  $Eq_T$  = Equivalentes de titulante

$Eq_A$  = Equivalentes analito

Se conoce que:  $Eq_A = \frac{\text{masa soluto}}{Peq}$

y también:  $Eq_T = N \cdot V$

Reemplazando en la **ecuación 5**:  $V_T \times N_T = \frac{\text{masa}_A}{Peq_A}$

Despejando masa del analito  $\text{masa}_A = V_T \times N_T \times Peq_A$

Es decir:  $\text{masa}_A(g) = V_T(L) \times N_T\left(\frac{eq}{L}\right) \times Peq_A\left(\frac{g}{eq}\right)$



Como en el laboratorio se trabaja con volúmenes pequeños (en ml)

$$\text{masa}_A(g) = V_T(ml) \times N_T\left(\frac{eq}{1000 ml}\right) \times Peq_A\left(\frac{g}{eq}\right) \quad \text{(Ecuación 6)}$$

Una vez obtenido la masa del analito, se puede expresarla en diferentes concentraciones así: %m/v, % m/m, mg/l, g/l según se requiera. Por ejemplo, en porcentaje:

$$\%A = \frac{\text{masa}_A}{V_{\text{muestra}}} \times 100$$

Reemplazando masa A de la **Ecuación 6**

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>	
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>	
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1

$$\%A = \frac{V_T * N_T * Peq_A}{1000} \frac{100}{V_{muestra}}$$

Por lo tanto, las fórmulas utilizadas en volumetría en porcentaje serían:

$$\%A = \frac{N_T * V_T * Peq_A * 0.1}{(V \text{ o } W \text{ muestra})}$$

$$(g/L)A = \frac{N_T * V_T * Peq_A}{(V \text{ o } W \text{ muestra})}$$

$$ppm A = \frac{N_T * V_T * Peq_A * 1000}{(V \text{ o } W \text{ muestra})}$$

Donde:

$N_T$  = Normalidad del titulante en eq/L

$V_T$  = volumen gastado en la titulación en mililitros

$Peq_A$  = Peso equivalente de analito en eq/g



$V$  = volumen de la muestra colocada en el Erlenmeyer en mililitros

$W$  = peso de la muestra colocada en el Erlenmeyer en gramos

## 7. Estandarización de las soluciones titulantes

### Método de pipeteo

1. Preparar 25 ml de la solución patrón a una concentración similar a la solución titulante con precisión
2. Con la pipeta volumétrica, tomar 5 ml de la solución patrón y transferirlo a un matraz Erlenmeyer de 125 ml.
3. Agregar alrededor de 20 ml de agua destilada para facilitar la titulación.
4. Añadir algunas gotas del indicador correspondiente.
5. Llenar la bureta con la solución titulante a estandarizar y registrar el volumen inicial de la bureta.
6. Titular lentamente mientras se agita el Erlenmeyer.
7. Identificar el punto final según el indicador
8. Registrar el volumen final de la bureta.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

### Cálculo

$$N_T * V_T = N_P * V_P \quad \text{(Ecuación 3)}$$

$N_T$  = Normalidad del titulante (el que se busca)

$V_T$  = Volumen consumido en la titulación

$N_P$  = Normalidad del patrón (concentración preparada)

$V_P$  = Volumen tomado del patrón (5 ml)

### Método por pesadas individuales para la estandarización del titulante

1. Pesar con exactitud en una balanza analítica entre 0.01g y 0.015g el reactivo patrón primario en un erlenmeyer limpio y seco.
2. Registrar la masa exacta con 4 decimales.
3. Agregar 20 ml de agua destilada al Erlenmeyer.
4. Agitar suavemente hasta disolver completamente el patrón primario.
5. Añadir algunas gotas del indicador correspondiente.
6. Llenar la bureta con la solución titulante y registrar el volumen inicial de la bureta.
7. Titular con la solución a estandarizar mientras se agita el matraz erlenmeyer.
8. Llegar al punto final según el indicador.
9. Registrar el volumen final de la bureta.

### Cálculo

$$NT = \frac{g_{patrón}}{Peq \times V_T} * 1000 \quad \text{(Ecuación 4)}$$

**NT:** Normalidad exacta del titulante



**$g_{patrón}$ :** gramos pesados con exactitud del patrón

**Peq:** peso equivalente del patrón

**$V_T$ :** Volumen en mililitros consumidos del titulante

### 8. Preparación de indicadores y buffer

**Fenolftaleína:** Pesar 0,10 g de fenolftaleína, Colocar la fenolftaleína en un vaso de precipitación pequeño, Agregar 5 ml de alcohol etílico al 95 % y agitar hasta que se disuelva completamente, Posteriormente añadir 5 ml de agua destilada y mezclar bien, Transferir la solución al frasco gotero de 10 ml, previamente limpio y rotulado.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

**Anaranjado de Metilo:** Si el anaranjado de metilo está en forma de ácido: Pesar 0,015 g de anaranjado de metilo, Disolver el reactivo en 15 ml de agua destilada caliente, Agitar hasta obtener una solución homogénea, Transferir la solución al frasco gotero de 15 ml limpio y rotulado. Si el anaranjado de metilo está en forma de sal de sodio: Preparar 15 ml de solución de anaranjado de metilo en agua destilada, Adicionar aproximadamente 0,23 ml de solución de HCl 0,1 N a la solución preparada, Mezclar bien y transferir al frasco gotero de 15 ml

**Indicador de Cromato de potasio al 5% :** Pesar 5 g de K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> y disolver en 50 ml de agua ultra-pura. Agregue la solución de nitrato de AgNO<sub>3</sub> hasta que se forme un precipitado rojo claro. Dejar reposar 12 h, filtrar para remover el precipitado y afore a 100 ml con agua Ultrapura. Conserve en frasco ámbar

Indicador de alumbre Férrico al 8%: disolver 0,8 g de sulfato férrico amónico FeNH<sub>4</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>4</sub>.12H<sub>2</sub>O en agua destilada y llevar a un volumen de 10 ml

**Indicador negro de eriocromo T al 1 % m/m en NaCl.**



Pesar 0.03 g de Negro de Eriocromo T y Pesar 2.97 g de NaCl bien pulverizado, Mezclar ambos componentes cuidadosamente en un mortero hasta obtener una mezcla homogénea, Guardar la mezcla en un frasco cerrado protegido de la luz y la humedad.

**Indicador murexida al 1 % m/m en NaCl.**

Pesar 0.03 g de Murexida y Pesar 2.97 g de NaCl finamente pulverizado, mezclar cuidadosamente en un mortero hasta obtener una mezcla homogénea, guardar la mezcla en un frasco cerrado, protegido de la luz y humedad.

**Solución estándar de carbonato de calcio:** Seque 0.1 g de carbonato de calcio a 100°C por 3 horas. Pesar 0.04 g de este carbonato y transferir a un matraz aforado de 25 ml usando no más de 10 ml de agua desionizada. Agregue gota a gota ácido clorhídrico 1M hasta que la solución sea clara y no se observe efervescencia. Afore el balón.

**Indicador de almidón:** Añadir 0,50 g de almidón soluble a 50 ml de agua destilada casi hirviendo. Mezclar bien y dejar enfriar antes de usar. Formar una pasta con 0,6 g de almidón en agua fría. Verter en 100 ml de agua hirviendo. Añadir 2 g de KOH y dejar reposar 2 h. Acidificar con 0,6 mL de ácido acético y ajustar pH a 4 con HCl. (Duración: ~1 año en frasco vidrio con tapa)

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

### PRACTICA 1: ESTANDARIZACIÓN DE SOLUCIONES TITULANTES PARA LA VOLUMETRIA DE NEUTRALIZACIÓN

#### Objetivos

- Determinar la normalidad exacta de una solución de NaOH 0.1N mediante titulación volumétrica ácido-base, utilizando ftalato ácido de potasio (KHP) como patrón primario.
- Determinar la normalidad exacta de una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.1N mediante titulación volumétrica ácido-base, utilizando la solución de NaOH como patrón secundario.

#### Materiales y Reactivos



Materiales	Cantidad o Volumen (ml)	Materiales	Cantidad o Volumen (ml)
Bureta	25 ml	Soporte universal	1
Matraz Erlenmeyer	50 ml	Pinza para soporte	1
Matraz aforado	25, 100 ml	Vasos precipitados	50 ml
Pipeta aforada	5 ml	Probeta	50 ml

#### Procedimiento

##### Preparación de la solución de NaOH 0,1N (100 ml)

1. Realizar el cálculo para preparar 100 ml soluciones de NaOH
2. Pesar aproximadamente en un vaso de precipitado de 50 ml, el NaOH utilizando balanza analítica. (no buscar perlas pequeñas ni tratar de partir las mismas para llegar al valor calculado, recuerde que los titulantes se deben estandarizar para conocer la concentración exacta).
3. Agregar aproximadamente 10-15 ml de agua destilada al vaso
4. Agitar suavemente hasta disolver completamente las perlas de NaOH (**Nota: La disolución de NaOH en agua es exotérmica es decir libera calor**)
5. Transferir cuantitativamente la solución a un matraz volumétrico aforado de 100 ml
6. Enjuagar el vaso de precipitado 2-3 veces con pequeñas porciones de agua destilada, añadiendo los enjuagues al matraz y agitar en movimientos circulares
7. Completar el volumen hasta la línea de aforo con agua destilada y tapar.
8. Agitar vigorosamente para homogeneizar la solución.
9. Estandarizar la solución con ftalato ácido de potasio (KHP) como patrón primario para lo cual siga el procedimiento indicado en ítem

##### “Procedimiento para la Estandarización de las soluciones titulantes”

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

### **Preparación y Estandarización de una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> mediante un patrón secundario**

1. Preparar 100 ml de una solución de ácido sulfúrico 0,1 N cuyo peso molecular es 98g/mol, densidad de 1,84 g/ml y una pureza del 95 al97%
2. Tomar 5 ml de la solución anterior y colocar en un erlenmeyer, agregar de 3 a 5 gotas de indicador fenolftaleína.
3. Valorar con la solución de NaOH (previamente estandarizada) hasta la aparición de un tenue color lila que perdure por 30 segundos y anotar el volumen gastado.

### **Resultados**

Calcule la normalidad verdadera de la solución preparada.



**Nota:** las soluciones titulantes preparadas se deben guardar para la práctica 2 y 3

### **Cuestionario**

1. ¿Qué se entiende por estandarización de una solución?
2. ¿Por qué el NaOH no puede utilizarse directamente sin estandarizar?
3. ¿Por qué el NaOH no puede utilizarse directamente sin estandarizar?
4. ¿Qué características debe cumplir un patrón primario?
5. ¿Por qué se utiliza el ftalato ácido de potasio (KHP) como patrón primario en esta práctica?
6. Escriba la reacción química balanceada que ocurre durante la titulación entre el NaOH y el KHP.
7. ¿Qué entiende por patrón secundario?
8. ¿En qué intervalo de pH cambia de color la fenolftaleína?
9. ¿Cómo se identifica el punto final de la titulación?
10. Explique por qué la disolución del NaOH en agua es un proceso exotérmico.
11. ¿Qué precauciones de seguridad deben tomarse al manipular NaOH y el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>?

### **Bibliografía**

[https://www.surcosistemas.com.ar/virtual/ebooks/QUIMICA\\_ANALITICA\\_Novena\\_edicion.pdf](https://www.surcosistemas.com.ar/virtual/ebooks/QUIMICA_ANALITICA_Novena_edicion.pdf)  
[https://www.academia.edu/17647070/CAPITULO\\_III\\_VOLUMETRICA\\_DE\\_NEUTRALIZACION](https://www.academia.edu/17647070/CAPITULO_III_VOLUMETRICA_DE_NEUTRALIZACION)

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

## PRACTICA 2: DETERMINACIÓN DE ACIDEZ

### Principio del método

El método se basa en determinar cuantitativamente el contenido de ácidos presentes en una muestra mediante una titulación ácido-base, utilizando como titulante una solución de hidróxido de sodio estandarizada y fenolftaleína como indicador.

### Importancia:

Los ácidos orgánicos presentes en los alimentos influyen en el sabor, color y la estabilidad de éstos. La acidez es un parámetro importante para los alimentos. No solo afecta al sabor del alimento de que se trate, sino que influye en la capacidad de proliferación de los microorganismos, como las bacterias y los hongos. En general, cuanto mayor sea la acidez de un alimento, menos probabilidades hay de que se estropee por la acción de microorganismos. (Hernández, 2017)

### Objetivo

Determinar cuantitativamente la acidez total presente en diferentes alimentos mediante una titulación ácido-base, utilizando una solución de hidróxido de sodio (NaOH 0,1 N) previamente estandarizada y fenolftaleína como indicador.



### Reactivos

- Solución 0.1 N de hidróxido de sodio NaOH, debidamente estandarizada con Ftalato de ácido de potasio (realizada y guardada en la práctica 1)
- Agua destilada, exenta de CO<sub>2</sub> y fría.

**Muestras:** Leche, yogurt, vinagre, frutas cítricas, jugos comerciales, Harina, pan y otras que pueda solicitar el docente.

### 2.1. Determinación del % de acidez Lácteos y derivados

- Llevar la muestra a una temperatura aproximada de 20°C y mezclarla mediante agitación suave hasta que esté homogénea, cuidando que no haya separación de grasa por efecto de la agitación.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- Si se forman grumos de crema y éstos no se dispersan, calentar la muestra en baño María a 35°– 40°C, mezclando cuidadosamente e incorporando cualquier partícula de crema adherida al recipiente; enfriar rápidamente hasta 18–20°C.
- Si quedan partículas blancas o grumos de grasa adheridos a las paredes del recipiente, la determinación no dará resultados exactos.
- Tomar una alícuota de 10 ml para la valoración, si la muestra es muy viscosa como es el caso del yogurt adicionar al erlenmeyer 10 ml de agua destilada, colocar el indicador y titular.

### 2.2. Determinación del % de acidez en Vinagre



- Agitar el recipiente para obtener una homogeneidad
- Diluir la muestra, tomar un volumen de 10 ml de muestra y transferir a un matraz aforado 100 ml, aforar con agua destilada hasta el volumen de 100 ml obteniendo una dilución al 10%
- Tomar una alícuota de 15 ml para la valoración.
- *Alternativa:* tomar 1ml de la muestra colocar en el erlenmeyer y adicionar 25ml de agua destiladas.

### 2.3 Determinación del % de acidez en jugos comerciales

- Agitar suavemente antes de abrir para asegurar homogeneidad.
- Atemperar a  $20 \pm 2$  °C.
- Si el jugo presenta sedimentos naturales, mezclar con agitador magnético para reincorporarlos, filtrar si hace falta
- Tomar un volumen de 15 ml para análisis sin necesidad de dilución colocar el indicador y titular.

### 2.4 Determinación del % de acidez en Frutas cítricas

- Exprimir el jugo de las frutas cítricas.
- Filtrar para eliminar sólidos.
- Tomar 10 ml de muestra filtrada, pasar a un matraz aforado de 100 ml
- Aforar con agua destilada
- Tomar una alícuota de 15 ml para la valoración.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

### 2.5 Determinación del % de acidez en Harinas

- Pesar, con aproximación al 0,1 mg, 5 g de la harina de origen vegetal y transferir al matraz Erlenmeyer de 100 ml.
- Agregar lentamente 50 ml de alcohol de 90% (V/V) neutralizado, tapar el matraz Erlenmeyer y agitar fuertemente.
- Dejar en reposo durante 24 h, agitando de vez en cuando.
- Tomar con la pipeta una alícuota de 10 ml del líquido claro sobrenadante y transferir al matraz Erlenmeyer de 50 ml, para la valoración.

### 2.6 Determinación del % de acidez en Pan

- Se muele una porción de pan 5-10 g hasta obtener un polvo fino.
- Se coloca el pan molido en un matraz y se añade agua destilada hervida. Se deja en reposo por 15 minutos, agitando de vez en cuando para extraer los ácidos.

Se filtra la suspensión, separando el extracto acuoso del sólido, tomar una alícuota de 10 ml para la valoración.



### 2.7 Determinación del % de acidez en Queso.

- Realizar un cuarteo del queso. Tomar uno de los cuartos, rallar y homogenizar
- Pesar 5 gramos de queso triturado, luego se tratan con 50 ml. de agua a 40°C, se agita fuertemente, se filtra, se lava bien la masa sobre el filtro se completa a 100ml.
- Se toma alícuotas y se titula

### 2.8 Determinación del % de acidez en productos cárnicos

- Se pesan de 10 g de muestra homogeneizada en un vaso de precipitado previamente tarado con un error máximo de + 0.1 g, se añaden 50 ml de agua y se deja en reposo durante 1 h.
- El contenido del vaso de precipitado se transfiere cuantitativamente a un matraz aforado de 100 ml, se enrasa, se agita y se filtra.
- De este filtrado se toma una alícuota de 10 ó 25 ml para su titulación

### 2.9 Determinación del % de acidez en Leche en polvo

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- Se pesan 10 g de muestra en un vaso de precipitado previamente tarado con un error máximo de 0.1g
- Se añaden 60 ml de agua destilada previamente calentada a temperatura entre 60-70 C.
- Se agita hasta total disolución y se trasvasa cuantitativamente a un matraz aforado de 100 ml, se enrasa y se toma una alícuota de 10 o 25 ml para la valoración.

### Cálculos y Resultados

Expresar el porcentaje de acidez expresado en el ácido representativo según su muestra



- Lácteos y derivados: Ácido láctico 90 g/eq
- Vinagre: Ácido acético 60 g/eq
- Jugos comerciales y Frutas cítricas: Ácido cítrico 64 g/eq
- Harina y pan: Ácido sulfúrico 49 g/eq y ácido láctico 90 g/eq

$$\% \text{ acidez}_{(Exp en \dots)} = \frac{V_T \times N_T \times Peq_A \times 0,1}{W_A}$$



- $V_T$ : Volumen del titulante.
- $N_T$ : Normalidad del titulante.
- $Peq_A$ : Peso equivalente del analito.
- $W_A$ : Peso de la muestra que se lleva en la alícuota

### Cuestionario

1. ¿Explique el principio químico de la titulación ácido-base empleada en la determinación de acidez total para cada muestra?
2. ¿Qué se entiende por acidez total en alimentos?
3. ¿Cuál es la importancia de determinar la acidez en los alimentos?
4. En la realización de una volumetría ácido-base para determinar la concentración de ácido acético ( $CH_3COOH$ ) en un vinagre comercial, empleando hidróxido de sodio ( $NaOH$ ) como reactivo valorante, 20 ml de vinagre se diluyen con 50 ml de agua. La neutralización exacta de esta disolución consume 15 ml de una disolución acuosa de

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- hidróxido de sodio, NaOH, 0.1 N. Calcula la concentración de ácido acético en el vinagre comercial.
- Obtenga el porcentaje de riqueza en masa de una muestra de hidróxido de sodio, sabiendo que 50.0452 g de muestra son neutralizados con 35.56 ml de una disolución de ácido clorhídrico 12 N.
  - En un proceso de titulación se emplearon 50 ml de una solución 0.5012 N de NaOH, para neutralizar 75 ml de una solución de ácido acético de normalidad desconocida. ¿Cuál es la normalidad de la solución analizada?
  - ¿Qué volumen de una disolución de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , 0.25043 N se necesita para neutralizar 100.00 ml de solución 0.1 N de HCl?
  - Una alícuota de 25.00 ml de vinagre se diluyó hasta 250.00 ml en un matraz volumétrico; la titulación de alícuotas de 50.00 ml de la solución diluida necesitó un promedio de 34.88 ml de NaOH 0.0960 M. Expresar la acidez del vinagre en términos (p/v) de ácido acético.
  - Se determina el % de N de una muestra de leche en polvo que pesa 3.0140 g mediante el método de Kjeldahl. Para ello se destila el amoníaco sobre 50.00 ml de una disolución de ácido clorhídrico 0.1210 M, valorándose el exceso de ácido con disolución de NaOH 0.1540 M, de la que se gastaron 32.21 ml. Calcular: A) Porcentaje de nitrógeno en la muestra. B) Si el factor de conversión de nitrógeno a proteína es 6.38, ¿qué cantidad de proteínas contiene la masa de muestra analizada?
  - El  $\text{SO}_3$  producido durante la combustión de 1.0000 g de carbón en corriente de oxígeno se recogió sobre 100.00 ml de una disolución diluida de  $\text{H}_2\text{O}_2$ . El  $\text{H}_2\text{SO}_4$  producido necesitó 5.90 ml de NaOH 0.05 M para su valoración. Calcular el porcentaje de azufre combustible en el carbón.

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

### **PRACTICA 3: DETERMINACIÓN DE ACIDEZ FIJA Y ACIDEZ VOLATIL**

#### **Principio del método**

Cuantificar la fracción de ácidos no volátiles presentes en productos fermentados de frutas, mediante la eliminación previa de los ácidos volátiles presentes (principalmente acético y fórmico) por evaporación y la posterior titulación de los ácidos fijos con solución de hidróxido de sodio (NaOH 0,1 N) usando fenolftaleína como indicador.

#### **Objetivo**

- Cuantificar la acidez total, acidez fija y acidez volátil en muestras de alimentos.



#### **Reactivos**

- Solución 0.1 N de hidróxido de sodio NaOH, debidamente estandarizada con Ftalato de ácido de potasio (KPH).
- Solución indicadora de fenolftaleína.
- Alcohol neutro
- Agua destilada.

**Muestras sugeridas:** bebidas alcohólicas destiladas, fermentadas

#### **Procedimiento acidez total**

1. La determinación debe efectuarse por triplicado sobre la misma muestra.
2. Evaporar a sequedad 10 ml de muestra contenidos en un crisol de porcelana, sobre un baño de vapor.
3. Colocar el crisol y su contenido en la estufa, a 100 °C, durante 30 min.
4. Disolver y transferir el residuo seco utilizando porciones de alcohol neutro (aproximadamente 10 ml) a un matraz Erlenmeyer, que debe contener 100 ml de agua destilada, recientemente hervida y neutralizada.
5. Adicionar 5 gotas de solución de fenolftaleína y proceder a titular, utilizando la bureta, con la solución 0,1 N de hidróxido de sodio.
6. Determinar la acidez total según procedimiento explicado en la practica 1
7. Calcular la acidez volátil = Acidez total. Acidez Fija

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

#### Procedimiento Acidez fija:

1. Medir 10 ml de vinagre en una cápsula de porcelana de 200 ml.
2. Evaporar casi a sequedad.
3. Añadir 5–10 ml de agua y evaporar nuevamente.
4. Repetir hasta realizar 5 evaporaciones (por lo menos).
5. Añadir aproximadamente 200 ml de agua recientemente hervida y titular con NaOH 0,1 N usando fenolftaleína como indicador.

#### Acidez volátil:

Se determina por cálculo, sustrayendo del % de acidez total titulable el % de acidez no volátil (o fija).

#### Resultados

Expresar el porcentaje de ácido según su muestra



- Bebidas alcohólicas fermentadas: ácido tartárico.
- Bebidas alcohólicas destiladas y vinagre: ácido acético.

Valores referenciales de acidez en diferentes productos según la norma INEN de productos fermentados

Producto	Acidez total (% ácido acético)	Acidez fija (% ácido tartárico u otros)	Acidez volátil (% ácido acético)
Vino tinto	0.5 – 0.8	0.4 – 0.7	0.02 – 0.12
Vino blanco	0.4 – 0.7	0.3 – 0.6	0.01 – 0.10
Vinagre	4.0 – 8.0	Baja	4.0 – 8.0
Jugo de frutas	0.2 – 1.5	0.15 – 1.2	0.01 – 0.05
Bebidas fermentadas	0.3 – 1.0	0.25 – 0.8	0.02 – 0.15

Interpretación de la acidez en alimentos

Tipo de acidez	Qué indica	Importancia en alimentos
Acidez total	Suma de todos los ácidos presentes	Determina sabor global
Acidez fija	Ácidos no volátiles (tartárico, cítrico, láctico)	Estabilidad y composición real del producto
Acidez volátil	Ácidos que se evaporan (acético, fórmico)	Indicador de fermentación o deterioro

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

### Cuestionario

1. ¿Qué se entiende por acidez fija en una bebida alcohólica?
2. ¿Cuál es la diferencia entre acidez fija y acidez volátil? Mencione ejemplos de ácidos en cada categoría.
3. ¿Por qué es importante determinar la acidez fija en el control de calidad de bebidas alcohólicas?
4. Resuelva:

En el Art. 1080 del CAA se define “cerveza” en el inciso 1.2.1.2 como el producto cuyo extracto primitivo es mayor o igual a 10,5% en peso, y es menor de 12,0% en peso. (En 1.1.7 se identifica “extracto primitivo u original” como la cantidad de sustancias disueltas del mosto que dio origen a la cerveza y se expresa en porcentaje en peso). Por otro lado, en el Art. 1082 inc. c, se expresa que la acidez total expresada como ácido láctico de las cervezas no deberá exceder de 3 % p/p referido al extracto del mosto original. Se quiere determinar la acidez de una muestra de cerveza cuyo fabricante declara que tiene un extracto primitivo del 11 % p/p. Para ello se midieron exactamente 50 ml de la cerveza y se llevaron a un matraz aforado de 250 ml, enrasándose el mismo con agua. De la solución resultante se tomaron 25 ml, que luego se titularon frente a NaOH 0,0122 M, consumiéndose hasta el viraje de color 12,5 ml de la base. Calcule el valor de acidez de la cerveza expresada como ácido láctico, referido al extracto original y diga si el mismo está de acuerdo con las especificaciones del CAA (nota: considere la densidad de la cerveza igual a 1 g/ml, ácido láctico: monoprótico, C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>). Rta. 2,72 %.

Resuelva el demás ejercicio de:



[https://www.fio.unicen.edu.ar/usuario/gmanrique/images/PROBLEMAS\\_ADICIONALES\\_DE\\_ACIDEZ.pdf](https://www.fio.unicen.edu.ar/usuario/gmanrique/images/PROBLEMAS_ADICIONALES_DE_ACIDEZ.pdf)

<https://es.scribd.com/document/537472364/Nte-Inen-341>

### Bibliografía

<https://es.scribd.com/document/517031958/NORMA-VINO-372-4>

<https://es.scribd.com/document/675816040/NTE-INEN-372-VINOS>

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

## PRACTICA 4: ALCALIMETRIA

### Principio del método

La alcalimetría es una técnica volumétrica de neutralización que permite cuantificar la alcalinidad total presente en una muestra, mediante la titulación con una solución ácida de concentración conocida ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,1 N). La alcalinidad en aguas y soluciones acuosas se debe principalmente a la presencia de tres especies básicas: hidróxidos ( $\text{OH}^-$ ), carbonatos ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) y bicarbonatos ( $\text{HCO}_3^-$ ), las cuales pueden coexistir en distintas proporciones según el pH de la muestra.

El método se fundamenta en el uso secuencial de dos indicadores con diferente rango de viraje, lo que permite diferenciar cada tipo de alcalinidad:

- **Fenolftaleína:** pH 8,2 vira de lila a incoloro, indicando la neutralización de los hidróxidos y la conversión de los carbonatos a bicarbonatos. El volumen gastado en este punto se denomina **alcalinidad P** (parcial).
- **Naranja de metilo** pH 3,1 – 4,4 : vira de amarillo a naranja, indicando la neutralización completa de los bicarbonatos formados en la etapa anterior. El volumen total gastado con ambos indicadores se denomina **alcalinidad T** (total).



A partir de la relación matemática entre la alcalinidad P y la alcalinidad T, es posible determinar qué especies básicas están presentes en la muestra y calcular su concentración individual, expresando los resultados en porcentaje o ppm según el tipo de muestra analizada.

### Objetivo

Determinar la alcalinidad total y la determinación de mezclas alcalinas (hidróxidos, carbonatos y bicarbonatos) presentes en diferentes tipos de muestras acuosas, mediante volumetría de neutralización con ácido sulfúrico 0,1 N y el uso secuencial de indicadores ácido-base.

### Reactivos

- Solución 0.1 N de ácido sulfúrico, estandarizada en la practica 1
- Solución indicadora de fenolftaleina
- Solución indicadora de naranja de metilo
- Agua destilada.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

**Muestras sugeridas:** Agua (Rio, potable, Agua de proceso o lavado agroindustrial) y sintética de carbonatos hidroxilos ( $\text{OH}^-$ ), bicarbonatos y carbonatos ( $\text{CO}_3^{2-}$ ), Leche de Magnesia

### Procedimiento

1. La determinación debe efectuarse por triplicado sobre la misma muestra.
2. Colocar en el Erlenmeyer 25 ml de muestra.
3. Colocar 3 a 5 gotas del indicador de fenolftaleína si pinta lila titular hasta que desaparezca el color
4. Anotar el volumen gastado (VF)
5. Sobre la misma muestra colocar 3 a 5 gotas del indicador de naranja de metilo
6. Continuar con la titulación hasta el primer cambio de color (de amarillo a naranja)
7. Anotar el volumen gastado (VM)

### Resultados

Según la relación entre alcalinidad P y T, se puede determinar la distribución de especies:

#### Tabla

3



#### *Distribución de especies*

Relación	$\text{OH}^-$	$\text{CO}_3^{2-}$	$\text{HCO}_3^-$
$P = 0$	0	0	T
$P < \frac{1}{2}T$	0	2P	T - 2P
$P = \frac{1}{2}T$	0	2P	0
$P > \frac{1}{2}T$	2P - T	2(T - P)	0
$P = T$	T	0	0

Expresar en porcentaje o ppm según la muestra analizada.

### Cuestionario

1. Puede existir las tres especies (carbonatos, hidroxilos y bicarbonatos a la vez, explique
2. ¿Por qué se utiliza naranja de metilo después de la fenolftaleína?
3. ¿Qué representa el cambio de color en cada indicador?
4. ¿Qué otros tipos de muestras se pueden analizar con alcalimetría?



	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

5. ¿Qué riesgos hay si el agua de proceso tiene alta alcalinidad?
6. Cual es la alcalinidad optima en bebidas gaseosas y que sucedería si esta sobre pasa los límites permitidos
7. ¿Por qué es importante que el agua destilada utilizada en el procedimiento haya sido recientemente hervida y cuál es el efecto del CO<sub>2</sub> disuelto sobre los resultados?
8. ¿Cómo influye una alta alcalinidad en aguas de proceso agroindustrial sobre los equipos, productos y procesos de producción?
9. ¿Qué relación existe entre el pH de una muestra y el tipo de especie alcalina predominante (OH<sup>-</sup>, CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> o HCO<sub>3</sub><sup>-</sup>)?
10. ¿Por qué se recomienda realizar la determinación por triplicado y cómo se calcula el coeficiente de variación para evaluar la reproducibilidad de los resultados obtenidos?

**Fuentes:**

<https://www.studocu.com/es/document/universitat-de-valencia/laboratorio-de-quimica-analitica-i/practica-determinacion-de-mezclas-alcalinas-carbonatos-bicarbonatos-e-hidroxidos/134470>

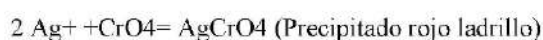
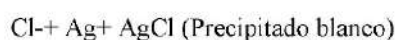
<https://es.scribd.com/document/655584099/PRACTICA-N%C2%BA04-Determinacion-de-alcalinidad-en-aguas>

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

### PRACTICA 5: VOLUMETRÍA DE PRECIPITACIÓN-MÉTODO DE MOHR

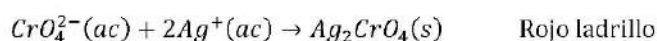
#### Principio del método

El método se basa en la formación de un precipitado ladrillo proveniente del cromato de plata formado a partir del precipitado de cloruro de plata, una vez que todo el  $\text{Cl}^-$  haya reaccionado con el nitrato de plata.

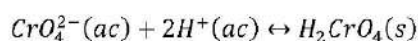


La solución de la muestra debe tener un pH entre 7 y 10, un pH de 8.3 es adecuado para la determinación.

Como indicador se utiliza una solución de dicromato de potasio ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ) al 5%, que forma en el punto de equivalencia un precipitado rojo ladrillo; La reacción de titulación en el punto final es:



Para llevar adelante la titulación se debe trabajar con un pH comprendido entre 7 y 10. A un pH más bajo, es decir más ácido, el ión cromato reacciona con los protones para dar ácido crómico.



A un pH superior a 10, la concentración del ión plata no es suficiente, ya que precipita en forma de óxido de plata.





**Nota.** Se requiere hacer un ensayo en blanco siguiendo los procedimientos descritos, pero sin la muestra.

#### Objetivo

Determinar el contenido de cloruros en diferentes tipos de muestras alimentarias mediante la volumetría de precipitación por el método de Mohr, utilizando como agente valorante solución de nitrato de plata estandarizado y cromato de potasio como indicador.



	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

### Reactivos

- Solución de nitrato de plata  $\text{AgNO}_3$ , Estandarizada con Cloruro de sodio  $\text{NaCl}$ . En agua naturales y envasadas utilizar a una concentración de 0,0141N y para alimentos de 0,1N
- Disolución patrón de cloruro de sodio (0,0141 N). Secar aproximadamente 3,0 g de cloruro de sodio a 140 °C. para su uso.
- Solución indicadora al 5 % de cromato de potasio  $\text{K}_2\text{CrO}_4$
- Agua destilada libre de cloruros
- Hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ), o Ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) de concentraciones 1N o 0,1N para ajustar el pH entre 7 y 10.

**Muestras sugeridas:** Aguas embotelladas y potable, sal, mantequilla, queso fresco, galletas, snack, cereales de desayuno.



### Procedimientos

#### 5.1 Determinación de Cloruros en aguas

- Utilizar un volumen de muestra de 100 ml y ajustar el pH entre 7 y 8 utilizando las soluciones de hidróxido de sodio (0,1N) y/o ácido sulfúrico (0,1N) según la muestra.
- Colocar una alícuota de 50 ml de la muestra acondicionada, adicionar el indicador y titular.

#### 5.2 Determinación de Cloruros en sal

- Si la muestra está constituida por cristales grueso, triturlarla de manera que pase por un tamiz de 0,8mm y sea retenido por un tamiz de 0,177 mm
- Pesar con aproximación a 1 mg aproximadamente 1g de muestra, disolverlos en agua destiladas y aforar en un balón de 100ml
- Trasferir una alícuota de 5 ml a un balón de 50 ml y aforar con agua destilada
- Tomar una alícuota de 10 ml en un erlenmeyer, añadir 1 ml de indicador y titular con solución de nitrato de plata 0,1 N hasta que aparezca un color café-rojizo que persista por 30 s al agitar fuertemente

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

### 5.3 Determinación de Cloruro de Sodio en mantequilla.



- Se ablanda la mantequilla colocando el recipiente cerrado en un baño maría teniendo cuidado que la temperatura no exceda de 39° C, se debe evitar el sobrecalentamiento ya que causa una visible coagulación del producto.
- Se agita frecuentemente durante el proceso para reincorporar cualquier porción de grasa separada y se observa la fluidez de la muestra.
- Se retira el baño maría y se sigue agitando vigorosamente con alguna frecuencia hasta que la muestra se enfríe
- En un matraz erlenmeyer de 250 cm<sup>3</sup> se pesan alrededor de 5 g de la muestra con una exactitud de ± 10 mg, se agregan 100 cm<sup>3</sup> de agua destilada caliente y se agita periódicamente durante 5 a 10 min hasta que se enfríe a una temperatura comprendida entre 50 y 55°C. Dejar enfriar la mezcla y luego filtrarla para obtener una solución salina transparente.
- Se añaden 2 cm<sup>3</sup> de solución indicadora de K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> y se titula con la solución 0.1 N de AgNO<sub>3</sub> hasta que la coloración café rojiza persista durante 30 s.

### 5.4 Determinación de Cloruro Sodio en queso fresco

- Pesar 10 g de queso en vasos de precipitados de 250 ml.
- Agregar 15 ml de agua destilada a temperatura de 50-55°C y mezclar perfectamente con la ayuda de una varilla de vidrio o con una espátula hasta formar una masa clara.
- Agregar 25 ml de agua más a la muestra hasta lograr dispersarla completamente.
- Transferir la disolución a un matraz aforado de 100 ml corregir pH y diluir con agua destilada hasta enrasar, mezclar correctamente.
- Trasferir 25 ml al Erlenmeyer, agregar un mililitro de indicador K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> y titular

### 5.5 Determinación de Cloruro Sodio en galleta o snack

- Con ayuda de un mortero triturar una muestra representativa
- Pesar 0,5 g de muestra triturada en un vaso de precipitación
- Añadir 50 ml de agua destilada
- Mezclar con ayuda del agitador, dejar reposar por 30 minutos agitando de vez en cuando.
- Transferir a un balón aforado de 100 ml, corregir pH, aforar y filtrar con papel filtro

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- Tomar una alícuota de 10 ml del filtrado y llevar a un balón aforado de 50 ml y enrazar con agua destilada.
- Colocar una alícuota de 10 ml de la muestra adicionar el indicador y titular

### Resultados

Expresar en porcentaje de cloruros de sodio o cloruros según su muestra mediante el siguiente calculo:

$$\%A = \frac{(V_m - V_b) * N * EqA * 0,1}{M}$$

### Donde

%A porcentaje de cloruro de sodio en alimentos o cloruros en agua

V<sub>m</sub> = ml consumido del titulante en valoración de la muestra

V<sub>b</sub> = ml consumido del titulante en valoración del blanco



N = normalidad del titulante

Eq. = peso equivalente del analito

M= peso de la muestra que se titula

### Cuestionario

1. ¿Qué es el método de Mohr y en qué año fue desarrollado?
2. Explique brevemente el principio de funcionamiento del método de Mohr para determinar cloruros.
3. ¿Cuál es la diferencia entre una titulación ácido-base y una titulación de precipitación?
4. ¿Por qué el método de Mohr está clasificado como una volumetría de precipitación?
5. Defina qué es un "titulante" y qué es un "indicador" en el contexto de una valoración
6. ¿Por qué es necesario que el pH de la solución sea neutro o cercano a 8,3 durante la titulación por el método de Mohr y qué ocurre si el pH es muy ácido o básico?
7. ¿Qué función cumple el ensayo en blanco en el método de Mohr y cómo afecta su omisión a los resultados finales?
8. ¿Por qué es necesario estandarizar la solución de nitrato de plata con cloruro de sodio antes de realizar la titulación y cómo afecta una mala estandarización a los resultados?

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

9. ¿Cuáles son las principales limitaciones del método de Mohr y en qué tipos de muestras no sería aplicable directamente sin un tratamiento previo?
10. ¿Qué importancia tiene el control del contenido de cloruro de sodio en productos alimentarios desde el punto de vista nutricional, tecnológico y de inocuidad alimentaria?

**Bibliografía :**



ÁVILA-HERNÁNDEZ et al. (2018) Modificación de la técnica volumétrica de mohr para cuantificar sodio en queso fresco. Revista de Simulación y Laboratorio [https://www.ecorfan.org/bolivia/researchjournals/Simulacion\\_y\\_Laboratorio/vol5num16/Revista\\_de\\_Simulacion\\_y\\_Laboratorio\\_V5\\_N16\\_1.pdf](https://www.ecorfan.org/bolivia/researchjournals/Simulacion_y_Laboratorio/vol5num16/Revista_de_Simulacion_y_Laboratorio_V5_N16_1.pdf)

**Determinación de Cloruros en Agua Potable** <https://es.scribd.com/doc/271785457/976-Determinacion-de-Cloruros>

**Determinación de cloruros en sal común** <https://es.scribd.com/document/275168764/nten-51-pdf>

**Determinación de Cloruros en mantequillas Norma COGUANOR 34046** <https://cretec.org.gt/wp-content/uploads/2021/03/ngo34046h19determinaciondecloruros.pdf>

**Determinación de Cloruros queso fresco Artículo Revista de Simulación y Laboratorio**  
septiembre 2018 Vol.5 No.16 1-4  
[https://www.ecorfan.org/bolivia/researchjournals/Simulacion\\_y\\_Laboratorio/vol5num16/Revista\\_de\\_Simulacion\\_y\\_Laboratorio\\_V5\\_N16\\_1.pdf](https://www.ecorfan.org/bolivia/researchjournals/Simulacion_y_Laboratorio/vol5num16/Revista_de_Simulacion_y_Laboratorio_V5_N16_1.pdf)

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

## **PRACTICA 6: VOLUMETRIA DE PRECIPITACION- MÉTODO DE VOLHARD**

### **Principio del método**

Se basa en la determinar el contenido de cloruros ( $\text{Cl}^-$ ) mediante titulación indirecta por retroceso, en la que se añade un exceso de nitrato de plata con respecto a la cantidad de cloruros presentes y la valoración del exceso con tiocianato de potasio o amonio y sulfato férrico como indicador.

### **Objetivos**

Determinar cloruros en productos cárnicos, leche, conservas y otros alimentos sólidos por el método de Volhard

### **Reactivos**



- Solución 0,1 N de Nitrato de plata  $\text{AgNO}_3$
- Solución indicadora de sulfato férrico  $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$  al 8%
- Ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) densidad 1,40 g/ml - 4 M
- Tiocianato de potasio  $\text{KSCN}$  0,1 N
- Ácido nítrico 6 N
- Solución para precipitación de proteínas: Almacenando a  $4^\circ\text{C}$  (refrigerador) las soluciones se pueden utilizar como mínimo durante 1 año
  - Carrez I (Ferrocianuro de Potasio): se prepara disolviendo 10,6 g de hexacianoferrato de potasio trihidratado en agua y transvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 100 ml de agua destilada.
  - Carrez II se preparó disolviendo 30 g de sulfato de zinc ( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) en 100 ml de agua destilada.

**Muestras sugeridas:** Conservas vegetales, leche, productos cárnicos.

### **6.1 Determinación de cloruros en conservas**

#### **Productos líquidos.**

1. Mezclar perfectamente la muestra.
2. Pesar con aproximación al 0,01 g, aproximadamente 10 g de muestra en el vaso de precipitación de 150 ml
3. Añadir 40 ml de agua caliente y mezclar hasta obtener consistencia uniforme.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

4. Calentar el contenido del vaso y mantenerlo en ebullición durante 1 minuto.
5. Enfriar, transferir cuantitativamente el contenido del vaso a un matraz volumétrico de 100 ml y diluir a volumen con agua.
6. Mezclar bien y dejar en reposo durante 15 minutos.
7. Filtrar usando papel filtro y recoger el filtrado en un recipiente seco.

#### **Productos que tienen una fase sólida y una fase líquida.**

- Tomar una muestra representativa y proporcional de la fase líquida y sólida y realizar la determinación en la muestra homogenizada.
- Continuar la preparación de la muestra según se indica en los numerales 2 al 7 indicada en la muestra líquida.

#### **Productos espesos, pastosos o sólidos.**



1. Si es necesario, cortar la muestra en trozos pequeños. Ablandarla y homogeneizarla en el mortero, mezclando perfectamente.
2. Continuar la preparación de la muestra a partir del numeral 2 al 7 indicada en la muestra líquida.

#### **Titulación**

- Transferir mediante una pipeta, 10 cm<sup>3</sup> del filtrado al Erlenmeyer, añadir 2,5 ml de ácido nítrico y 2,5 ml de la solución acuosa saturada de sulfato doble de amonio y hierro.
- Añadir, usando una bureta, un volumen (V1) de solución de nitrato de plata suficiente para que después de la precipitación de los cloruros, exista un exceso de 2 a 3 ml de solución de nitrato de plata.
- Agregar 1,5 ml de nitrobenzoceno (tomar todas las precauciones necesarias, ya que el nitrobenzoceno es tóxico).
- Agitar el contenido del matraz para coagular el precipitado, fuertemente.
- Titular el exceso de nitrato de plata con la solución 0,1 N de sulfocianuro de amonio, hasta obtener un color café rosáceo que permanezca por cinco minutos.
- Registrar el volumen de solución de sulfocianuro de potasio usado en la titulación, como V2.

#### **6.2 Determinación de cloruro de sodio en leches fluidas**

##### **Preparación de la muestra**

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- Calentar la muestra en baño de agua a 20°C mezclar hasta que esté homogénea, vertiéndola repetidas veces de un recipiente a otro.
- Si forma grumos de crema y estos no se dispersan, calentar la muestra a 30°C y mezclar hasta que esté homogénea.
- Enfriar la muestra y dejar reposar 30 minutos a una temperatura de 20°C agitando suavemente para permitir el desprendimiento de burbujas y la estabilización de la temperatura



#### **Titulación**

- Tomar exactamente 5 ml de leche y verter en un matraz aforado de 100 ml.
- Adicionar 1 ml de HNO<sub>3</sub>
- Agregar 5 ml de solución de AgNO<sub>3</sub> 0,1N
- Enrasar con agua destilada, dejar sedimentar el precipitado y filtrar.
- Tomar una alícuota de 50 ml pasar a un erlenmeyer, colocar 2 ml de indicador de solución de alumbre férrico y titular con solución de NH<sub>4</sub>SCN 0,1N hasta un color rosado estable.

#### **6.3 Determinación de cloruro de sodio en carne y productos cárnicos**

- Pese 10 g de la muestra de ensayo con aproximación de 1 mg en un Erlenmeyer de 250 ml
- Se añaden 100 ml de agua caliente y se somete a calentamiento durante 15 minutos en baño de agua hirviendo, agitando el contenido repetidamente.
- Retirar el matraz del baño y dejar enfriar hasta temperatura ambiente
- Añadir sucesivamente 2 ml del carrez I y 2 ml del carrez II, mezclando cuidadosamente después de cada adición.
- Dejar reposar por 30 minutos a temperatura ambiente
- Transferir el contenido cuantitativamente a un matraz aforado de 200 ml. Enrase con agua destilada.
- Mezclar cuidadosamente el contenido y filtrar a través de un papel de filtro plegado.

#### **Titulación:**

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- Transfiera 4 ml del filtrado a un erlenmeyer
- Agregar 1 ml de la solución de ácido nítrico 4M y 3 gotas de solución indicadora.
- Transfiera 4 ml de solución de nitrato de plata 0,1N al erlenmeyer usando una pipeta y
- Añadir 0,5 ml de nitrobencono.
- Agitar vigorosamente para coagular el precipitado
- Titular el contenido del erlenmeyer con solución 0,1 N de tiocianato de potasio hasta la obtención de color pardo rojizo.
- Anotar el volumen consumido



#### 6.4 Determinación de cloruro de sodio en otros alimentos sólidos

##### Preparación de la muestra

- La muestra de granos enteros o de productos que vengan con partículas gruesas o grumos, se muele en el molinillo o micromolino previamente limpio. Se recoge el material molido, se mezcla bien y se procede de inmediato al ensayo.
- La muestra de harina que venga ya molida fina se pasa por el cedazo de 1 mm de diámetro de apertura y, si no tiene más de 10% de partículas mayores de 1mm no necesita molerse

##### Determinación

- Se pesan de 1 a 2 g de la muestra según su contenido de cloruros estimado, con precisión de 0,001 mg, se transfiere a un matraz de 100 ml y se disuelve con de agua destilada.
- Se vierte poco a poco en el matraz un volumen predeterminado y en exceso de solución de  $\text{AgNO}_3$  0,1 N agitándolo suavemente hasta que hayan precipitado los cloruros presentes en la muestra, en forma de cloruro de plata ( $\text{AgCl}$ )
- Se agregan aproximadamente 1 ml de ácido nítrico concentrado y se coloca en el baño de arena (*Hornillo eléctrico o de gas con equipos adaptados para baños de arena*) dejándolo hervir suavemente durante unos 15 min o hasta que todos los sólidos de la muestra excepto el cloruro de plata se haya desintegrado y disuelto.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- Se retira el matraz del baño de arena, se deja enfriar hasta temperatura ambiente, se filtra su contenido y al filtrado se agregan 1 ml de la solución de alumbre férrico como indicador colorimétrico.
- Se titula con solución de tiocianato de amonio 0,1 N hasta obtener un color castaño claro.
- Se toma nota del volumen consumido en la titulación.

### Resultados

$$\%NaCl = \frac{(V1 \times N1) - (V2 \times N2) \times 58.5 \times 0,1}{m}$$

Siendo:

**%NaCl** = contenido de Cloruro de Sodio, en porcentaje de masa.

**V1** = volumen de la solución 0,1 N de Nitrato De Plata

**N1** = normalidad de Nitrato De Plata

**V2** = volumen de la solución sulfocianuro de potasio utilizado en la titulación, en ml.



**N2** = normalidad de la solución de sulfocianuro de potasio.

**m** = masa de la muestra analizada, en gramos.

**58,5** = equivalente gramo del cloruro de sodio.

### Cuestionario

1. ¿Cuál es la razón de añadir un exceso conocido de  $AgNO_3$  a la muestra en el método de Volhard?
2. Justifica el uso de  $HNO_3$  en esta práctica
3. ¿Qué efecto tendría sobre el resultado final si no se agita vigorosamente el precipitado de  $AgCl$  antes de titular el exceso de  $Ag^+$  con  $KSCN$ ?
4. ¿Por qué en el método de Volhard se trabaja en medio fuertemente ácido? Explique al menos dos consecuencias de no acidificar con  $HNO_3$
5. ¿Cuál es la diferencia fundamental entre el método de Mohr y el método de Volhard para la determinación de cloruros, y en qué situaciones es preferible utilizar el método de Volhard?
6. ¿Cómo afecta la presencia de proteínas en muestras cárnicas o lácteas a la determinación de cloruros por el método de Volhard y por qué es necesario realizar una desproteinización previa?

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

7. ¿Qué importancia tiene el control del contenido de cloruros en productos cárnicos y conservas vegetales desde el punto de vista de la conservación, inocuidad y calidad alimentaria?

**Bibliografía:**

**Determinación de Cloruros en Conservas: norma Inen-383-1986:**

<https://es.scribd.com/document/228500837/Ec-nte-0383-1986-Cloruros>

**Leches fluidas:**

- Norma técnica ecuatoriana NTE INEN 809:2003  
<https://es.scribd.com/document/844662743/CLORUROS-EN-LECHE>
- Norma venezolana 369-82 <https://sigbs.sencamer.gob.ve/cgi-bin/koha/opac-retrieve-file.pl?id=ba415e11e3ac4ee75f5d006916053dae>

**Carne y productos cárnicos: Norma INEN 780**



- <https://es.scribd.com/document/345391316/Determinacion-de-Cloruros-Carnicos-Nte-780>
- <https://es.scribd.com/document/666707536/Determinacion-de-cloruros-en-embutidos-metodo-Vilhard-etc>

**Otros alimentos sólidos**

<https://sigbs.sencamer.gob.ve/cgi-bin/koha/opac-retrieve-file.pl?id=f4094c56877d6a23e9d491729527df3b>

<https://es.scribd.com/document/477097706/NOM-F-360-S-1981-Determinacion-de-Cloruros-en-alimentos-por-metodo-Volhard?v=0.128>

<https://es.scribd.com/document/617625146/NTE-INEN-383-CONSERVAS-VEGETALES-DETERMINACION-DE-CLORUROS>

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

### PRACTICA 7: VOLUMETRIA COMPLEXOMETRICA



Una de las determinaciones de los metales por complexometría es la formación de complejos estables entre iones metálicos (como  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{Mg}^{2+}$ ) y agentes quelantes, siendo el más usado el EDTA.2Na (ácido etilendiaminotetraacético de la sal disódica).

En este método:

- El EDTA se une 1:1 con los iones metálicos presentes en la muestra, formando un complejo soluble y estable.
- Los indicadores químicos, como el Negro de Eriocromo T o la murexida, permiten visualizar el punto final de la titulación mediante un cambio de color, indicando que todos los iones metálicos han reaccionado con el EDTA.
- El pH de la solución se ajusta mediante buffers o NaOH según la especie a determinar: pH 10 para ( $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ ) y pH 12–13 para calcio ( $\text{Ca}^{2+}$ ) en presencia de murexida.
- Hacer blanco reactivo (sin Ca) si la matriz aporta color o turbidez.
- Realizar por triplicado y reportar promedio con desviación estándar.

#### Reactivos

- Solución 0,02 N de EDTA. 2Na (Sal sódica de Acido Etilendiaminotetraacético PA ( $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8$ ), 2Na)
- Solución tampón o Buffer de pH 10. La solución amortiguadora de borato o buffer borato se prepara una solución de ácido bórico ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) al 0,1 mol/L y otra de hidróxido de potasio (KOH) al 0,1 mol/L, ambas con agua libre de  $\text{CO}_2$ . Luego se mezclan 16,0 ml de la solución de ácido bórico y 14,0 ml de la solución de hidróxido de potasio, para obtener una solución de buffer borato de pH 10,1
- Solución de Hidróxido sódico NaOH 4 M (ajuste de pH a 12–12,5).
- Solución indicadora negro de eriocromo para ( $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ )
- Solución indicadora murexida para  $\text{Ca}^{2+}$
- Solución patrón de Cloruro de Calcio 0.02 N para estandarización de EDTA o con con  $\text{CaCO}_3$  primario
- Agua desionizada o destilada (baja conductividad < 2  $\mu\text{S}/\text{cm}$ )

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

**Muestras sugeridas:** Agua tesalia, potable, Leche, cascara de huevo, vino y otros alimentos que se requiera determinar calcio

### 7.1 Determinación de dureza total, dureza de calcio y dureza de magnesio en aguas

**Fundamento.** La dureza del agua indica la cantidad total de iones alcalinotérreos (grupo 2) presentes en el agua y constituye un parámetro de calidad de las aguas de interés doméstico o industrial. En las aguas naturales, la concentración de calcio y magnesio es habitualmente muy superior a la del resto de alcalinotérreos, por lo que la dureza es prácticamente igual a  $[Ca^{2+}] + [Mg^{2+}]$ .

#### Procedimiento dureza Total



- Colocar 50 ml de muestra en un matraz Erlenmeyer
- Añadir 1 ml de disolución amortiguadora de pH 10,0
- Añadir una pizca (0,2 g) del indicador eriocromo negro T. La muestra debe tomar un color vino rojizo.
- Titular con la disolución de EDTA 0,02N agitando continuamente hasta que desaparezcan los últimos matices rojizos. Añadir las últimas gotas con intervalos de 3 s a 5 s. En el punto final la muestra cambia de color rojizo a azul
- Calcular la Dureza total expresada como  $CaCO_3$  en mg/L

#### Procedimiento dureza calcio

1. La determinación debe efectuarse por triplicado sobre la misma muestra.
2. Colocar 50 ml de la muestra en un erlenmeyer
3. Agregar 2 ml de la solución de NaOH 1 N para producir un pH de 12 a 13 agitar
4. Añadir una pizca de murexida (0,1 g a 0,2 g) Disolver por agitación (el color de la solución será rosado salmón).
5. Titular con la solución de EDTA hasta color púrpura pálido (lila).

**Cálculo:** reportar los resultados como Dureza debida al calcio expresado como carbonato de calcio en ppm

#### Determinación de dureza de Magnesio en aguas

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

Se realiza por calculo: La diferencia entre la dureza total y la dureza cálcica (expresada ambas como mg/L de CaCO<sub>3</sub>), da directamente la dureza magnésica.

### 7.2 Determinación de calcio en alimentos previa calcinación

Se realiza principalmente mediante valoración complexométrica con EDTA a pH 12-13, usando indicadores como murexida, donde el cambio de color rojo/rosa a violeta/azul indica el punto final. Generalmente las muestras se calcinan para eliminar materia orgánica y posteriormente las cenizas se disuelven en ácido antes de la titulación.

Este método es reproducible, sin interferencias proteicas, grasosas o fenólicas. Funciona muy bien en: Queso, Harinas. Suplementos, vinos, entre otras muestras con alto contenido de proteína y grasa también en funciona bien en leche si se quiere evitar desproteinización química.

#### Pasos generales



- Pesar entre 1 y 5 g de muestra en un crisol de porcelana previamente calcinado y tarado.
- Carbonizar en placa o mechero suavemente hasta que deje de humear.
- Llevar al horno mufla a 500–550 °C durante 4–6 horas. Hasta obtener cenizas blancas o gris muy claro. Si aún quedan carbonizados, Enfriar en un desecador, rehidratar con unas gotas de agua o HNO<sub>3</sub> diluido y volver a mufla 1–2h. Esto deja los minerales listos para disolver.

#### Disolución de cenizas

- Añadir 5–10 ml de HCl 1:1 a las cenizas. (Esto solubiliza Ca como CaCl<sub>2</sub> y elimina CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>).
- Calentar ligeramente para completar disolución.
- Transferir a un matraz aforado (100 o 250 ml).
- Enjuagar el crisol y completar aforo.

#### Titulación de Ca con EDTA

- Tomar una alícuota adecuada (5–25 ml).
- Agregar agua hasta 50–75 ml.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- Ajustar pH 12–12,5 con NaOH.
- Agregar murexida.
- Titular con EDTA 0,01 M hasta viraje rosa → púrpura.

#### 7.4 Determinación calcio en leches fresca o pasteurizadas

##### Principio

Liberar el  $\text{Ca}^{2+}$  asociado a proteínas (caseínas y suero) y clarificar la muestra sin introducir reactivos que interfieran con EDTA. Se recomienda un tratamiento térmico suave (40–50 °C) o, alternativamente tratamiento químico (si se requiere mayor clarificación), neutralizando posteriormente antes de ajustar a pH 12–12,5 para la titulación selectiva con murexida

##### Preparación de la muestra

###### *Opción A — Desproteínización Térmica suave*

- Homogeneizar la leche invirtiendo el frasco 10 -15 veces.
- Transfiera 25 - 50 ml a un vaso de 100 -250 ml.
- Caliente con agitación a 40 - 50 °C durante 5–10 min (baño maría o placa controlada). Evitar >60 °C para no coagular en exceso.
- Enfriar a temperatura ambiente.
- Filtrar con papel de 0,45  $\mu\text{m}$  para obtener un filtrado claro.
- Enjuagar el filtro con 5 - 10 ml de agua desionizada y combinar con el filtrado (minimiza pérdidas).
- Registrar volumen final del filtrado (para cálculos posteriores).

##### Desproteínización Química



Se debe realizar una desproteínización química cuando la desproteínización térmica deja un filtrado turbio.

La muestra es muy rica en proteína (leche en polvo reconstituida, fórmulas infantiles).

La leche tiene aditivos estabilizantes.

###### *Opción B — Química con ácido tricloroacético (TCA) 10 %*

- Homogeneizar la leche.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- En un vaso, mezclar volumen igual de leche y TCA 10 % (m/v) (p. ej., 25 ml + 25 ml).
- Agitar 5 -10 min; se forma un coágulo proteico compacto.
- Filtrar y recoger el filtrado claro.
- Neutralizar el filtrado ( $\text{pH} \approx 6,5-7,5$ ) con NaOH diluido antes de ir a pH 12 (esto evita precipitar fosfatos cálcicos de golpe).
- Registrar volúmenes para cálculo de diluciones.

#### *Opción C — Química - Método Acético-Cloruro*

El ácido acético baja el pH -4,6 → punto isoelectrico de caseína y el NaCl ayuda a compactar el coágulo.

- Llevar la leche a 40–50 °C.
- Agregar ácido acético glacial al 2 % en la muestra (pocas gotas).
- Añadir NaCl sólido o solución saturada (compacta el coágulo).
- Filtrar.
- Neutralizar el filtrado antes de ajustar a pH 12.

#### **Titulación**



- Pipetear 10 ml del filtrado desproteinizado a un erlenmeyer.
- Añadir 30 –50 ml de agua desionizada.
- Ajustar pH 12–12,5 con NaOH 4 M (control con pH-metro).
- Agregar murexida (punta de espátula). Debe verse rosado inicial.
- Titular con EDTA 0,02N hasta púrpura/violeta nítido y estable  $\geq 30$  s.
- Correr un blanco reactivo (agua + reactivos)

#### **Cálculo del contenido de calcio**

- Reportar en mg/100 ml (unidad típica en lácteos; ISO 12081)

#### **7.5 Determinación calcio en cáscara de huevo**

- Secar a 105 °C 2 h, enfriar en desecador. Moler fino.
- Pesar  $\approx 0,2000$  g en vaso, añadir 10–15 ml HCl 1+1 para disolver  $\text{CaCO}_3$  ( $\text{CO}_2$  burbujea).
- Calentar hasta disolver y no ver efervescencia. Dejar enfriar

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- Transferir a matraz aforado de 100 ml, enjuagar y aforar.
- Tomar alicuota 10 ml, diluir a 100 ml, ajustar a pH 12, colocar murexida y titular.
- Alta concentración → usar EDTA 0,05 M si se desea (estandarizar).
- Reporte: % Ca (m/m). (Teórico Ca en  $\text{CaCO}_3 \approx 40\%$ ).

### 7.6 Determinación calcio en vinos blanco

El calcio juega un rol importante en los vinos, pudiéndose producir una precipitación lenta de tartrato de calcio cuando éste está en exceso. Igualmente participa en la precipitación de los coloides, en especial del enturbiamiento férrico y del coloide formado por acción del tanino sobre la gelatina en la clarificación de los vinos.

El contenido de calcio en los vinos blancos oscila entre 80 y 140 mg/L; los vinos tintos contienen un poco menos. El límite de la concentración en los vinos está fijado por el producto de la solubilidad del tartrato neutro de calcio.

#### Procedimiento



- Desgasificar y filtrar si hay turbidez.
- Tomar 25,00 ml.
- Ajustar a pH 12–12,5 con NaOH
- Murexida y titular.
- Reporte: mg Ca/L.

#### Cuestionario

1. ¿Cuál es la función del buffer pH 10 en la determinación de la dureza total?
2. ¿Por qué se usa Negro Eriocromo T y qué indica el cambio de color?
3. Escriba la ecuación química básica de la quelación entre EDTA y  $\text{Ca}^{2+}$ .
4. Explique por qué se añade NaOH antes de determinar el calcio con murexida.
5. ¿Qué diferencias hay entre expresar dureza como mg  $\text{CaCO}_3/\text{L}$  y como ppm  $\text{Ca}^{2+}$ ?  
¿Cómo se convierte entre ambas?

#### Bibliografía:

**Análisis de agua - determinación de dureza total en aguas-NMX-AA-072-SCFI-2001**  
<https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/166788/NMX-AA-072-SCFI-2001.pdf>

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

**Agua potable. Determinación de la dureza total por titulación con EDTA - NTE INEN 974**  
<https://www.insistec.ec/images/insistec/02-cliente/07-descargas/NTE%20INEN%20974%20-%20AGUA%20POTABLE.%20DETERMINACI%C3%93N%20DE%20LA%20DUREZA%20TOTAL%20POR%20TITULACI%C3%93N%20CON%20EDTA.pdf>

**Determinación de la dureza total en agua con EDTA empleando una solución amortiguadora inodora de borato**  
[https://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0798-04772015000100003](https://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0798-04772015000100003)

**Agua. Determinación del calcio. Método EDTA NTE INEN 1107:2013**

<https://www.insistec.ec/images/insistec/02-cliente/07-descargas/NTE%20INEN%201107%20-%20AGUAS.%20DETERMINACI%C3%93N%20DEL%20CALCIO.%20M%C3%89TODO%20EDTA.pdf>

<https://es.scribd.com/document/435035700/Nte-Inen-1107-Aguas-Determinacion-Del-Calcio-Metodo-Edta>

**Determinación del contenido de calcio en la leche**

<https://jwsm.uowasit.edu.iq/index.php/jwsm/article/view/600/565>



<file:///C:/Users/Anita/Downloads/noor.pdf>

**.Determinación del contenido de calcio en la leche mediante titulación complexométrica por retroceso** <https://www.alfa-chemistry.com/resources/determining-calcium-content-in-milk-using-complexometric-titration.html>



Determinación de la cantidad de calcio en tres tipos de leche: Santa Clara, Alpura y Liconsa. Con EDTA <https://es.scribd.com/document/393381025/Determinacion-de-Calcio>

**Análisis de Calcio en Cáscara de Huevo**

[https://es.scribd.com/document/828256308/preinforme-4? gl=1\\*3oxrh5\\* up\\*MQ.\\* ga\\*MzYzMzAxMTA2LjE3NzNzNTU0Mjc.\\* ga Z4ZC50DED6\\*czE3NzNzNTU0MjYkbzEkZzEkdDE3NzNzNTU1NzMkajEyJGwwJGgw\\* ga 8kZ8BV0P5W\\*czE3NzNzNTU0MjYkbzEkZzEkdDE3NzNzNTU1NzOkajExJGwwJGgw](https://es.scribd.com/document/828256308/preinforme-4? gl=1*3oxrh5* up*MQ.* ga*MzYzMzAxMTA2LjE3NzNzNTU0Mjc.* ga Z4ZC50DED6*czE3NzNzNTU0MjYkbzEkZzEkdDE3NzNzNTU1NzMkajEyJGwwJGgw* ga 8kZ8BV0P5W*czE3NzNzNTU0MjYkbzEkZzEkdDE3NzNzNTU1NzOkajExJGwwJGgw)

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

**Determinación de calcio en salsa de tomate por el método de valoración complejométrica** <https://repositorio.ues.edu.sv/server/api/core/bitstreams/1a60859d-c040-4be6-b127-fc27c1e955d8/content>

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

### PRACTICA 8: VOLUMETRIA REDOX

Los métodos volumétricos de oxidación-reducción (redox) determinan la concentración de un analito midiendo el volumen de un valorante (oxidante o reductor) necesario para completar una transferencia electrónica.

Los principales métodos y agentes Oxidantes/Reductores:

- **Permanganometría:** Usa permanganato de potasio ( $\text{KMnO}_4$ ), un agente oxidante fuerte que actúa como su propio indicador (cambio de incoloro a violeta).
- **Dicromatometría:** Emplea dicromato de potasio ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ), un patrón primario estable utilizado para determinar agentes reductores como el hierro.
- **Yodometría/Yodimetría:** La yodometría es una titulación indirecta, mide el yodo liberado o consumido que se valora mediante tiosulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ). La yodimetría es una titulación directa, usa yodo ( $\text{I}_2$ ) directo para determinar la cantidad de una sustancia reductora
- **Cerimetría:** Utiliza sales de cerio (IV), un oxidante fuerte y estable en medio ácido.



#### 8.1 Determinación de yodometría /yodimetría

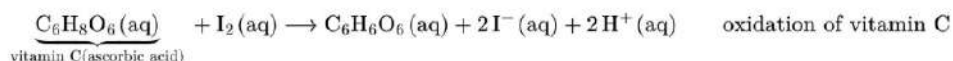
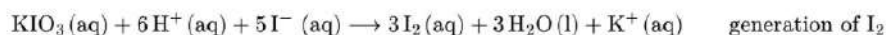
##### Objetivos

- Determinar la concentración de vitamina C en muestras de jugo de naranja mediante titulación directa con yodo (yodimetría).
- Determinar la concentración de vitamina C en la misma muestra mediante titulación indirecta (yodometría).
- Comparar los resultados obtenidos y discutir ventajas y limitaciones de cada método.

##### Fundamento

La yodometría es un método volumétrico indirecto, se basa en una reacción de oxidación-reducción en la que el ácido ascórbico reduce al yodo, siendo oxidado cuantitativamente, El punto final se detecta por la formación del complejo azul yodo-almidón, indicando el exceso de yodo en la titulación. Las reacciones que se utiliza son:

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>	
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>	
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1



### Muestras Sugeridas:

**Frutas** (melón, sandía, naranja, limón, piña y aguacate) y **Jugos** en caja que contengan vitamina C



Nota; cada grupo trabaja con un tipo de muestra

### Reactivos

- Solución estándar de yodato de potasio 0.0100 N: Preparar 25 ml
- Solución yoduro de potasio (KI) al 10%
- Ácido sulfúrico 4N
- Solución de tiosulfato de sodio ( $\approx 0,1$  N): Disolver aproximadamente 2,5 g de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  en 10 ml de Agua destilada hervida fría. Agregar 0,02 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , una vez disueltos los sólidos, traspasar a un matraz aforado de 100 ml y aforar con agua hervida fría. Conservar en oscuridad en una botella ámbar.
- Indicador de almidón: Preparar antes del análisis. Disolver 0,25 g de almidón soluble en 5 ml de agua fría para formar una pasta, añadir lentamente a 20 ml de agua hirviendo, dejar a ebullición agitando hasta obtener una solución transparente y homogénea. Se deja enfriar antes de usar.
- Solución titulante de yodo ( $\approx 0,1$ N). En vaso de precipitado de 150 ml pesar 1,8 g se KI puro (libre de yodato) y disolverlo con aproximadamente 5 ml de agua destilada. Pesar sobre un vidrio de reloj 1,269 g de yodo en una balanza analítica y agregar a la mezcla anterior agitando con una varilla de vidrio hasta que no queden restos sólidos apreciables de yodo. Trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 100ml, agitamos y llevamos a volumen con agua destilada, transvasamos a un frasco color caramelo, tapamos y reservamos en un lugar oscuro y fresco.

### Estandarización de solución de tiosulfato de sodio 0.100 N.

- Colocar 5 ml de solución de yodato de potasio ( $\text{KIO}_3$ ) 0,1 N + 5 ml de solución de yoduro de potasio (KI) al 10% + 2 ml de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 4 N en un erlenmeyer.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- Titular con solución de tiosulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) hasta obtener un color amarillo pálido.
- Agregar 5 gotas de solución de almidón al 1%, y continuar con la titulación hasta que el color azul- desapareció por completo. Anote el volumen gastado

#### **Estandarización de solución de yodo 0,1N:**



- Colocar en el erlenmeyer 5 ml de la solución de yodo preparada, 25 ml de agua destilada y 2 ml Ácido sulfúrico 2 M.
- Titular con el tiosulfato previamente estandarizado hasta que la solución pase de marrón a amarillo claro.
- Añadir 5 gotas de almidón → la mezcla se torna azul.
- Continuar titulando hasta desaparición del color azul.
- Calcular la normalidad exacta del yodo

#### **Procedimiento de Yodometría indirecta**

- Se transfiere 5 mL volumétricamente medidos de jugo hacia un erlenmeyer y se agrega 10 mL de agua desionizada.
- Rápidamente, añadir 5 mL de  $\text{KIO}_3$  0.0100 M exactamente medidos con una pipeta graduada
- Añadir 1.6 g de KI al matraz Erlenmeyer. Después, agregar 2 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  4 M al matraz. El color de las soluciones en el matraz tomará un color ámbar o café.
- Titular la muestra con la solución de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0.100 M, en agitación constante, hasta obtener un color amarillo pálido.
- Agregar 1 mL de solución indicadora de almidón al 1% en ese momento.
- Continuar la titulación hasta observar la desaparición del color azul del matraz.
- El punto final de la valoración no será incoloro, sino que tendrá un color similar al color del jugo antes de la titulación.
- Tomar la lectura de la bureta

#### **Procedimiento Yodimetria directa**

- Se transfiere 5 mL volumétricamente medidos de jugo hacia un erlenmeyer y se agrega 10 mL de agua desionizada.
- Se agrega 2 mL de ácido sulfúrico 4N, se agita

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- Se agrega 5 gotas de solución de Almidón y se agita.
- Se titula de inmediato con solución de yodo hasta aparición de color azul persistente
- Registrar volumen de yodo consumido.

### Resultados



Expresar en mg de ácido ascórbico/ml de pulpa.

### Cuestionario

1. Explique la importancia del consumo de la vitamina C
2. Por qué se adiciona KI para preparar la solución de yodo
3. ¿Cuál es la función del HCl 3M en la reacción?
4. ¿Por qué no se debe adicionar el indicador de almidón inmediatamente a la muestra como en otras volumetrías?
5. Escriba la semirreacción de oxidación del ácido ascórbico.
6. ¿La valoración utilizada en este experimento es una valoración por retroceso? Explicar.
7. ¿Cómo afectan el color de los jugos en la detección del punto final de la titulación?
8. Explique por qué el yodo debe guardarse en frascos ámbar y cómo afecta la luz a su concentración.

### Bibliografía

- Ek\_Maax. (s. f.). *Determinacion de La Vitamina c Por Yodometria*. Scribd. <https://es.scribd.com/doc/223592985/Determinacion-de-La-Vitamina-c-Por-Yodometria>
- Análisis cuantitativo de ácido ascórbico en jugo de naranja Jumex Único Fresco mediante método volumétrico de reducción-oxidación de yodometría. [file:///C:/Users/Anita/Downloads/Analisis\\_cuantitativo\\_de\\_acido\\_ascorbico.pdf](file:///C:/Users/Anita/Downloads/Analisis_cuantitativo_de_acido_ascorbico.pdf)
- **Determination of Vitamin C (Ascorbic Acid) Contents in Two Varieties of Melon Fruits (Cucumis meloL.) by Iodometric Titration**  
<https://indochembull.com/index.php/fullerene/article/view/342/130>
- Universidad Veracruzana Facultad de Ciencias Química-Práctica de yodometría <https://es.slideshare.net/slideshow/prctica-no-11-yodometria/55613038>

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

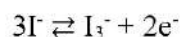
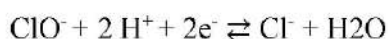
## 8.2 Determinación de hipoclorito de sodio en productos comerciales (clorox)

### Principio del método

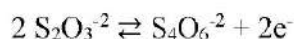
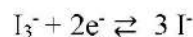
CLOROX o lejía es una disolución de hipoclorito de sodio, es un compuesto químico fuertemente oxidante cuya fórmula es NaClO y se usa como blanqueador y desinfectante. Para esta determinación se hace uso de la yodometría usando una solución de tiosulfato de sodio de concentración conocida.

La determinación consiste en añadir una disolución de KI en exceso a la disolución de lejía: el hipoclorito oxida al ion yoduro a yodo, que equivale al cloro activo que contiene la muestra. La disolución toma un color amarillo debido al yodo liberado.

En la reacción el hipoclorito se reduce a ion cloruro.



El yodo liberado se valora con solución de tiosulfato de sodio de concentración conocida. Se añade una pequeña cantidad de almidón como indicador. El almidón forma con el yodo un complejo azul que desaparece y pasa a incoloro cuando se alcanza el punto final.





### Objetivo

Determinar el contenido de Hipoclorito en productos comerciales por Yodometría

### Reactivos:

- Solución de tiosulfato de sodio (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 0,1000 N estandarizado
- Solución de yodato de potasio (KIO<sub>3</sub>) 0,1000N
- Solución de ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 4M
- Solución de yoduro de potasio (KI) al 10%-
- Indicador de Almidón

### Procedimiento

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

1. Lleve a un matraz volumétrico de 100 mL, 1 mL de muestra comercial de lejía y enrasar.
2. En un matraz de Erlenmeyer, adicione una alícuota de 10 mL de la disolución diluida y agregue 10 ml de agua destilada, 5 mL de KI 10%, 2 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 4M, agite
3. Titule con solución de tiosulfato de sodio, hasta que aparezca un color amarillo tenue.
4. Adicione 0,5 mL de solución de almidón al 1% como indicador hasta observar un color azul,
5. Siga titulando hasta desaparición de color.
6. Anote el volumen consumido

### Resultados

Expresar el porcentaje de azúcares reductores según su muestra.

### Cuestionario

1. Escriba la ecuación química, de la reacción que ocurre en el matraz de Erlenmeyer cuando se agrega yodato de potasio, yoduro de potasio y el ácido sulfúrico.
2. Escriba la ecuación química, de la reacción que ocurre entre el yodo liberado en el matraz de Erlenmeyer (paso anterior) con el tiosulfato de sodio que estaba contenido en la bureta agitando continuamente
3. Que usos se dan al cloro comercial en la agroindustria
4. Porque es importante la determinación del cloro activo de una solución



### Bibliografía:

Determinación del contenido de Hipoclorito en lejía por Yodometría  
<https://www.studocu.com/es-mx/document/universidad-politecnica-de-guanajuato/quimica-analitica/determinacion-de-hipocloritoreporte-de-practica-1/65355528>

Método de titulación para la determinación de cloro activo en soluciones de hipoclorito  
<https://www.fao.org/4/ab474s/AB474S13.htm>

### Medición de hipoclorito de sodio por titulación en productos de limpieza

<https://h.hannainst.com.mx/blog/medicion-de-hipoclorito-de-sodio-por-titulacion-en-productos-de-limpieza/>

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

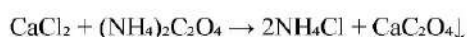
### 8.3 Determinación de calcio con permanganato de potasio

#### Principio del método

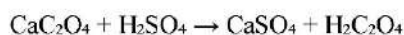
El método se fundamenta en una serie de reacciones secuenciales que permiten cuantificar indirectamente el calcio presente en una muestra. En primer lugar, el calcio es precipitado a pH 4 en forma de oxalato de calcio ( $\text{CaC}_2\text{O}_4$ ) mediante la adición de oxalato de amonio. Posteriormente, el precipitado se disuelve en ácido sulfúrico, liberando ácido oxálico libre ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ). Finalmente, el ácido oxálico liberado se titula con una solución valorada de permanganato de potasio ( $\text{KMnO}_4$  0,02 N), el cual actúa como agente oxidante y como su propio indicador, ya que la solución vira a color rosado persistente al alcanzar el punto final.

Las reacciones involucradas son:

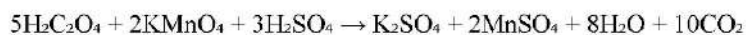
#### 1. Precipitación del calcio con oxalato de amonio:



#### 2. Liberación del ácido oxálico por acción del ácido sulfúrico:



#### 3. Titulación redox del ácido oxálico con permanganato de potasio:





En esta última reacción el manganeso se reduce de  $\text{Mn}^{7+}$  a  $\text{Mn}^{2+}$  ( $\text{KMnO}_4$  es el oxidante) y el oxalato se oxida a  $\text{CO}_2$  (es el reductor). La reacción debe realizarse a una temperatura superior a  $60^\circ\text{C}$  para que la velocidad de reacción sea adecuada.

#### Objetivos

Determinar el contenido de calcio en muestras de leche mediante volumetría de óxido-reducción, aplicando el método AOAC 944.03 basado en la precipitación del calcio como oxalato y su posterior titulación con permanganato de potasio.

#### Muestras Sugeridas

- Leche entera
- Leche semidescremada
- Leche descremada

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- Leche en polvo (reconstituida)
- Bebidas vegetales enriquecidas con calcio

#### Reactivos

- Solución de permanganato de potasio  $\text{KMnO}_4$  0,02 N, estandarizada
- Ácido tricloroacético (TCA) al 20% m/v
- Ácido tricloroacético (TCA) al 12% m/v
- Solución acuosa saturada de oxalato de amonio monohidratado
- Solución de hidróxido de amonio al 50% v/v
- Solución de hidróxido de amonio al 2% m/v
- Ácido acético al 20% m/v
- Ácido sulfúrico al 20% m/v
- Solución alcohólica de rojo de metilo
- Agua destilada

#### Preparación de la Muestra



1. Colocar la muestra a  $20\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$  y mezclarla cuidadosamente. Si no se obtiene una dispersión homogénea de la materia grasa, calentar a  $40\text{ }^\circ\text{C}$ , mezclar suavemente y enfriar nuevamente a  $20\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ .

#### Defecación de la muestra:

2. En un matraz aforado de 50 ml, pesar exactamente aproximadamente 20 g de leche con aproximación de 10 mg.
3. Añadir poco a poco, mientras se agita, solución de ácido tricloroacético al 20% m/v y completar hasta 50 ml con este reactivo.
4. Agitar fuertemente durante algunos segundos y dejar reposar 30 minutos.
5. Filtrar sobre papel de filtro sin cenizas. El filtrado obtenido debe ser limpio.

#### Precipitación del calcio en forma de oxalato:

6. En un tubo de centrifuga cilíndrico de fondo redondo, introducir 5 ml del filtrado limpio.
7. Añadir 5 ml de ácido tricloroacético al 12%, 2 ml de solución acuosa saturada de oxalato de amonio monohidratado, dos gotas de solución alcohólica de rojo de metilo y 2 ml de ácido acético al 20% m/v.
8. Mezclar mediante agitación circular y añadir poco a poco solución de hidróxido de amonio al 50% v/v hasta coloración amarillo pálido; después añadir algunas gotas de ácido acético al 20% m/v hasta coloración rosa.
9. Dejar reposar 4 horas a temperatura ambiente.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

#### Separación del oxalato de calcio:

10. Diluir hasta 20 ml con agua destilada y centrifugar 10 minutos a 1400 g.
11. Mediante un dispositivo de succión, decantar el líquido sobrenadante límpido.
12. Lavar las paredes del tubo de centrifugación sin mover el depósito de oxalato de calcio con 5 ml de solución de hidróxido de amonio al 2% m/v.
13. Centrifugar 5 minutos a 1400 g y decantar el sobrenadante.
14. Realizar tres lavados sucesivos repitiendo los pasos 7 y 8.

#### Valoración del oxalato de calcio:

15. Después del último lavado, añadir 2 ml de solución de ácido sulfúrico al 20% m/v y 5 ml de agua destilada sobre el precipitado de oxalato de calcio.
16. Colocar el tubo en baño de agua hirviendo hasta que el oxalato de calcio esté completamente disuelto.
17. Valorar con solución de permanganato de potasio 0,02 N hasta coloración rosa persistente, manteniendo la temperatura superior a 60 °C durante toda la valoración.
18. Realizar un ensayo en blanco con todos los reactivos, utilizando 20 ml de agua destilada en lugar de leche.
19. La determinación debe efectuarse por triplicado sobre la misma muestra.

#### Resultados

El contenido de calcio se expresa en porcentaje mediante la siguiente fórmula:

$$\%Ca = \frac{(V - v) \times N \times 0,4 \times K}{P}$$

#### Donde:

**V** = volumen en ml de  $KMnO_4$  0,02 N gastados en la valoración de la muestra



**v** = volumen en ml de  $KMnO_4$  0,02 N gastados en el ensayo en blanco

**f** = factor de corrección de la normalidad del permanganato de potasio

**P** = peso en gramos de la muestra inicial

**K** = coeficiente de corrección del volumen del precipitado:

- Leche entera (3,5 a 4,5% de materia grasa): K = 0,972
- Leche con 3% de materia grasa: K = 0,976
- Leche con 2% de materia grasa: K = 0,980
- Leche con 1% de materia grasa: K = 0,985



	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- o Leche desnatada:  $K = 0,976$

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente por el mismo analista no debe ser mayor de 0,002 g de calcio por 100 g de leche.

### Cuestionario

1. ¿Por qué el método AOAC 944?03 se clasifica como una volumetría de óxido-reducción si el calcio en sí mismo no participa directamente en la reacción redox con el permanganato de potasio?
2. ¿Cuál es la función del ácido tricloroacético en la preparación de la muestra de leche y qué ocurriría si no se realiza la defecación previa?
3. Explique por qué es necesario controlar el pH a un valor de 4 durante la precipitación del calcio como oxalato de calcio y qué consecuencias tendría trabajar a un pH muy ácido o muy básico.
4. ¿Por qué el permanganato de potasio actúa como su propio indicador en esta titulación y qué cambio químico origina la coloración rosada persistente al punto final?
5. ¿Cuál es la razón por la que la titulación con permanganato de potasio debe realizarse a una temperatura superior a 60 °C y qué efecto tendría sobre los resultados realizar la valoración a temperatura ambiente?
6. ¿Por qué es necesario realizar lavados sucesivos al precipitado de oxalato de calcio con hidróxido de amonio al 2% antes de proceder a la valoración y qué impurezas se eliminan en este proceso?
7. ¿Qué función cumple el ensayo en blanco en esta determinación y cómo afecta su omisión al cálculo del porcentaje de calcio?
8. ¿Por qué se utilizan diferentes valores del coeficiente de corrección K según el contenido graso de la leche y qué efecto tendría sobre el resultado usar un valor de K incorrecto?
9. ¿Qué otras técnicas analíticas existen para la determinación de calcio en alimentos y cuáles son las ventajas y desventajas del método de titulación con permanganato de potasio frente a métodos instrumentales como la espectrofotometría de absorción atómica?
10. ¿Qué importancia nutricional y tecnológica tiene la determinación de calcio en productos lácteos y cuáles son los valores de referencia establecidos por la normativa para el contenido de calcio en leche entera?

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

## GRAVIMETRÍA

### 1. Introducción



La gravimetría o análisis gravimétrico es un conjunto de métodos utilizados en química analítica para la determinación cuantitativa de un analito basándose en medidas de masa. A diferencia de la volumetría que se fundamentan en mediciones de volumen), los métodos gravimétricos pesan directamente analito o un compuesto relacionado en una balanza analítica de alta precisión (Hernández, 2024).

Existen varios métodos gravimétricos que se clasifican según la técnica utilizada para separar y aislar el componente de interés, los más utilizados son:

**Gravimetría de precipitación**, cuando el analito se hace reaccionar con un reactivo precipitante de manera tal que forma cuantitativamente un compuesto poco soluble (precipitado) que se filtra, se purifica, se seca y se pesa. (Goyeneche, 2023). **Gravimetría de volatilización** especialmente en alimentos se utiliza para la determinación del contenido de agua en este caso la gravimetría de volatilización es indirecta, pues se vaporiza el agua por lo tanto su cantidad es determinada mediante la pérdida de masa de la muestra. El método puede entregar errores cuando el agua no es la única sustancia volátil en la muestra (Skoog et al., 2015) y **gravimetría de calcinación**, que consiste en calcinar la muestra y por diferencia de masas antes y después del tratamiento se puede conocer el contenido de compuestos orgánicos destruidos durante la calcinación (Hernández, 2024).

### 2. Materiales

Material	Cantidad	Equipos	Cantidad
Crisol	1	Balanza analítica	1
Capsula	1	Mufla	1
Desecador	1	Estufa	1
Pinza para crisol	1	Equipo fibra.	1
Mechero o placa calefactora.	1	agitador	1
Soporte universal	1	Bomba de vacío	1
Papel filtro	1	Kitazato para filtración (matraz de succión)	1
Mortero			

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>	
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>	
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1

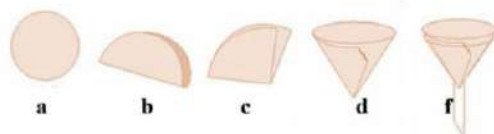
### 3. Técnica para tarar la capsula o el crisol de porcelana

- Lavar la cápsula o crisol con agua y, si es necesario, con una pequeña cantidad de detergente o solvente adecuado. Enjuagar varias veces con agua destilada para eliminar cualquier residuo.
- Secar la cápsula o crisol y colocarlo en una estufa a una temperatura entre 105 y 110 °C durante 30 a 60 minutos.
- Retirar la cápsula o crisol de la estufa utilizando pinzas y colocarlo inmediatamente en un desecador dejándolo enfriar durante 20 a 30 minutos.
- Una vez frío, pesar la cápsula o crisol en una balanza analítica y registrar la masa obtenida.
- Repetir el ciclo de secado en estufa hasta que la diferencia entre dos pesadas consecutivas no exceda 0,2–0,5 mg, considerándose entonces que se ha alcanzado el peso constante.
- Registrar la masa final como masa del crisol o cápsula a peso constante, la cual se utilizará en los cálculos gravimétricos posteriores.



#### Otra forma de tarar:

- Para tarar el crisol o capsula, se debe colocar en la mufla a 500–550 °C por 15 minutos y colocarlo en desecador unos 30 minutos.

### 4. Pasos para el plegado del papel filtro



- Cortar el papel filtro de tal forma que sobresalga aproximadamente 0,5 cm por encima de las paredes del embudo (**el filtro nunca debe ser más pequeño que el embudo**).
- Doblar por la mitad
- Doblar casi por la mitad
- Abrir el papel hasta formar un cono, con la parte más pequeña hacia afuera, cortar la punta del papel de manera de eliminar un triángulo del externo como se observa en la figura

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>	
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>	
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1

colocar el filtro en el embudo ajustando a las paredes y humedecer con agua levemente para favorecer la adherencia del papel al embudo. Filtre (primero el sobrenadante y después el sólido decantado).

### 5. Formulas empleadas para gravimetría de precipitación

$$f = \frac{M_{\text{masa molar del analito}}}{M_{\text{masa molar del precipitado pesado}}} \quad (\text{Ecuación 1})$$

Donde:

**f**: Factor gravimétrico

**M<sub>masa molar del analito</sub>**: Relación entre la masa molar del analito

**M<sub>masa molar del precipitado pesado</sub>**: la masa molar del precipitado pesado

$$g_{\text{analito}} = M_{\text{masa del precipitado}} \times f \quad (\text{Ecuación 2})$$

Donde:

**g<sub>Analito</sub>**: Gramos de la muestra

**M<sub>masa del precipitado</sub>**: la masa del precipitado

**f**: factor gravimétrico.



$$\% \text{Analito} = \frac{g_{\text{analito presente en la muestra}}}{g_{\text{muestra}}} \times 100 \quad (\text{Ecuación 3})$$

Donde:

**%Analito**: Porcentaje en masa del analito en la muestra

**g<sub>analito presente en la muestra</sub>**: Gramos de analito presentes en la muestra, calculados con la ecuación 2

**g<sub>muestra</sub>**: Masa de la muestra de alimento que se pesó al inicio del experimento

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

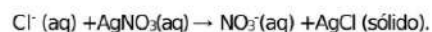
## PRACTICA 9: GRAVIMETRÍA DE PRECIPITACIÓN

### 9.1 Determinación de cloruros

#### Principio del método

El método se basa en la precipitación de los cloruros presentes en la muestra como cloruro de plata (AgCl) al reaccionar con nitrato de plata.

La reacción es:



La masa del precipitado formado, una vez filtrado y secado, permite cuantificar gravimétricamente el contenido de cloruros.

#### Objetivos



Determinación de cloruros en Alimentos por gravimetría de precipitación

#### Materiales

Varilla de vidrio  
Vasos de precipitación  
Embudo de vidrio  
Vidrio reloj  
Pipeta Pasteur de plástico  
Papel tornasol  
Kitasato  
Embudo Buchner  
Bomba de vacío

#### Reactivos

- Solución 0.1 N de nitrato de plata AgNO<sub>3</sub>
- Solución de ácido nítrico 2N
- Agua destilada
- Amoniaco 0,1M para lavado del material

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

**Muestras sugeridas:** Alimentos: cubitos de Caldo, sopas instantáneas (de diferentes marcas)



#### Preparación de la muestra

- Pese con exactitud y precisión aproximadamente 0,25 g de muestra (una pastilla de caldo instantáneo) y disuélvala en un vaso de precipitados utilizando aproximadamente 100 mL de agua destilada, calentando ligeramente si es preciso.
- Filtre la muestra utilizando el filtro cónico para eliminar cualquier sólido que pudiera interferir en la determinación gravimétrica posterior, recogiendo el filtrado en un vaso de precipitados.
- Lave el filtro con agua destilada recogiendo las aguas de lavado y descarte el filtro
- Lave el embudo con agua destilada recogiendo las aguas de lavado.
- Añada 5 mL de ácido nítrico 2 M al filtrado. Verifique el pH ácido en la solución filtrada usando papel indicador.

#### Precipitación y filtración

- Añada la solución de nitrato de plata a la muestra problema lentamente, mediante una pipeta Pasteur, observando la aparición del precipitado blanco de cloruro de plata. Cuando observe que ya no se forma precipitado al añadir nitrato de plata, añada 1 mL de  $\text{AgNO}_3$  en exceso. Caliente la disolución sin llegar a ebullición y deje enfriar durante 30 minutos.
- Prepare un papel filtro plano para filtración al vacío. Introdúzcalo en la estufa media hora para secarlo perfectamente, pese y anote el peso exacto.
- Coloque el filtro en el embudo Buchner de tal forma que no toque las paredes del embudo. Humedezca con el disolvente utilizado para preparar la disolución, antes de proceder a la filtración. Filtre el precipitado de cloruro de plata obtenido usando el filtro. Lave el precipitado varias veces con agua ligeramente acidulada (agua destilada a la que se añaden unos mL de ácido nítrico 2 M).
- Pese exactamente un vidrio de reloj totalmente limpio y anote ese peso. Deposite el filtro con el precipitado sobre el vidrio de reloj y colóquelo en la estufa durante una hora a 130 °C. Pase el vidrio de reloj con el filtro y el precipitado ya secos a un desecador hasta que se enfríe. Pese y anote el peso exacto.

#### Resultados

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- Haga una tabla en la que anote todos los pesos que ha determinado en el transcurso de la practica
- Calcule el peso del precipitado de AgCl
- A partir de los datos y de los pesos atómicos del Cl y Ag determine la cantifaf de cloruro en la muestra inicial u expreselo en % en peso y en ppm.



**Procedimiento adaptado de:** <https://es.scribd.com/document/866946378/lab-de-gravimetria-precipitacion>

<https://es.scribd.com/document/850495668/Practica-05-Determinacion-de-cloruros-por-gravimetria>

<https://www.youtube.com/watch?v=7ABNIa4LXaQ>

#### **Cuestionario:**

- 1. Resolver el siguiente caso:** *Se estudia la concentración de cloruro presente en una muestra de sal de cocina. Para 1,000 g de muestra seca se disuelve en agua destilada y se agregan gotas de HNO<sub>3</sub> diluido para acidificar. A continuación, se agrega solución de AgNO<sub>3</sub> 0,01 M hasta completar la reacción de precipitación, obteniéndose un precipitado coloidal blanco (AgCl) que se deja madurar -compactar- el tiempo suficiente. Se filtra en un embudo con papel de filtro sin ceniza. Se realizan lavados con HNO<sub>3</sub> 0,01 M. Por último, se coloca el papel con el precipitado dentro de un crisol previamente tarado, en mufla a 550 °C durante 2 hs para su calcinación. Cuál es la concentración de cloruro en la muestra, expresada en % en masa para los siguientes datos experimentales registrados. Datos experimentales: Masa (vidrio de reloj): 17,5608 g, Masa (vidrio de reloj + muestra): 18,5811 g, Masa (Crisol vacío): 19,0733, Masa (Crisol+ precipitado): 19,5233 g*
2. ¿En qué tipos de análisis de alimentos se puede emplear el método gravimétrico?
3. ¿Qué tipo de precipitado se obtuvo y explique?
4. ¿Cuál es la forma de precipitado ideal para separación?
5. ¿En qué consiste la precipitación y la cristalización y en qué se diferencia?
6. ¿Cuál es el nivel apropiado de cloruros en cada muestra y en que afecta el contenido?

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

## 9.2 Determinación de calcio en cascara de huevo

### Principio del método

La determinación de calcio en cáscara de huevo por gravimetría se basa en la disolución de la muestra (rica en carbonato de calcio) con ácido, seguida de la precipitación del calcio como oxalato de calcio y su posterior calcinación para obtener óxido de calcio o precipitación directa como carbonato para pesada. La cáscara contiene aproximadamente 94-95% de carbonato de calcio.

### Objetivo



Determinar el contenido de calcio en muestras cascara de huevo mediante el método gravimétrico de precipitación

### Reactivos

- Ácido clorídico 1:3
- Oxalato de amonio  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  al 5%
- Amoniaco
- Rojo de metilo

### Procedimiento

- Lavar, secar (100-110°C) y triturar la cáscara de huevo para eliminar la membrana interna.
- Pesar la 0,1 g de muestra triturada en un caso de 50 ml y disolverla en 5 ml ácido clorhídrico 1:3. y calentar
- Adicionar 2 gotas de rojo de metilo, observando un color rojo que indica que la solución esta en medio ácido- Adicionar amoniaco hasta que se vuelva amatillo
- Añadir oxalato de amonio al 5% (agente precipitante) en medio básico para precipitar el calcio como oxalato de calcio monohidratado agitar hasta obtener una mezcla lechosa.
- Precipitar la muestra el tiempo que sea necesario
- Filtrar el precipitado utilizando papel de filtro cuantitativo libre de cenizas y lavar para eliminar iones interferentes.
- Lavar y preparar los crisoles para colocar el papel filtro con el precipitado. Hacer un blanco si el papel no es libre de cenizas.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- Secar y calcinar el precipitado en una mufla a 550 para convertirlo en carbonato de calcio estable o a temperatura de 650 para convertirlo en óxido de calcio
- Pesar el residuo estable en una balanza analítica para determinar la masa de calcio.

### Cálculos

El porcentaje de calcio se calcula mediante la relación estequiométrica entre el peso del precipitado final pesado y la muestra inicial:

### 9.3 Determinación de calcio en queso

#### Principio del método

Este método gravimétrico determina la concentración de calcio en muestras de lácteos. El método implica separar el calcio de la muestra mediante precipitación con ácido tricloroacético o ácido acético, luego hacer precipitar el calcio como oxalato de calcio agregando oxalato de amonio en medio alcalino, y pesar el precipitado para calcular el porcentaje de calcio. El calcio es un nutriente esencial encontrado comúnmente en lácteos.

#### Objetivo



Determinar el contenido de calcio en muestras de productos lácteos mediante el método gravimétrico, basado en la precipitación selectiva del calcio como oxalato de calcio ( $\text{CaC}_2\text{O}_4$ ), seguida de filtración, secado y pesada del precipitado para calcular el porcentaje de calcio presente en la muestra.

#### Reactivos

- Ácido acético 0,1 M
- Acido tricloroacético al 24 %
- Oxalato de amonio ( $\text{NH}_4_2\text{C}_2\text{O}_4$ )
- Amoniaco
- Rojo de metilo

#### Separación del calcio presente en la muestra.

1. Colocar 5 ml de muestra problema en un balón aforado de 100 ml y determinar la masa de la muestra problema. Adicionar 50 ml de ácido clorhídrico 24 % p-v, y terminar de

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- aforar con agua destilada. Agitar fuertemente cada 5 minutos durante media hora. Dejar sedimentar y filtrar en embudo de vidrio sobre papel de filtro plegado. Lavar con agua destilada el precipitado obtenido, recogiendo las aguas de lavado junto con el filtrado.
- Medir 30 ml de agua destilada en un vaso de precipitados y calentar en baño María hasta 40 °C aproximadamente. Agregar 10 ml de muestra problema y determinar la masa de la muestra problema. Añadir gota a gota con agitación constante, ácido acético 1,0 M, hasta que se obtenga un precipitado. Dejar sedimentar y filtrar en embudo de vidrio sobre papel de filtro plegado (ver figura 2.1). Lavar con agua destilada el precipitado obtenido, recogiendo las aguas de lavado junto con el filtrado.

#### **Formación del precipitado.**



- Colocar una alícuota de 5 ml de la muestra (o filtrado obtenido en la separación del calcio) en un vaso de precipitados, diluir con agua destilada e introducir en baño María (70–80 °C) hasta que la temperatura se equilibre.
- Con agitación constante, adicionar una disolución reciente de oxalato de amonio al 6 % p-v, y 2 gotas de rojo de metilo (observar y anotar color).
- Agregar gota a gota amoníaco diluido (1:3) hasta la aparición de un precipitado de color blanco y observar que el indicador cambie de color, reportar color y medir pH. (En algunas ocasiones se adiciona algo de  $\text{NH}_3$  concentrado, dependiendo del pH inicial).
- Mantener en baño María durante 30 minutos con agitación, para permitir la digestión del precipitado.
- Retirar y dejar enfriar a temperatura ambiente.

#### **Filtración, lavado y secado del precipitado.**

- Cuando esté frío, filtrar por gravedad utilizando papel filtro sin cenizas.
- Lavar con pequeñas cantidades (20–30 ml) de oxalato de amonio al 0,25 % p-v, el precipitado y los restos de este que puedan quedar en el vaso.
- Retirar el papel de filtro con el precipitado, cuidando que el precipitado quede protegido y no se pierda nada de su contenido.
- Colocarlo en el crisol de porcelana previamente pesado, y colocarlo en la estufa de secado a 130 °C durante una hora.
- Transcurrido el tiempo de secado, dejarlo enfriar en el desecador y repetir hasta peso constante.

#### **Resultados**

Calcular el % de calcio en la muestra



	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

**Cuestionario:**

1. ¿En qué se basa el principio del método gravimétrico utilizado para la determinación de calcio?
2. ¿Por qué es necesario realizar una separación previa del calcio presente en la muestra antes de la precipitación como oxalato de calcio?
3. Explique la función del ácido tricloroacético o ácido acético en la separación del calcio de la muestra.
4. ¿Por qué el calcio se precipita específicamente en forma de oxalato de calcio ( $\text{CaC}_2\text{O}_4$ ) y no como otro compuesto?
5. Escriba la reacción química que ocurre durante la formación del oxalato de calcio.
6. ¿Cuál es la función del oxalato de amonio en esta práctica?
7. ¿Por qué es necesario ajustar el medio a condiciones alcalinas mediante la adición de amoníaco?
8. ¿Qué función cumple el rojo de metilo durante la formación del precipitado?
9. ¿Por qué se agrega el amoníaco gota a gota y no de una sola vez?
10. Explique la importancia de la digestión del precipitado en baño María durante 30 minutos.
11. ¿Por qué el precipitado debe dejarse enfriar antes de la filtración?

**Bibliografía:**

<https://es.scribd.com/document/537310483/Practica-2-Gravimetria-Determinacion-de-Ca-en-la-leche>

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

### **PRACTICA 10: GRAVIMETRÍA DE VOLATILIZACIÓN INDIRECTA: DETERMINACIÓN DE HUMEDAD**

#### **Principio del método**

La determinación de humedad por análisis gravimétrico se fundamenta en la eliminación del agua contenida en la muestra mediante secado en estufa, a temperatura constante, y en la medición de la pérdida de masa resultante, la cual es proporcional al contenido de humedad presente.



Los alimentos con alto contenido de grasa (mantequilla, chocolate) o azúcar (miel, mermelada, caramelo) presentan un problema particular durante el secado en estufa: la grasa forma una película impermeable que atrapa el agua interior impidiendo su evaporación, mientras que los azúcares forman una costra caramelizada que sella la superficie de la muestra. El método de Berliner-Mohr consiste en mezclar la muestra íntimamente con arena de mar lavada y calcinada, material inerte que actúa como soporte y disgregante: aumenta dramáticamente la superficie de contacto muestra-aire, impide la formación de costra y permite una evaporación homogénea y completa de la humedad.

#### **Objetivo**

Determinar el contenido de humedad en muestras de alimentos sólidos mediante el método gravimétrico por secado en estufa a 105 °C, cuantificando la pérdida de masa producida por la evaporación del agua contenida en la muestra, para expresar los resultados en porcentaje de humedad y materia seca (sólidos totales).

#### **Materiales y equipos**

- 3 crisoles de porcelana
- 1 pinza para crisol
- 1 espátula
- g de muestra
- Balanza analítica
- Estufa de secado
- Desecador
- **Arena:** Lavar la arena de mar o de río con HCl diluido (10%), enjuagar con agua destilada hasta pH neutro, secar a 500 °C por 2 horas para calcinación y eliminar materia orgánica. Guardar en desecador.



	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

**Muestras sugeridas, preparación y tiempos aproximado de secado:**

Tipo de alimento- Ejemplos	Preparación	Tiempo aproximado de secado	Observaciones / riesgos
<b>Frutas frescas</b> <b>Manzana.</b>	Cortar primeramente en rodajas de 3mm de alto para luego cortar en cubitos de 3 mm	4-6 h	✓ Alto contenido de agua libre, ✓ riesgo de oscurecimiento si se caramelizan azúcares.
<b>Vegetales</b> brócoli, Espinaca Zanahoria Remolacha	Picar e tamaño de 3 a 5 mm	3-7 h	Mucha agua en tejidos, riesgo de pérdida de compuestos volátiles.
<b>Granos secos</b>	Moler para obtener partícula pequeña	1-3 h	Agua ligada en almidón
<b>Productos elaborados</b>			
Productos líquidos como Leche, Vino, Jugos	Debe pre-evaporar en baño maría.	4-6 h	Riesgo de pérdida de muestra por salpicaduras.
Queso fresco	Rallar la muestra y mezclar con arena	4-6 h	Agua ligada en proteínas, riesgo de formación de costra superficial.
Embutidos	Triturar la muestra y mezclar con arena	6-8 h	Alto contenido de grasa
Productos con alto contenido de azúcares. Mermeladas	Mezclar la muestra con arena		Caramelizarían de los azúcares

- Secar la cápsula a 105 °C por 1 hora; enfriar en desecador; pesar (P0).
- Agregar 15-20 g de arena preparada a la cápsula; pesar cápsula + arena (P\_arena).
- 

**Procedimiento General**

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- Se pesa el crisol o la capsula previamente tarados (*en caso de usar arena pesar con varilla de vidrio*)  $P_0$
- Colocar una cantidad representativa de muestra (hasta ocupar aproximadamente  $\frac{1}{4}$  parte del crisol o capsula). *En caso de usar arena pesar ésta y mezclar hasta obtener una muestra disgregada* Registrar peso ( $P_1$ ).
- Introducir la cápsula (*con varilla en caso de usarlo*) en la estufa a 105 °C.
- Para verificar el peso, sacar los crisoles con las pinzas y colocarlas en el desecador hasta que se enfríen. Pesar y anotar.
- Introducir los crisoles a la estufa a 105 °C por 1 h. Posteriormente sacarlo con las pinzas y colocar en el desecador hasta que se enfríen. Pesar y anotar.
- Repetir el paso anterior hasta obtener masa constante (variación de la última cifra de la balanza analítica)  $P_2$

#### Resultados

$$\%Humedad = \frac{(P_1 - P_2)}{(P_1 - P_0)} \times 100$$

$$\% \text{ sólidos totales} = 100 - \% \text{ humedad}$$

Donde:



$P_1$ : Peso en g del crisol + muestra húmeda (*o* *Peso en g del crisol + varilla + arena + muestra húmeda*)

$P_2$ : Peso en g del crisol + muestra seca (*o* *Peso en g del crisol + varilla + arena + muestra seca*)

$P_0$ : Peso en g del crisol tarado (*o* *Peso en g del crisol + varilla + arena*)

#### Cuestionario



1. ¿Cuál es la importancia de poner a peso constante el material utilizado en la determinación de humedad?
2. ¿Cuál es el papel del agua en los alimentos?
3. ¿Por qué se utiliza una temperatura de 105 °C en la determinación de humedad por secado en estufa y qué podría presentar el uso de temperaturas más altas o más bajas?
4. ¿Qué función cumple el desecador en esta práctica y qué material absorbente contiene?

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

5. ¿Por qué es necesario triturar o moler la muestra antes de colocarla en el crisol para el análisis de humedad y cómo influye el tamaño de partícula en la exactitud del resultado?
6. ¿Qué diferencia existe entre humedad libre, humedad ligada y agua de cristalización en los alimentos, y cuál de estas formas es eliminada durante el secado a 105°C?
7. ¿Qué errores experimentales pueden presentarse durante la determinación de humedad por secado en estufa y cómo pueden minimizarse para obtener resultados más exactos y reproducibles?
8. ¿Qué importancia tiene la determinación de humedad en el control de calidad de cereales, harinas y productos deshidratados, y cuáles son los límites máximos de humedad establecidos por la normativa para estos tipos de alimentos?

Bibliografía:

**[http://intranet.ver.ucc.mx/reglamentos/2025 Manual de Practicas de Analisis de Alimentos.pdf](http://intranet.ver.ucc.mx/reglamentos/2025%20Manual%20de%20Practicas%20de%20Analisis%20de%20Alimentos.pdf)**

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

## ANÁLISIS PROXIMAL

### Introducción

El análisis proximal o sistema Weende (Henneberg y Stohmann, 1864) consiste en la determinación de seis fracciones que sumadas representan el 100% de la composición del alimento, los métodos utilizados son por gravimetría excepto proteína que es una volumetría de neutralización y Extracto libre de nitrógeno que es por calculo. Los parámetros para cuantificar son:



- **Humedad (H):** agua total eliminada por calor a 105 °C.
- **Cenizas (Cen):** materia mineral total tras incineración a 550 °C.
- **Proteína cruda (PC):** nitrógeno total × factor, determinado por el método Kjeldahl.
- **Grasa cruda o extracto etéreo (EE):** lípidos totales extraídos con éter de petróleo en equipo Soxhlet.
- **Fibra cruda (FC):** residuo orgánico insoluble tras hidrólisis ácida y alcalina consecutivas, determinado sobre el residuo desengrasado del Soxhlet.
- **Extracto libre de nitrógeno (ELN):** fracción de carbohidratos solubles calculada por diferencia ( $ELN = 100 - H - Cez - PC - EE - FC$ ).

La continuidad analítica es el principio rector de esta práctica: el cartucho desengrasado recuperado del Soxhlet se transfiere directamente para la determinación de fibra cruda, eliminando la necesidad de pesar una alícuota nueva y reduciendo los errores acumulados.

### PRACTICA 11. DETERMINAR LA COMPOSICIÓN QUÍMICA PROXIMAL DE UN ALIMENTO

#### Objetivo de la practica

Determinar la composición química proximal completa de un alimento mediante la aplicación secuencial e integrada del sistema Weende (AOAC 2019), en tres sesiones de laboratorio que mantienen la continuidad física de la muestra entre determinaciones.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

### Muestras sugeridas

Seleccionar uno de los siguientes alimentos como muestra de trabajo para toda la práctica:

- Frijol
- Alimento balanceado para animales (pellet)
- Avena en hojuelas
- Galleta de cereales
- Leche con avena

### Distribución de parámetros por sesión

Sesión	Determinaciones activas	Residuo/resultado que pasa a la siguiente sesión
1 (3–4 h)	Humedad · Cenizas · Inicio digestión Kjeldahl	Balones Kjeldahl (muestra digerida fría, tapados)
2 (3–4 h)	Destilación/titulación Kjeldahl · Extracción Soxhlet	Cartucho desengrasado seco (→ Fibra cruda)
3 (3–4 h)	Fibra cruda Weende · Cálculo ELN · Informe final	— (análisis completo)



### Nota importante:

- Moler la muestra hasta partícula uniforme (malla 40 = 425 µm) y homogenizar la muestra líquida
- el cartucho de fibra NO requiere nueva alícuota. Se usa directamente el cartucho desengrasado recuperado al finalizar el Soxhlet en la Sesión 2.
- La proteína se determina en la sesión 1 en muestra fresca (húmeda) (En este manual se explica el procedimiento, pero por motivos de no contar por el momento de los equipos no se podrá realizar )

### Materiales y reactivos

#### Equipos:

- Estufa - humedad
- Mufla de incineración (550 °C) - cenizas
- Equipo digestor Kjeldahl (bloque de digestión) - proteína

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- Equipo destilador Kjeldahl - proteína.
- Equipo Soxhlet con condensadores y mantas calefactoras - grasa
- Equipo de fibra y Sistema de filtración al vacío (crisol de Gooch o Buchner) - fibra
- Balanza analítica ( $\pm 0.0001$  g)
- Desecador con sílica gel activa



#### **Materiales de laboratorio**

- Cápsulas con tapa (humedad)
- Crisoles de porcelana con tapa (cenizas)
- Erlenmeyers de 250 mL y 500 mL
- Bureta de 50 mL con soporte y pinza
- Cartuchos de celulosa 33×100 mm (Soxhlet)
- Vasos de precipitados de 600 mL y 1000 mL
- Crisoles filtrantes de Gooch
- Papel filtro sin cenizas (Whatman 541)
- Pinzas metálicas, espátulas, vidrio de reloj
- Pipetas volumétricas de 5, 10, 25 mL

#### **Reactivos**

- Éter de petróleo PA (p.e. 40–60 °C) — Soxhlet
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado PA (98%) — digestión Kjeldahl
- NaOH al 40% (p/v) — destilación Kjeldahl
- H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> al 4% (p/v) con indicador mixto — destilación Kjeldahl
- HCl 0.1 N valorado — titulación Kjeldahl
- Catalizador Kjeldahl (tabletas K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/CuSO<sub>4</sub> o mezcla equivalente)
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.255 N — hidrólisis ácida Weende
- NaOH 0.313 N — hidrólisis alcalina Weende
- Acetona PA — lavado en Weende
- Agua destilada

#### **Procedimiento**

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

## SESIÓN 1 (Humedad; Cenizas; Inicio Kjeldahl)

### Determinación de humedad (AOAC 925.10)

- Tarar las cápsulas a 105 °C por 1 hora; enfriar en desecador 30 min; REGISTRAR P0
- Colocar la muestra en cápsula (muestras sólidas moler hasta partícula pequeña (malla 40 = 425 µm) y muestras líquidas homogenizar. REGISTRAR P1.
- Muestra líquida evaporar previamente en plancha hasta eliminar mayor cantidad de agua Colocar en estufa a 105 °C. Tiempo de secado aproximado ~4–5 h.
- Retirar con pinzas, enfriar en desecador 30 min; t pesar. Repetir ciclos de 30 minutos hasta peso constante ( $\Delta \leq 0.0005$  g).
- REGISTRAR P2 definitivo y calcular:

$$\%Humedad = \frac{(P_1 - P_2)}{(P_1 - P_0)} \times 100$$



### Determinación de cenizas (AOAC 942.05)

1. Tarar los crisoles de porcelana con tapa: calentar a 550 °C durante 30 min en mufla, enfriar en desecador hasta temperatura ambiente; registrar P0.
2. Colocar la muestra molida u homogenizada (líquida) en cada crisol; registrar P1.
3. Pre-carbonizar plancha caliente hasta eliminar humos.
4. Transferir a mufla a 550 °C durante 4–6 horas (o hasta ceniza blanca o gris uniforme sin partículas negras).
5. Apagar mufla, esperar a ~200 °C; trasladar a desecador pesar P2.
6. Si persisten partículas negras: humedecer con 2–3 gotas de agua destilada, secar en estufa y volver a incinerar 1 h adicional.
7. Calcular:

$$\%Cenizas = \frac{(P_2 - P_0)}{(P_1 - P_0)} \times 100$$

### Inicio digestión Kjeldahl (AOAC 954.01- Parte A)

- Pesar 0.5–1.0 g de muestra (duplicado) directamente en los tubos Kjeldahl; registrar masa.
- Añadir 1 tableta de catalizador Kjeldahl y 15 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado (PA) con cuidado en campana extractora.
- Colocar los tubos en el bloque digestor. Iniciar a 200 °C por 30 min hasta cesar el espumado.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- Elevar a 360–380 °C y digerir hasta que la solución sea azul-verde transparente (sin partículas marrones). Tiempo aproximado: 2–3 horas.
- Apagar el digestor; dejar enfriar con los balones en el bloque. NO mover hasta enfriamiento.

**Fin sesión 1.** Los balones enfriados se guardan tapados hasta la Sesión 2. Los crisoles de cenizas permanecen en el desecador.

### **SESIÓN 2 (Extracción Soxhlet y Kjeldahl: Destilación y titulación )**

Esta determinación puede correr en paralelo con la destilación Kjeldahl.

#### **Extracción de grasa cruda — Soxhlet (AOAC 920.39)**



- Secar los balones receptores del Soxhlet a 105 °C por 1 h; enfriar en desecador; pesar (P0\_balón).
- Colocar en el cartucho la muestra seca (trasferir cuantitativamente la muestra seca de la determinación de la humedad y pesar cartucho + muestra (P1).
- Colocar el cartucho en el cuerpo del Soxhlet
- Colocar éter de petróleo en el balón receptor la cantidad necesaria para realizar un ciclo y medio de recirculación (sifonaciones)
- Iniciar la extracción a reflujo constante: 4–6 ciclos por hora. Extraer durante 6–8 horas (≥ 24 sifonaciones).
- Al finalizar: retirar el cartucho con pinzas; recuperar el solvente en el rotaevaporador o por destilación directa (NO evaporar a llama abierta).
- Secar el balón con grasa a 105 °C por 30 min para eliminar restos de solvente; enfriar en desecador; pesar (P2\_balón).
- Calcular:

$$\% \text{ EE (Grasa)} = \left[ \frac{(P_2 - P_0)}{(Masa_{muestra \text{ en cartucho}})} \right] \times 100$$

NOTA: Secar el cartucho recuperado a 105 °C por 1 hora; enfriar en desecador. Este cartucho desengrasado es la muestra de entrada para la Sesión 3.

**Fin sesión 2.** Conservar: cartucho desengrasado seco en desecador

#### **Destilación y titulación Kjeldahl (AOAC 954.01- Partes B y C)**

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- Añadir cuidadosamente 10 mL de agua destilada a cada tubo de digestión (reacción exotérmica; agregar gota a gota al inicio).
- Transferir al destilador Kjeldahl.
- Colocar en el matraz receptor 25 mL de solución de ácido bórico (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 4%) con indicador mixto
- Programar el destilador para adicione 50 mL de NaOH al 40%, iniciar destilación de inmediato.
- Destilar hasta recoger ~150 mL en el receptor (viraje del indicador: verde → morado/rojo).
- Titular el destilado con HCl 0.1 N valorado hasta viraje verde-gris persistente; registrar volumen gastado (V mL).
- Realizar un blanco de reactivos (sin muestra). Calcular:

$$\%N = \frac{[(V_{muestra} - V_{blanco}) \times N_{HCl} \times 14.007]}{(Masa_{Muestra} \times 10)}$$



$$\% \text{ Proteína cruda} = \% N \times 6.25 \quad (\text{factor general; usar 5.70 para trigo})$$

### SESIÓN 3 (Fibra cruda; Cálculo ELN)

#### Determinación de fibra cruda — Weende (AOAC 962.09)

Se utiliza directamente el cartucho desengrasado de la Sesión 2. No se requiere nueva pesada de muestra.

- Transferir cuantitativamente el contenido del cartucho desengrasado a un vaso de precipitados de 600 mL.
- Hidrólisis ácida: agregar 100 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.255 N; hervir a reflujo exacto durante 30 minutos cronometrados desde el inicio del hervor.
- Filtrar en caliente a través de crisol de Gooch pre-tarado; lavar el residuo con agua destilada hirviendo hasta reacción neutra (papel tornasol).
- Transferir cuantitativamente el residuo al mismo vaso. Hidrólisis alcalina: agregar 100 mL de NaOH 0.313 N hirviendo; hervir a reflujo exacto 30 minutos.
- Filtrar nuevamente en caliente; lavar con: 25 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.255 N caliente, luego agua destilada hirviendo hasta neutralidad.

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

- Secar el crisol con residuo en estufa a 105 °C por 2 horas; enfriar en desecador 30 min; pesar P3 (residuo seco).
- Incinerar el crisol con residuo en mufla a 550 °C por 2 horas; enfriar en desecador; pesar P4 (cenizas del residuo).
- Calcular:

$$\% \text{ Fibra cruda} = \left[ \frac{P_3 - P_4}{\text{Masa}_{\text{Muestra original}}} \right] \times 100$$

#### **Cálculo del extracto libre de nitrógeno (ELN)**

El ELN se calcula por diferencia aritmética una vez obtenidos los cinco valores anteriores:

$$\% \text{ ELN} = 100 - \% \text{ Humedad} - \% \text{ Cenizas} - \% \text{ Proteína cruda} - \% \text{ Grasa cruda} - \% \text{ Fibra cruda}$$



El ELN representa principalmente almidones, azúcares simples y otras fracciones de carbohidratos solubles. Un valor negativo indica error en alguna de las determinaciones anteriores, lo cual debe investigarse.

#### **Resultados y cálculos**

Registrar todos los datos experimentales en las tablas siguientes y calcular los porcentajes de cada fracción.

**Tabla 1 Datos gravimétricos de cada determinación**

Parámetro	Réplica	P0 (g)	P1 o P_muestra (g)	P2 o P_final (g)	% Resultado
Humedad	1				
Humedad	2				
Cenizas	1				
Cenizas	2				
Grasa cruda	1				

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

Grasa cruda	2				
Fibra cruda	1				
Fibra cruda	2				

**Tabla 2 Datos Kjeldahl (proteína cruda)**

Réplica	Masa (g)	V HCl muestra (mL)	V HCl blanco (mL)	N HCl valorado	% N	% PC
1						
2						
Promedio						

**Tabla 3 — Resumen proximal (base húmeda y base seca)**



Fracción	% Base húmeda (promedio)	% Base seca	Valor referencia bibliográfico
Humedad			
Cenizas			
Proteína cruda			
Grasa cruda			
Fibra cruda			
ELN			
TOTAL			≈ 100%

Fórmula conversión base húmeda → base seca:



$$\%BS = \frac{\%BH}{(100 - \%Humedad)} \times 100$$

#### **Cuestionario de la práctica**

1. Explique por qué en el análisis proximal la humedad siempre se determina primero y sus resultados afectan la expresión de todas las demás fracciones.
2. ¿Que es ‘cenizas totales’ y ‘cenizas solubles en ácido’? ¿Para qué alimentos cobra mayor importancia esta distinción?



	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

3. El factor de conversión  $N \times 6.25$  asume que todas las proteínas contienen 16% de nitrógeno. ¿Es esto exacto para leguminosas? Investigue los factores específicos recomendados por la FAO.
4. ¿Qué compuestos nitrogenados no proteicos (NNP) interfieren en el método Kjeldahl y sobreestiman el contenido de proteína? Cite dos ejemplos en alimentos de origen vegetal.
5. Explique el rol del catalizador ( $CuSO_4 + K_2SO_4$ ) en la etapa de digestión. ¿Por qué la mezcla es más eficiente que cada componente por separado?
6. ¿Por qué se denomina 'extracto etéreo' en lugar de 'grasa total'? ¿Qué compuestos lipídicos distintos a triglicéridos pueden extraerse con éter de petróleo?
7. Justifique por qué el cartucho desengrasado se seca a  $105\text{ }^\circ\text{C}$  antes de usarse en la determinación de fibra. ¿Qué ocurriría si quedaran trazas de solvente?
8. Compare el método Soxhlet con la extracción de Bligh-Dyer para alimentos de alta humedad. ¿Cuál es más adecuado para carne fresca?
9. Explique la diferencia conceptual entre fibra cruda (Weende) y fibra dietética total (método enzimático-gravimétrico AOAC 985.29). ¿Por qué la fibra Weende subestima el contenido real de fibra?
10. ¿Por qué se descuentan las cenizas del residuo final en la determinación de fibra cruda? Indique qué minerales podrían quedar retenidos en el filtro.
11. Si se omitiera el lavado ácido posterior a la hidrólisis alcalina, ¿en qué sentido se vería afectado el resultado de fibra cruda?
12. Si la suma de las seis fracciones supera el 105% o resulta menor al 95%, enumere tres posibles causas analíticas y la forma de identificarlas.
13. Un alimento presenta los siguientes valores en base húmeda:  $H=12\%$ ,  $Cen=2.1\%$ ,  $PC=11.5\%$ ,  $EE=1.8\%$ ,  $FC=3.2\%$ . Calcule el ELN. Luego exprese todas las fracciones en base seca e interprete el perfil nutricional del alimento.
14. Discuta cómo el análisis proximal, siendo un método de casi 160 años de antigüedad, sigue siendo el punto de partida obligatorio en nutrición animal, control de calidad e industria alimentaria. ¿Cuáles son sus limitaciones más importantes en el contexto actual?
15. Ejercicio:  
 Un alimento se homogeneizó para analizarlo y determinar sus componentes principales. Se tomó una muestra de 59,2190 g que fue secado a  $100\text{ }^\circ\text{C}$  hasta peso constante de 14,7513 g. Parte de la muestra seca se colocó en un cartucho para la extracción de grasa. El peso del cartucho vacío fue de 10,3522 g y su peso después de añadida la muestra fue de 19,1675 g. Después de los procesos de extracción y evaporación del solvente el peso del vaso de extracción más la fracción de grasa cruda

	<b>CARRERA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

fue 80,7901 g y el peso del vaso de extracción vacío 80,6667 g. La totalidad de la muestra remanente en el cartucho se sometió a un análisis de fibra cruda. Después de las correspondientes hidrólisis ácidas y alcalinas; y de secar a 100 °C, el peso de la muestra fue 4,3367g y luego de incinerar 1,1503 g. Suponiendo que el alimento esta constituido por agua, grasa, fibra, cenizas y carbohidratos. Calcular.

- a) Composición porcentual del alimento fresco
- b) Composición porcentual después de cada tratamiento

	<b>CARREA DE AGROINDUSTRIA – UNACH</b>		
	<b>Manual de Química Analítica Aplicada</b>		
Fecha Aprobación:	Código: QA-001	Versión: 1	

### Bibliografía

- Harvey, DT (2016). Química analítica 2.1 . Chemistry LibreTexts. <https://chem.libretexts.org/>
- Christian, GD, Dasgupta, PK, y Schug, KA (2014). Química analítica (7ª ed.). John Wiley & Sons. [https://kvmwai.edu.in/upload/StudyMaterial/Analytical-Chemistry-by-Gary-D-Christian-Purnendu-K-Dasgupta-Kevin-A-Schug-z-lib\\_org\\_pdf](https://kvmwai.edu.in/upload/StudyMaterial/Analytical-Chemistry-by-Gary-D-Christian-Purnendu-K-Dasgupta-Kevin-A-Schug-z-lib_org_pdf)
- Skoog, DA, West, DM, Holler, FJ y Crouch, SR (2014). Fundamentos de química analítica (9.ª ed.). Brooks/Cole, Cengage Learning. [https://archive.org/details/isbn\\_9789332551879/page/n1/mode/2up](https://archive.org/details/isbn_9789332551879/page/n1/mode/2up)
- Manual de Química Analítica Aplicada. (s.f). Fundamentos, técnicas y protocolos de laboratorio para estudiantes de Agroindustria. <https://es.scribd.com/document/651254003/Manual-de-Quimica-Analitica-Agro>
- Flor Marina Fon Fay Vásquez, & Héctor Zumbado Fernández. (2019). *Análisis proximal en alimentos Fundamentos teóricos y técnicas experimentales*. [https://www.researchgate.net/profile/Hector-Zumbado-Fernandez/publication/368653469\\_Analisis\\_proximal\\_en\\_alimentos\\_Fundamentos\\_teoricos\\_y\\_tecnicas\\_experimentales/links/63f310cf19130a1a4a92ba7a/Analisis-proximal-en-alimentos-Fundamentos-teoricos-y-tecnicas-experimentales.pdf](https://www.researchgate.net/profile/Hector-Zumbado-Fernandez/publication/368653469_Analisis_proximal_en_alimentos_Fundamentos_teoricos_y_tecnicas_experimentales/links/63f310cf19130a1a4a92ba7a/Analisis-proximal-en-alimentos-Fundamentos-teoricos-y-tecnicas-experimentales.pdf)
- Goyeneche, M. A. (2023). *FUNDAMENTOS DEL ANÁLISIS QUÍMICO CON APLICACIONES PRÁCTICAS EN AGRONOMÍA*.
- Hernández Pérez Susana. (2024). *MANUAL DE PRÁCTICAS DE ANÁLISIS DE ALIMENTOS*.
- Universidad Politecnica Salesiana. (2023, January). *MANUAL DE HIGIENE Y SEGURIDAD PARA EL USO DE LOS LABORATORIOS DE LA UPS*. <https://www.ups.edu.ec/documents/20121/257878/Manual+de+Higiene+y+Seguridad+para+el+uso+de+los+Laboratorios+de+la+UPS.pdf>