



Universidad de San Carlos de Guatemala  
Facultad de Ingeniería  
Escuela de Ingeniería Química

**VALIDACIÓN DE METODOLOGÍA ANALÍTICA PARA LA CUANTIFICACIÓN DE CLORURO  
DE SODIO EN UN SAZONADOR INDUSTRIAL BASADO EN LA NORMA ISO 17025**

**Eddy Alberto Cajas Valdez**  
Asesorado por el Ing. Mario Pérez Archila

Guatemala, junio de 2012



UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**VALIDACIÓN DE METODOLOGÍA ANALÍTICA PARA LA CUANTIFICACIÓN DE CLORURO  
DE SODIO EN UN SAZONADOR INDUSTRIAL BASADO EN LA NORMA ISO 17025**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA  
FACULTAD DE INGENIERÍA

POR

**EDDY ALBERTO CAJAS VALDEZ**

ASESORADO POR EL ING. MARIO PÉREZ ARCHILA

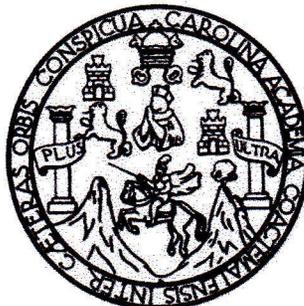
AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

**INGENIERO QUÍMICO**

GUATEMALA, JUNIO DE 2012



UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA  
FACULTAD DE INGENIERÍA



**NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA**

DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
VOCAL I	Ing. Alfredo Enrique Beber Aceituno
VOCAL II	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
VOCAL III	Ing. Miguel Ángel Dávila Calderón
VOCAL IV	Br. Juan Carlos Molina Jiménez
VOCAL V	Br. Mario Maldonado Muralles
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

**TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO**

DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
EXAMINADORA	Inga. Rosa María Girón Ruiz
EXAMINADOR	Ing. Julio Alberto Rivera Palacios
EXAMINADOR	Ing. Jaime Domingo Carranza González
SECRETARIA	Inga. Marcia Ivónne Véliz Vargas



## **ACTO QUE DEDICO A:**

- Dios** Por haberme bendecido desde el primer día de mi vida, dándome todas las herramientas necesarias para alcanzar este objetivo.
- Mi esposa** Verónica Medina, por ser mi brazo derecho y mi fuente de inspiración para culminar este proyecto.
- Mi madre** Eluvia Valdez, quien a pesar de todas las dificultades encontradas en mi camino, siempre confió en que esta etapa universitaria sería culminada satisfactoriamente, brindándome amor y apoyo en todo momento.
- Mi padre** Edilberto Cajas, quien siempre me inspiró a ser mejor cada día con su ejemplo, enseñándome a luchar por lo que se desea basado en la responsabilidad, lealtad y honestidad.
- Mi padrino** Roberto Barrios, quien es mi mentor y amigo que siempre está cerca de mí, para darme esos sabios consejos y guíarme en la vida.



## **AGRADECIMIENTOS A:**

**Mis hermanos**

Oliver, por darme el ejemplo a seguir, a Elvis y Mirza por animarme y apoyarme a continuar construyendo un mejor futuro familiar.

**Mis cuñados**

Por apoyarme en los momentos de flaqueza.

**Ing. Qco. Mario Pérez**

Por brindarme todos sus conocimientos profesionales para plasmarlos en este proyecto.

**Escuela de Ingeniería  
Química**

Por permitirme formarme en sus instalaciones, brindándome habilidades técnicas, amistades e inolvidables experiencias.



## HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

En cumplimiento con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

**VALIDACIÓN DE METODOLOGIA ANALÍTICA PARA LA CUANTIFICACIÓN DE CLORURO DE SODIO EN UN SAZONADOR INDUSTRIAL BASADO EN LA NORMA ISO 17025**

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha septiembre de 2010.

  
Eddy Alberto Cajas Valdez



Guatemala 28 de Octubre de 2010

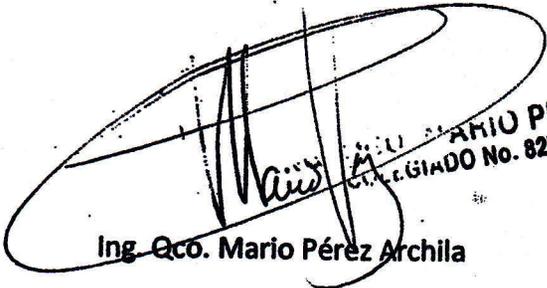
Distinguido

Director de Escuela Ing. Química

Ing. William Álvarez:

Por este medio me dirijo a usted para hacer de su conocimiento que yo, el Ing. Qco. Mario Pérez Archila Colegiado 827 revise y aprobé el informe final de trabajo de graduación con el tema "Validación de metodología analítica para la cuantificación de cloruro de sodio en un sazón industrial basado en la norma 17025" elaborado por el estudiante Eddy Alberto Cajas Valdez Carne 1997-11992.

Atentamente,



MARIO PEREZ  
COLEGIADO No. 827

Ing. Qco. Mario Pérez Archila

Colegiado 827





UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

Guatemala, 16 de noviembre 2011  
Ref.EIQ.TG.290.2011

Ingeniero  
**Williams Guillermo Álvarez Mejía**  
DIRECTOR  
Escuela de Ingeniería Química  
Facultad de Ingeniería  
Presente.

Estimado Ingeniero Álvarez:

Como consta en el **Acta TG-108-2010-B-IF** le informo que reunidos los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del informe final del trabajo de graduación, para optar al título de INGENIERO QUÍMICO al estudiante universitario, **Eddy Alberto Cajas Valdez**, identificado con carné No. **1997-11992**, titulado: **"VALIDACIÓN DE METODOLOGÍA ANALÍTICA PARA LA CUANTIFICACIÓN DE CLORURO DE SODIO EN UN SAZONADOR INDUSTRIAL BASADO EN LA NORMA ISO 17025"**, el cual ha sido asesorado por el Ingeniero Químico Mario Pérez Archila.

Habiendo encontrado el referido informe final **satisfactorio**, se procede a recomendarle autorice al estudiante **Cajas Valdez**, proceder con los trámites requeridos de acuerdo a normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.

"ID Y ENSEÑADA A TODOS"

Inga. Teresa Lisely de León Arana, M.Sc.  
COORDINADORA

Tribunal que revisó el informe final  
Del trabajo de graduación



C.c.: archivo





UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

Ref.EIQ.TG.083.2012

El Director de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del Asesor y de los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química para revisar el Informe del Trabajo de Graduación del estudiante, **EDDY ALBERTO CAJAS VALDEZ** titulado: "**VALIDACIÓN DE METODOLOGÍA ANALÍTICA PARA LA CUANTIFICACIÓN DE CLORURO DE SODIO EN UN SAZONADOR INDUSTRIAL BASADO EN LA NORMA ISO 17025**". Procede a la autorización del mismo, ya que reúne el rigor, la secuencia, la pertinencia y la coherencia metodológica requerida.

Ing. Williams Guillermo Álvarez Mejía; C.Dr.

DIRECTOR  
Escuela de Ingeniería Química



Guatemala, Junio de 2012

Cc: Archivo  
WGAM/ale





El Decano de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al trabajo de graduación titulado: **VALIDACIÓN DE METODOLOGÍA ANALÍTICA PARA LA CUANTIFICACIÓN DE CLORURO DE SODIO EN UN SAZONADOR INDUSTRIAL BASADO EN LA NORMA ISO 17025**, presentado por el estudiante universitario **Eddy Alberto Cajas Valdez**, autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE:

Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos  
Decano

Guatemala, 13 de junio de 2012.

/gdech





## ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	V
LISTA DE SÍMBOLOS.....	VII
GLOSARIO.....	IX
RESUMEN.....	XI
OBJETIVOS.....	XIII
INTRODUCCIÓN.....	XV
1. ANTECEDENTES .....	01
2. MARCO TEÒRICO	
2.1. Volumetría.....	03
2.2. Disolución patrón .....	03
2.2.1. Directo.....	03
2.2.2. Indirecto.....	04
2.3. Cualidades de una disolución patrón.....	04
2.4. Detección del punto final.....	05
2.5. Métodos visuales.....	06
2.5.1. Reactivo auto indicador.....	06
2.5.2. Indicador ácido base.....	06
2.5.3. Indicadores redox.....	06
2.5.4. Formación de productos de color diferente.....	07
2.5.5. Desaparición del color de la sustancia que se valora..	07
2.5.6. Formación de un segundo precipitado de color diferente.....	07
2.5.7. Aparición de turbidez.....	07

2.5.8.	Final de precipitación.....	08
2.5.9.	Indicadores de adsorción.....	08
2.6.	Métodos eléctricos.....	08
2.6.1.	Método potenciométrico.....	08
2.6.2.	Conductometría.....	09
2.6.3.	Amperometría.....	09
2.6.4.	Culombimetría.....	09
2.7.	Curvas de valoración.....	09
2.8.	Determinación de cloruros.....	10
2.8.1.	Método de Mohr.....	12
2.8.2.	Método de Fajans.....	12
2.8.3.	Método de Volhard.....	12
2.9.	Potenciometría.....	13
2.10.	Electrodo.....	14
2.11.	Tipos electrodos	
2.11.1.	Electrodos de primera especie.....	14
2.11.2.	Electrodos de segunda especie.....	14
2.11.3.	Electrodos de tercera especie.....	15
3.	<b>DISEÑO METODOLÓGICO</b>	
3.1.	Variables.....	17
3.2.	Delimitación del campo de estudio.....	17
3.3.	Recursos humanos disponibles.....	18
3.4.	Recursos materiales disponibles.....	19
3.5.	Técnica cualitativa.....	20
3.6.	Recolección y ordenamiento de la información.....	20

3.7.	Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información.....	20
3.8.	Análisis estadístico.....	22
4.	<b>RESULTADOS</b>	
4.1.	Especificidad.....	25
4.2.	Linealidad.....	25
4.3.	Exactitud.....	26
4.4.	Precisión.....	28
4.5.	Límite de detección.....	30
4.6.	Límite de cuantificación.....	30
4.7.	Robustez.....	31
5.	<b>INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS.....</b>	<b>33</b>
	<b>CONCLUSIONES.....</b>	<b>37</b>
	<b>RECOMENDACIONES.....</b>	<b>39</b>
	<b>BIBLIOGRAFÍA.....</b>	<b>41</b>
	<b>APÉNDICES.....</b>	<b>43</b>
	<b>ANEXOS.....</b>	<b>55</b>



## ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

### FIGURAS

1.	Formas de curvas de titulación.....	10
2.	Curva de valoración de cloruros con nitrato de plata.....	11
3.	Potenciometro Mettler Toledo DL50.....	14
4.	Análisis de la validación del método.....	18
5.	Porcentaje de analito adicionado vrs porcentaje de analito recuperado.....	26
6.	Perfil de precisión del método de evaluación de NaCl a diferentes concentraciones.....	29

### TABLAS

I.	VARIABLES DEL SISTEMA.....	17
II.	Resultados especificidad placebo y analito.....	25
III.	Coeficiente de correlación y determinación de la figura 5.....	26
IV.	Resultados de exactitud con método actual de cuantificación de cloruro de sodio.....	27
V.	Resultados de exactitud con procedimiento previo de secado al actual de cuantificación de cloruro de sodio.....	27
VI.	Resultados de repetitividad.....	28
VII.	Resultados de reproducibilidad.....	29
VIII.	Resultados de coeficiente de variación figura 6.....	30
IX.	Resultados límite de detección.....	30

X. Resultados límite de cuantificación..... 31

XI. Resultados robustez..... 31

## LISTA DE SÍMBOLOS

<b>Símbolo</b>	<b>Significado</b>
<b>NaCl</b>	<b>Cloruro de sodio</b>
<b>CV</b>	<b>Coefficiente de variación</b>
<b>LC</b>	<b>Límite de cuantificación</b>
<b>LD</b>	<b>Límite de detección</b>
<b>AgNO<sub>3</sub></b>	<b>Nitrato de plata</b>



## GLOSARIO

<b>Analito</b>	Sustancia contenida en la muestra sometida a análisis.
<b>Blanco</b>	Muestra preparada para la lectura final, pero que no contiene analitos.
<b>Coefficiente de variación</b>	Desviación estándar expresada como función de la media, se expresa normalmente en porcentaje.
<b>Concentración conocida</b>	Valor que se asigna a la concentración que se acepta como verdadero en una muestra.
<b>Desviación estándar</b>	Estadístico básico indicativo de la dispersión o variabilidad de los resultados.
<b>Diseño factorial</b>	Plan experimental cuya característica más destacable es que los valores de todos los factores se van moviendo simultáneamente, normalmente se utilizan los diseños de dos niveles, de modo que un diseño factorial completo de K con dos niveles por factor conduce a un número de experimentos igual a $2^k$ .

<b>Muestra</b>	Producto resultante de una operación de muestreo, debe ser representativo y con un determinado carácter aleatorio.
<b>Recta de regresión</b>	Relación entre las respuestas instrumentales que produce un analito y las concentraciones del mismo.
<b>Selectividad</b>	Capacidad de un método analítico para medir y/o identificar simultáneamente o separadamente los analitos de interés de forma inequívoca sin interferencias de impurezas, productos de degradación, compuestos relacionados, excipientes u otras sustancias presentes en la matriz de la muestra.
<b>Validación</b>	Proceso mediante el cual se establece por medio de estudios de laboratorio que las características representativas del método analítico cumplen con las especificaciones para su aplicación.
<b>Varianza</b>	Cuadrado de la desviación estándar.

## **RESUMEN**

Las buenas prácticas de laboratorio y de manufactura requieren que los métodos de análisis sean validados con el fin de verificar que el sistema es capaz de identificar y cuantificar sustancias en los límites indicados en las especificaciones

El presente trabajo se desarrolló con el propósito de evaluar los parámetros de especificidad, exactitud y precisión en el método de determinación de cloruros por un análisis de valoración potenciométrico propuesto, para la cuantificación de cloruro de sodio en un sazónador alimenticio industrial., determinando así la validez del método para ser utilizado en la Fábrica de Productos Alimenticios René

Actualmente, se determina la cantidad de cloruro de sodio mediante un método potenciométrico con titulación de nitrato de plata, y para validar este experimento, primero se realizó el análisis con muestras blanco que oscilan su concentración de cloruro de sodio dentro del rango que tiene el sazónador, finalmente se realizó el análisis con muestras del sazónador industrial y se determinó su concentración de cloruro de sodio.

Posteriormente, el manejo estadístico de los datos obtenidos para obtener la exactitud, precisión, especificidad, robustez y límites de cuantificación y de detección del método.



## **OBJETIVOS**

### **General**

Validar el método de valoración potenciométrica para la cuantificación de cloruro de sodio de un sazoador alimenticio industrial utilizado en Fábrica de Productos Alimenticios René.

### **Específicos**

1. Establecer la precisión, exactitud, linealidad y robustez del método de análisis de cloruro de sodio, utilizando el valorador potenciométrico Mettler Toledo, modelo DL 50 en un sazoador industrial
2. Determinar la especificidad del método de análisis de cloruro de sodio, utilizando el valorador potenciométrico Mettler Toledo, modelo DL 50 en un sazoador industrial.
3. Determinar el límite de detección y el de cuantificación para el método de análisis de cloruro de sodio, utilizando el valorador potenciométrico Mettler Toledo, modelo DL 50 en un sazoador industrial

## **HIPÓTESIS**

**El método de valoración potenciométrico utilizado para la cuantificación de cloruro de sodio en un sazonador industrial, proporciona resultados que cumplen con los parámetros de desempeño analítico de especificidad, exactitud, precisión, robustez y linealidad requeridos para la validación de un método analítico según la Norma ISO 17025.**

## INTRODUCCIÓN

En la actualidad el mercado es cada vez más exigente, al igual que las regulaciones gubernamentales, con lo cual se tiene un consumidor que sabe lo que quiere y espera obtener lo ofrecido por el vendedor. Por lo que es necesario ser más estrictos en los controles internos de las empresas para garantizar la satisfacción del consumidor.

La Fábrica de Productos Alimenticios René tiene como control interno la determinación de cloruro de sodio de cada producto utilizando un método de titulación galvanométrica, con la finalidad de asegurar que esté dentro de las especificaciones de calidad que el consumidor desea, este análisis se realiza en promedio 500 veces a la semana y es aquí donde radica su importancia.

El objetivo principal de este trabajo es la a validación de este método para determinar su efectividad y limitaciones debido a que pueden haber varios factores que afecten la veracidad de los resultados, entre los cuales están: analistas capacitados, certificados y con tiempo necesario para realizar cada ensayo; los reactivos deben ser grado analítico y con fecha de vencimiento vigente, equipo calibrado y con su registro de mantenimiento preventivo, cristalería tipo A.

Finalmente, el análisis del método galvanométrico en el cual se estudian cuatro parámetros de desempeño: linealidad, precisión, especificidad, exactitud, robustez y límites de detección y cuantificación.



## **1. ANTECEDENTES**

La Farmacopea de los Estados Unidos (USP) edición 2007, indica aspectos de la validación de métodos analíticos fisicoquímicos, detallando los parámetros de desempeño que aplican por categoría analítica, la manera de evaluar y los criterios de aceptación.

La Norma ISO 17025, edición 2001, indica aspectos para la validación de métodos analíticos en la sección 5.4 Métodos de ensayo y de calibración y validación de los métodos.

En la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala se encuentran trabajos referentes a la validación de métodos analíticos, para cuantificar diferentes analitos, dentro de los cuales están:

Heer Escobar, Emma Judith: en el 2009 en su trabajo de graduación titulado validación de metodología analítica para la cuantificación de sibutramina clorhidrato monohidrato en tabletas de 15 mg, concluyó que el método es confiable, ya que cumple con los parámetros de precisión, exactitud, especificidad, linealidad e intervalo requeridos por la USP edición 2007 y la normativa Centro Americana.

**Godínez Fuentes, Guicela Yesenia: en el 2009 en su trabajo de graduación titulado validación del método analítico para la cuantificación de sodio y potasio en sales de rehidratación oral por fotometría de llama en el laboratorio de producción de medicamentos LAPROMED, concluyó que el método es válido.**

## **2. MARCO TEÓRICO**

### **2.1. Volumetría**

Son métodos de análisis químico-cuantitativo en los cuales la sustancia a valorar se determina en forma indirecta, midiendo el volumen de una solución de un reactivo apropiado, de concentración conocida, que reacciona completamente con la sustancia analizada o analito.

Una condición indispensable para el análisis volumétrico es que el analito se halle en forma líquida o en solución y que sea miscible con el valorante.

Cuando se tiene una muestra sólida, ésta debe de ser pesada, disuelta y llevada a un volumen determinado previamente.

### **2.2. Disolución patrón**

Es aquella cuya concentración se conoce exactamente, y se puede preparar por dos métodos

#### **2.2.1. Directo**

Se disuelve una cantidad exactamente pesada de la sustancia patrón, de pureza conocida y se lleva a un volumen determinados, la concentración se calcula con base al volumen y peso conocidos.

### **2.2.2. Indirecto**

Muchos compuestos no se consideran patrones primarios, por lo cual el patrón, disuelve, se lleva a un volumen determinado y se valora frente a otro patrón primario, para conocer su concentración.

### **2.3. Cualidades de un patrón primario**

Un patrón primario es un compuesto de pureza elevada que sirve como material de referencia en todos los métodos volumétricos y gravimétricos y debe cumplir con lo siguiente:

- Pureza casi absoluta.
- Las impurezas deben de ser inertes.
- Las impurezas tienen que cuantificarse por ensayos sencillos.
- Estable a la temperatura de secado en estufa, y preferiblemente de bajo contenido de humedad, por la dificultad para eliminarla.
- Inalterable al aire durante la pesada, es decir, no debe ser higroscópico, ni reaccionar con los componentes del aire.
- Reaccionar cuantitativamente con la sustancia a determinar, es decir, la reacción debe ser estequiométrica, además, sencilla y rápida.

- Es deseable que presente un peso equivalente elevado, para obtener bajos errores de pesado y volumen de solución, superiores al error de medida en la bureta.
- De fácil adquisición y bajo costo.

#### **2.4. Detección del punto final**

El punto de equivalencia de una titulación es un punto teórico que no puede determinarse experimentalmente. lo que se puede hacer es realizar un estimativo de su valor, observando un cambio físico asociado a la condición de equivalencia, al volumen del valorante asociado a este cambio se le conoce como punto final, hay que tener mucho cuidado para asegurar que sea mínima la diferencia de masa o volumen entre el punto de equivalencia y el punto final.

Sin embargo, siempre hay diferencias como consecuencia de cambios físicos no adecuados o de incapacidad para apreciarlos, la diferencia de volumen o masa entre el punto de equivalencia y punto final se conoce como error de titulación.

Con frecuencia se añaden indicadores a la solución que contienen el analito para hacer observable, mediante un cambio físico apreciable, un punto cercano al punto de equivalencia, alrededor de este punto ocurren grandes cambios en la apariencia del indicador, como son la aparición o desaparición de turbidez o un cambio de color, con frecuencia se usan aparatos para la detección del punto final, al registrar un cambio de alguna propiedad eléctrica u óptica de la solución.

## **2.5. Métodos visuales**

Son los métodos en los cuales los reactivos involucrados cambian sus características organolépticas al alcanzar el punto de equilibrio, pueden formar precipitados o cambiar de color.

### **2.5.1. Reactivo auto indicador**

Cuando uno de los reactivos de valoración, titulante o analito, cambia de color en el punto de equivalencia, el punto final se obtiene por la aparición de un color en la solución por un pequeño exceso del valorante.

### **2.5.2. Indicadores ácido-base**

Ácidos o bases débiles cuyas formas iónicas presenta un color diferente a las formas asociadas, se escogen de tal forma, que cambian de color, por predominio de alguna de sus formas, a un pH cercano al de neutralización.

### **2.5.3. Indicadores rédox**

Sustancias intensamente coloreadas capaces de sufrir oxidación o reducción a potenciales característicos., los indicadores se deben elegir, de tal forma que sus potenciales de redox de cambio se hallen alrededor del punto estequiométrico, o punto de equivalencia, ya que un leve exceso del reactivo reacción con el indicador, lo cambie de color.

#### **2.5.4. Formación de productos de color diferente**

Como en el método del Volhard, para determinar plata, se usa una solución de tiocianato como reactivo valorante y una sal férrica como solución indicadora, cuando el ion plata está precipitado completamente forma una  $\text{AgCNS}$  (blanco), la siguiente gota de tiocianato origina un ion complejo de color rojo en la solución.

#### **2.5.5. Desaparición del color de la sustancia que se valora**

Como en la determinación de cobre por valoración de una solución cúprica amoniacal con cianuro, el punto final se aprecia por la desaparición del color azul intenso.

#### **2.5.6. Formación de un segundo precipitado de color diferente**

Como en el método de Mohr para evaluar cloruro, se usa cromato de potasio como indicador. Cuando se completa la precipitación del cloruro de plata (precipitado blanco), se forma un precipitado de cromato de plata color naranja, con un pequeño exceso de nitrato de plata.

#### **2.5.7. Aparición de turbidez**

Como en el método de Liebig para valorar cianuro con un ion de plata el punto final lo determina turbidez en la solución.

### **2.5.8. Final de precipitación**

En la reacción se forma producto insoluble que al sedimentar deja la solución clara, por ejemplo, en la valoración de cloruros donde se precipita cloruro de plata con el final de la precipitación. También la indicación se obtiene al contrario, es decir cuando se añade un reactivo hasta la desaparición del turbidez de un precipitado.

### **2.5.9. Indicadores de adsorción**

Usadas en algunas valoraciones de precipitación, los iones del indicador se adsorben sobre el precipitado el cual cambia de color, indicando el final de la valoración.

## **2.6. Métodos eléctricos**

Basadas en principios eléctricos para determinar el punto de final de la reacción, haciendo pasar una corriente eléctrica en la solución por medio de electrodos.

### **2.6.1. Método potenciométrico**

Usado para medir la fuerza electromotriz, potencial eléctrico o voltaje, entre dos electrodos colocados en la solución que se valora. Alrededor del punto de estequiométrica, el potencial cambia bruscamente al añadir la cantidad equivalente al reactivo valorante.

### **2.6.2. Conductometría**

La eliminación de los iones de una solución por neutralización, precipitación o complejación, da lugar a cambios intensos en la conductancia de una solución, cambio marcado en el punto estequiométrico.

### **2.6.3. Amperometría**

Hay que medir el paso de la corriente a través de una célula polarográfica (con electrodos de gota de mercurio u otro electrodo indicador). Una alteración en el ritmo de cambio de la corriente, en función de la cantidad de reactivo añadido, indica el punto estequiométrico.

### **2.6.4. Culombimetría**

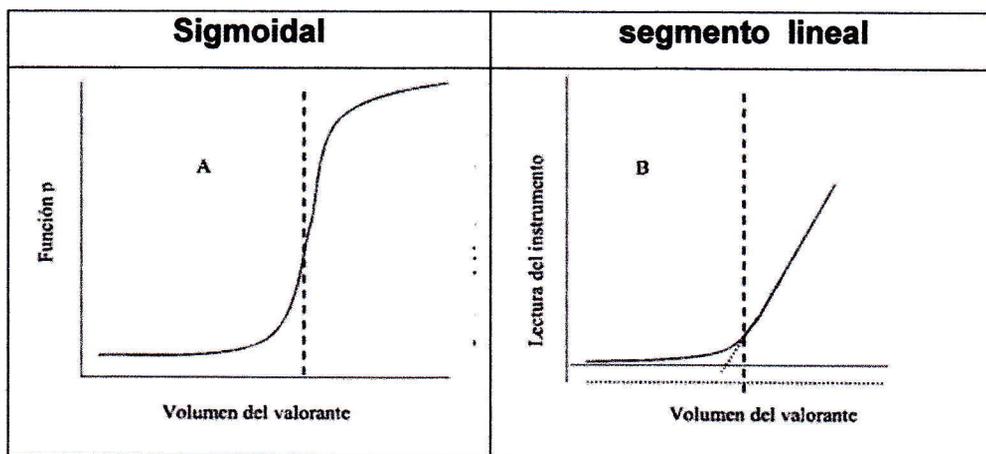
Mide la cantidad de electricidad, carga eléctrica necesaria para completar una reacción de electrólisis o la generación electrolítica de un reactivo que actúa como valorante. Una medida exacta de la corriente y el tiempo, permite calcular el número de culombios que intervienen en el proceso y con ello el número de equivalentes presentes de la sustancia valorada.

## **2.7. Curvas de valoración**

Una curva de valoración es una gráfica, de cómo varía una propiedad fisicoquímica de la solución o función  $p$ , en relación al volumen del agente valorante. Informa cómo varía la propiedad en el transcurso de la valoración y permite determinar con certeza el punto final de la valoración y otras características de la misma.

En los métodos volumétricos hay dos tipos de curvas de titulación: el primer tipo se conoce como curva sigmoideal. Las observaciones más importantes es confinar a una zona pequeña, normalmente  $\pm 0.1$  a  $\pm 0.5$  mL, alrededor del punto de equivalencia. Esta curva es apropiada para reacciones rápidas y de puntos finales fáciles de definir. El segundo tipo de curva es llamado curva de segmento lineal, donde las mediciones se hacen en ambos lados, pero lejos del punto de equivalencia. Este tipo de curva es apropiada para reacciones que sólo se completan en presencia de un exceso de reactivo o analito. Ver figura 1.

Figura 1. Formas de curvas de titulación



Fuente: Skoog, West & Holler p.332.

## 2.8. Determinación de cloruros

Tradicionalmente se realiza con una solución patrón de nitrato de plata, se conocen como métodos argentométricos. Su curva de valoración se puede representar graficando el potencial del ion cloruro contra el volumen del agente valorante para obtener una curva presentada en la figura 1. El punto de

equivalencia del indicador debe de hallarse un pAg entre 6 y 7, aproximadamente.

La reacción involucrada donde se forma un precipitado blanco es la siguiente:

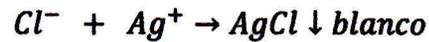
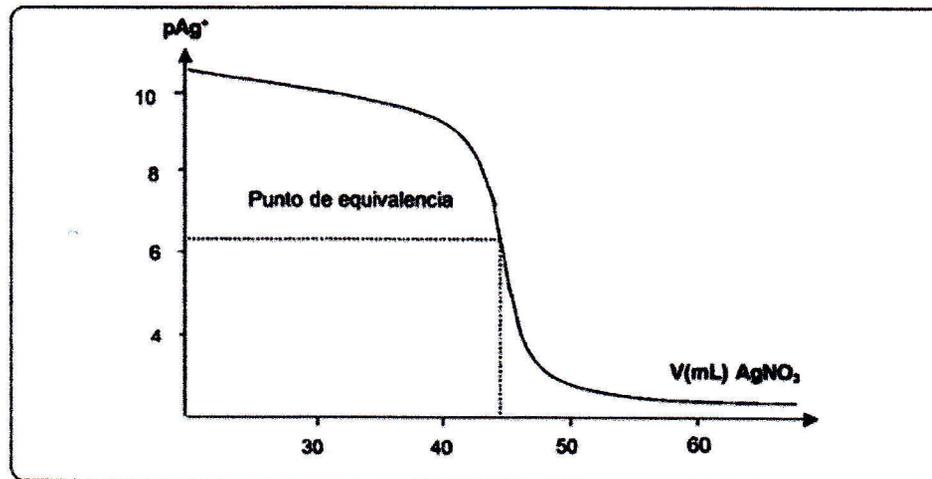


Figura 2. Curva de valoración de cloruros con nitrato de plata como agente valorante

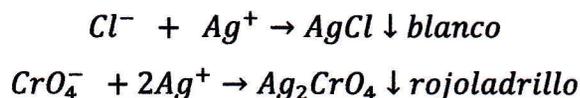


Fuente: Skoog, West & Holler p.333.

Los tres métodos conocidos de valoración de cloruros, los de Mohr, Fajans y Volhard, varían básicamente en los indicadores utilizados. Los primeros son valoraciones directas y el último es una valoración indirecta.

### 2.8.1. Método de Mohr

El indicador usado es el cromato de potasio, el cual forma un precipitado de color rojo ladrillo de cromato de plata, éste se precipita después de precipitar todo el cloruro, debido a que presenta un  $K_{ps}$  mayor que el cloruro de plata, lo que asegura que precipite primero todo el  $AgCl$ . Su coloración rosada determina el punto final de la valoración por la segunda precipitación de cromato de plata como resultado de añadir unas gotas de cromato de potasio a la solución inicial, las reacciones involucradas son:

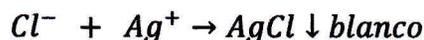


### 2.8.2. Método de Fajans

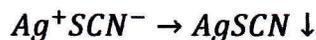
En este caso, el indicador utilizado es la diclorofluoresceína, el cual es un indicador de adsorción orgánico que se ioniza parcialmente, dando hidrógeno y aniones coloreados. El cloruro de plata, en presencia de este indicador y del exceso de iones cloruro adquiere un color amarillo fluorescente. Si hay un exceso de iones plata, el precipitado presenta un color rosado. En este procedimiento hay que tener precaución de que no se coagule el precipitado.

### 2.8.3. Método de Volhard

Esta es una valoración por retroceso, primero se precipita el cloruro de plata con un exceso de nitrato de plata



El nitrato de plata se aísla y el exceso de plata se valora con KSCN en presencia de hierro



Cuando la plata se ha consumido, presenta un complejo color rojo



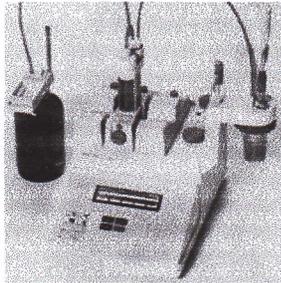
## 2.9. Potenciometría

Los métodos potenciométricos se basan en la medida del potencial eléctrico de un electrodo sumergido en la solución problema, a partir del cual es posible establecer la concentración de la misma, directa o indirectamente.

Se incluyen dentro de los llamados métodos indicadores, ya que no implican consumo de materia por electrólisis, existen técnicas potenciométricas en las que la medida se efectúa, haciendo circular una débil corriente eléctrica a través del sistema, en cualquier caso, la cantidad de sustancia electrolizada es muy pequeña.

La potenciometría puede usarse desde dos puntos de vista: valoración potenciométrica, la cual sirve para localizar el punto de equivalencia de una valoración analítica, y la potenciometría directa la cual consiste en la determinación de la actividad de una especie de forma directa, a través de la medida de un potencial eléctrico

**Figura 3. Potenciómetro Mettler Toledo DL 50**



Fuente: Fábrica de Productos Alimenticios René.

## **2.10. Electrodo**

Es una celda electroquímica en la que se produce corriente eléctrica por una reacción espontánea

## **2.11. Tipos de electrodos**

Existen tres tipos de electrodos, según el electrolito que va a medir.

### **2.11.1. Electrodos de primera especie**

Son electrodos que se pueden utilizar como indicadores para sus propias iones.

### **2.11.2. Electrodos de segunda especie**

Son electrodos metálicos de primera especie que se utilizan para medir la actividad de un anión con el que su ion forma precipitado

### **2.11.3. Electrodo de tercera especie**

**Electrodos metálicos que se utilizan para determinar un catión diferente al suyo.**



### 3. DISEÑO METODOLÓGICO

#### 3.1. Variables

Las variables involucradas en el experimento son las siguientes:

Tabla I. Listado de variables del sistema

No.	Variable	Dimensional
1	Concentración	Moles/L
2	Temperatura	°C
3	Presión atmosférica	Mm Hg
4	% en peso	%
5	Cristalería	Clase A
6	Reactivos	Tipo analítico
7	Corriente eléctrica	Estabilizada por UPS
8	Error sistemático (humano)	Moles/L
9	Error aleatorio (método)	Moles/L
10	Muestreo	G

Fuente: Skoog, West & Holler p.321.

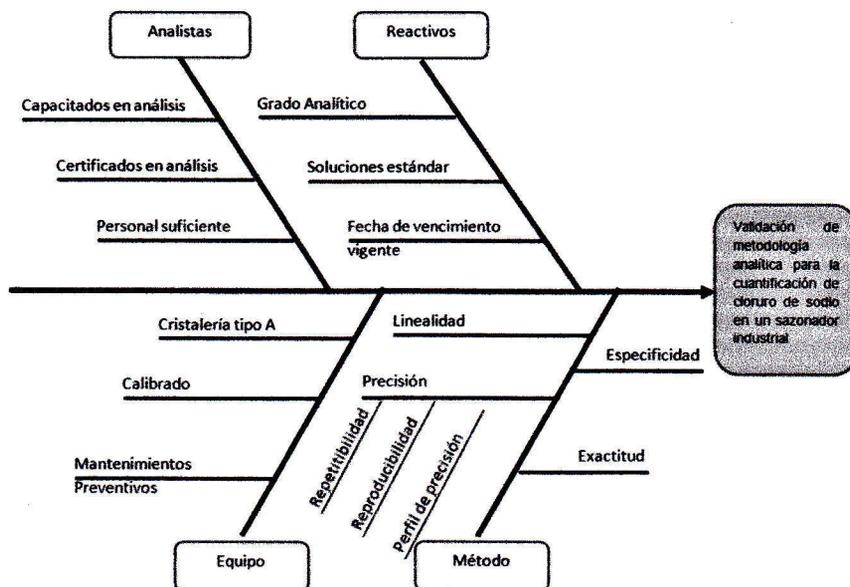
#### 3.2. Delimitación del campo de estudio

El trabajo de investigación es un tipo de estudio analítico cuantitativo, porque determina el cloruro de sodio presente en un sazónador industrial.

El universo limita al sazoador industrial en polvo, que se produce en cantidades de 5 000 Kg por semana, está compuesto de barbacoa, suero de leche y cloruro de sodio

El método de cuantificación de cloruro de sodio será evaluado por medio de una validación de método,

**Figura 4. Análisis de la validación del método**



Fuente: elaboración propia.

### 3.3. Recurso humano disponible

- Bachiller Eddy Alberto Cajas Valdez (tesista)
- Ingeniero Mario Pérez Archila (asesor)

### **3.4. Recursos materiales disponibles**

- **Equipo: titulador Mettler Toledo DL50**
- **Electrodo: DM141-SC**
- **Balanza analítica**
- **Computadora**
- **Material de oficina**
- **Espátula**
- **Agua desmineralizada**
- **Agitador magnético**
- **Balones aforados**
- **Pipetas**
- **Buretas**
- **Probetas**
- **Varilla de agitación**
- **Agua desmineralizada**
- **Solución de nitrato de plata 0.1M**

- Placebo de sazonador industrial
- Cloruro de sodio

### **3.5. Técnica cuantitativa**

El experimento se basa en la determinación de iones cloruros, mediante su precipitación con nitrato de plata, hasta que se completa la reacción estequiométrica mediante una valoración potenciométrica.

Reacción:



Esta reacción es de tipo metatesis, debido a que se intercambia los iones  $\text{Na}^+$  y  $\text{Cl}^-$ ; y mediante conversión directa se determina la cantidad de NaCl presente en la muestra.

### **3.6. Recolección y ordenamiento de la información**

El resultado de cada experimento será tomado directamente del valorador potenciométrico Mettler Toledo DL50 y se tabuló en los apéndices 6 al 14

### **3.7. Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información**

- Especificidad

Los datos evaluados están en los apéndices 6 y 7, se aplicó el método estadístico de t student.

- **Linealidad**

Para este análisis se tomaron los datos del apéndice 8, se graficó para encontrar la ecuación de la recta y su regresión.

- **Exactitud**

Para este análisis se tomaron los datos de los apéndices 8 y 9, se encontró el valor de recuperación y se graficaron los resultados, para finalmente aplicar el método estadístico de t student.

- **Precisión**

- **Repetitividad:** para este análisis se tomaron los datos del apéndice 10, encontrándose el coeficiente de variación (CV).
- **Reproducibilidad:** con los datos de los apéndices 11, 12 y 13, se realizó un análisis de varianza con los resultados obtenidos.
- **Perfil de precisión:** con los datos del apéndice 8, se graficó el coeficiente de variación (CV) para cada muestra.
- **Límite de detección:** con los datos del apéndice 6, se aplicó la desviación estándar del blanco y se multiplicará por:

$$3LD = 3 S$$

- Límite de cuantificación: se multiplicará 3 veces el valor del límite de detección.
- Robustez: tomar los datos del apéndice 14.

### **3.8. Análisis estadístico**

Las herramientas estadísticas utilizadas en este proyecto para la validación del método son las siguientes:

- **Especificidad**

Para el análisis de los datos de los apéndices 6 y 7, se utilizará el método de estadístico T student ( $\mu$ ).

- **Linealidad**

Para el análisis de los datos del apéndice 8, se utilizará el método de estadístico de regresión lineal ( $r$ ) donde se encontrará la ecuación de la recta ( $y = bx + a$ ) y posteriormente se validará con el coeficiente de determinación ( $r^2$ ) y una análisis de varianza ( $P$ ).

- **Exactitud**

Para este análisis se tomarán los datos de los apéndice 8 y 9, se encontrará el valor de recuperación, con la utilización del método estadístico T student ( $\mu$ ).

- **Precisión**

- **Repetitividad:** para este análisis se tomarán los datos del apéndice 10, y se encontrará el coeficiente de variación (CV).
- **Reproducibilidad:** para este análisis se tomarán los datos de los apéndice 11, 12 y 13, haciendo un análisis de varianza con los resultados obtenidos del diseño factorial.
- **Perfil de precisión:** para este análisis se tomarán los datos del apéndice 8, encontrándose el coeficiente de variación (CV) y graficara para ver su comportamiento.
- **Límite de detección:** para este método se utilizará como base la desviación estándar obtenida de los datos del apéndice 6.
- **Límite de cuantificación:** para este método se utilizará como base la desviación estándar obtenida de los datos del apéndice 6.
- **Robustez:** para este parámetro se evaluará el coeficiente de variación de los datos del apéndice 14.



## 4. RESULTADOS

### 4.1. Especificidad

Análisis por separado una muestra de placebo y analito, para determinar interferencias del método causadas por impurezas del analito, placebo o solvente, como resultado se cumple con los criterios de aceptación.

Tabla II. Resultados especificidad placebo y analito

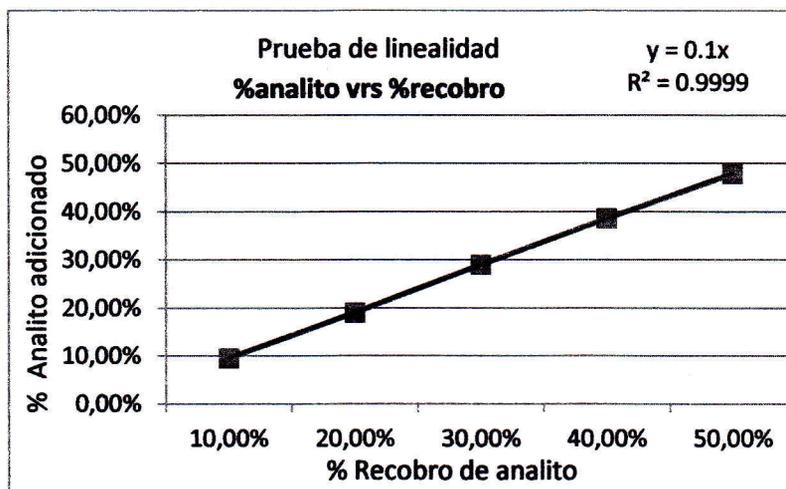
Muestra	Criterio aceptación	Respuesta	Cumple
Placebo	0 %	0 %	Sí
Analito	100%	99,91%	Sí

Fuente: elaboración propia.

### 4.2. Linealidad

Porcentaje de analito adicionado contra el % de recobro representados en la figura 5, para determinar la linealidad del método, como resultado sí se cumple con los criterios de aceptación.

**Figura 5. Porcentaje de analito adicionado vrs porcentaje de analito recuperado**



Fuente: elaboración propia.

**Tabla III. Coeficiente de correlación y determinación de la figura 6**

Parámetro evaluado	Criterio aceptación	Respuesta	Cumple
Coeficiente de correlación	0,98 – 1,00	0,9999414	Sí
Coeficiente de determinación	≥ 0,98	0,9999707	Sí

Fuente: elaboración propia.

### 4.3. Exactitud

Realización de análisis de cloruro de sodio por quintuplicado de muestras analíticas con diferentes concentraciones, el primer análisis no cumple con los criterios de aceptación, y el segundo sí los cumple.

**Tabla IV. Resultados de exactitud con método actual de cuantificación de cloruro de sodio**

<b>Parámetro evaluado</b>	<b>Criterio de aceptación</b>	<b>respuesta</b>	<b>Cumple</b>
Promedio Aritmético del % de recobro	98% – 102%	95,93998%	No
Coefficiente de variación del % de recobro	≤ 2 %	0,1785 %	Sí
Coef. de correlación de cantidad recuperada vrs Cantidad adicionada	0,9 – 1,1	0,99941401	Sí

Fuente: elaboración propia.

**Tabla V. Resultados de exactitud con procedimiento previo de secado al actual de cuantificación de cloruro de sodio**

<b>Parámetro Evaluado</b>	<b>Criterio de aceptación</b>	<b>Respuesta</b>	<b>Cumple</b>
Promedio aritmético del % de recobro	98% – 102%	99,8121%	Sí
Coefficiente de variación del % de recobro	≤ 2 %	0,093 %	Sí
Coefficiente de correlación de cantidad recuperada vrs cantidad adicionada	0,9 – 1,1	0,999993	Sí

Fuente: elaboración propia.

#### 4.4. Precisión

Los parámetros de desempeño evaluados son:

- Repetitividad

El resultado de evaluar el coeficiente de variación de una corrida con 10 muestras, a una misma concentración de cloruro de sodio al 10%, cumple con este parámetro de desempeño.

Tabla VI. Resultados de repetitividad

Parámetro Evaluado	Criterio de aceptación	respuesta	Cumple
Coefficiente de variación del % de recobro	$\leq 2 \%$	0,175924%	Sí

Fuente: elaboración propia.

- Reproducibilidad

El resultado de evaluar la reproducibilidad para un diseño factorial de 3x2x2 indica que el método cumple con el criterio de aceptación, para las tres variables incluidas en la tabla VII.

**Tabla VII. Resultados de reproducibilidad**

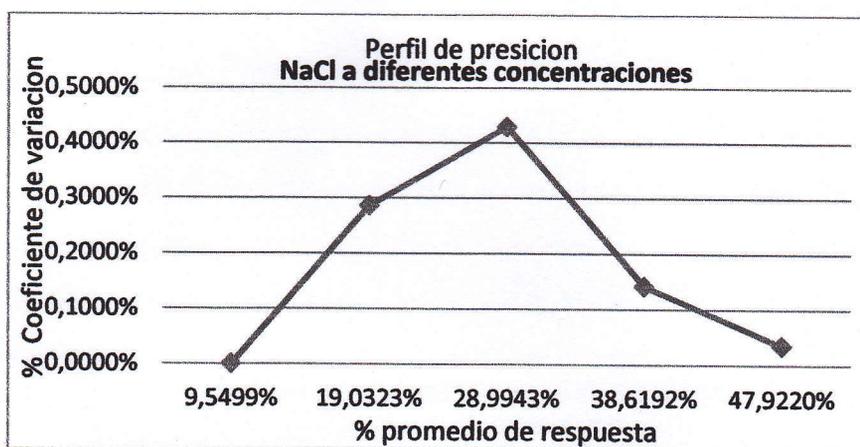
	parámetro evaluado		coeficiente de variación		Criterio de aceptación < 2%			
	Balanza 1		Balanza 2		Electrodo 1		Electrodo 2	
	CV	Cumple	CV	Cumple	CV	Cumple	CV	Cumple
Analista 1	0,1995%	Sí	0,6590%	Sí	0,1835%	Sí	0,2321%	Sí
Analista 2	0,1614%	Sí	0,5778%	Sí	0,1998%	Sí	0,4617%	Sí
Analista 3	0,1945%	Sí	0,5177%	Sí	0,1755%	Sí	0,2949%	Sí
<b>Promedio</b>	<b>0,1851%</b>	<b>Sí</b>	<b>0,5848%</b>	<b>Sí</b>	<b>0,1863%</b>	<b>Sí</b>	<b>0,3296%</b>	<b>Sí</b>

Fuente: elaboración propia.

- **Perfil de precisión**

Después de graficar el perfil de precisión en la figura 7, indica que el método cumple con el criterio de aceptación.

**Figura 6. Perfil de precisión del método de evaluación de NaCl a diferentes concentraciones**



Fuente: elaboración propia.

**Tabla VIII. Resultados de coeficiente de variación**

<b>Parámetro evaluado</b>	<b>Criterio de aceptación</b>	<b>Promedio respuesta</b>	<b>Cumple</b>
Coeficiente de variación del % de recobro	$\leq 2 \%$	0,1785%	Sí

Fuente: elaboración propia.

#### **4.5. Límite de detección (LD)**

El resultado del límite de detección nos indica la cantidad mínima de analito, que el método es capaz de detectar.

**Tabla IX. Resultados límite de detección**

<b>Parámetro evaluado</b>	<b>Criterio de aceptación</b>	<b>Promedio respuesta</b>
Límite de detección	NA	0,002862075%

Fuente: elaboración propia.

#### **4.6. Límite de cuantificación (LC)**

El límite inferior y superior de cuantificación indica la cantidad mínima y máxima de analito que el método cuantifica.

**Tabla X. Resultados límite de cuantificación**

<b>Parámetro Evaluado</b>	<b>Criterio de aceptación</b>	<b>Promedio respuesta</b>
Límite de cuantificación	NA	0,0086%

Fuente: elaboración propia.

#### **4.7. Robustez**

El resultado de variar gramajes de muestra y volumen de diluyente adicionados cumple con el criterio de evaluación.

**Tabla XI. Resultados robustez**

<b>Parámetro evaluado</b>	<b>Criterio de</b>	<b>Respuesta</b>	<b>Cumple</b>
CV del % de recobro gramaje 1	$\leq 2 \%$	0,060%	Sí
CV del % de recobro gramaje 2	$\leq 2 \%$	0,071%	Sí
CV del % de recobro gramaje 3	$\leq 2 \%$	0,109%	Sí
CV del % de recobro volumen 1	$\leq 2 \%$	0,049%	Sí
CV del % de recobro volumen 2	$\leq 2 \%$	0,129%	Sí
CV del % de recobro volumen 3	$\leq 2 \%$	0,115%	Sí

Fuente: elaboración propia.



## **5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS**

### **5.1. Especificidad**

Con los resultados obtenidos en el análisis de la metodología analítica para el método evaluado se concluye que, el placebo, analito y diluyente no presentan ningún tipo de interferencia con la muestra, porque el placebo da como respuesta un valor de 0,0% y el analito más de 99% .

### **5.2. Linealidad**

Al graficar la el porcentaje de analito adicionado contra el % de recobro representados en la figura 6, se evidencia el valor de recuperación es proporcional a la cantidad agregada de cloruro de sodio, por tanto es un análisis lineal, lo cual se confirma con el coeficiente de correlación y el coeficiente de determinación dentro de parámetros de evaluación.

### **5.3. Exactitud**

Al realizarse el análisis de cloruro de sodio por quintuplicado de muestras analíticas con concentración de 10%, 20%, 30%, 40% y 50%, en este caso, el promedio aritmético del porcentaje de recobró, no cumple con el criterio de aceptación, por tanto es un método no exacto, puesto que presenta una desviación de 2,06%, esta desviación es propiciada principalmente por la humedad que contiene la muestra, la cual oscila entre 3,5% a 4,5%.dependiendo el caso y para descartar esta influencia se realizó un

segundo análisis de exactitud en el cual, antes de cuantificar el cloruro de sodio, se sometió las muestras a un procedimiento de secado en horno, para este segundo análisis se obtuvo como resultado, que los factores de desempeño están dentro de parámetros, lo cual confirma que la humedad de la muestra es un factor que influye negativamente en los resultados de la cuantificación de cloruro de sodio, por tanto se debe tomar este procedimiento previo de secado de muestras, como parte del procedimiento de cuantificación de cloruro de sodio para validar este método.

#### **5.4. Precisión**

- **Repetitividad:** el resultado de evaluar el coeficiente de variación de una corrida con 10 muestras, con una misma concentración de cloruro de sodio al 10% es satisfactorio, puesto que el método presenta una variación de 0,1759% por lo que, sí se cumple con este parámetro de desempeño.
- **Reproducibilidad:** el resultado de evaluar el coeficiente de variación para un diseño factorial de  $3 \times 2 \times 2$ , deja una reproducibilidad aceptable, puesto que todos los coeficientes de variación para cada variable, están dentro del criterio de aceptación. Entre las balanzas se evidencia que la 2 presenta un coeficiente de variación mayor a la 1, debido a que la balanza 1 tiene cuatro decimales de precisión mientras que la 2 tiene dos decimales de precisión, en el caso de la comparación entre electrodos, igualmente se evidencia que el 2 da como resultado un coeficiente de variación mayor al 1, debido a que presenta un error por el desgaste que ha sufrido por su uso.

- Perfil de precisión: el resultado del perfil de precisión indica que el método cumple con el criterio de aceptación, puesto que para las diferentes concentraciones se mantiene con un coeficiente de variación menor al 2%

#### **5.5. Límite de detección (LD)**

El límite inferior de detección para este equipo es de 0,002862%.

#### **5.6. Límite de cuantificación (LC)**

El límite inferior de cuantificación para este equipo es de 0,0086% y el límite superior de cuantificación está limitado por la cantidad de titulante ( $\text{AgNO}_3$ ), debido a que el equipo Mettler Toledo DL 50 puede adicionar como máximo una cantidad de 10 mL. Consecuentemente, el límite superior de cuantificación de cloruro de sodio es del 100%, para una muestra del 0,059 g.

#### **5.7. Robustez**

El resultado del coeficiente de variación para los diferentes gramajes de muestra y volumen de diluyente adicionados cumple con el criterio de evaluación, por tanto se determina que se tiene un método robusto.



## CONCLUSIONES

1. El método de valoración potenciométrica para la cuantificación de cloruro de sodio de un sazón industrial, utilizado en la fábrica de Productos Alimenticios René, es validado después de complementar el procedimiento original con un secado de muestras para eliminar la influencia de la humedad en los resultados.
2. El método propuesto es específico para el sazón evaluado en este proyecto, debido a que en la respuesta no se determina ninguna interferencia proveniente del placebo y el diluyente.
3. El método evaluado es lineal, preciso, robusto y exacto, debido a que da resultados directamente proporcionales a la cantidad agregada de cloruro de sodio; es consistente en los resultados obtenidos por tres diferentes analistas, 2 tipos de balanzas y 2 electrodos, al adicionar muestras en un rango de 0,02 a 0,04g y diluyente en un rango de 10 a 30 mL, los resultados cumplen con los parámetros de desempeño.
4. Cualquier resultado menor al límite de detección, el cual es de 0,002862% no es identificado, debido a que se encuentra fuera del alcance de detección del método.
5. Cualquier resultado dentro del rango del límite de cuantificación el cual es de 0,0086% a 100% es confiable. debido a que se tiene un porcentaje de recuperación del analito mayor a 98%.



## **RECOMENDACIONES**

- 1. Para mejorar la exactitud del método, implementar el secado de muestras como parte del procedimiento de cuantificación de cloruro de sodio, para eliminar la humedad contenida en la misma, manteniendo las condiciones utilizadas en el método evaluado en este proyecto..**
- 2. Para mejorar la confiabilidad de los resultados, utilizar la balanza analítica de cuatro dígitos de precisión, capaz de medir  $\pm 0.1$  mg**
- 3. El método evaluado en el presente trabajo es específico para el equipo Mettler Toledo DL 50, utilizado en la fábrica de Productos Alimenticios René, en caso se adquiriera otro equipo similar, debe de someterse a un nuevo proceso de validación.**



## BIBLIOGRAFÍA

1. AYRES, Gilbert. *Análisis químico cuantitativo*. 2ª ed. España: El Castillo, 1970. 375 p.
2. COGUANOR. *Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración*. Guatemala: 2001. 45 p.
3. DICKERSON, Richard. *Principios de química*. 3ª ed. España: Reverte, 1992. 408 p.
4. HERNÁNDEZ, Lucas; GONZÁLEZ, Claudio. *Introducción al análisis instrumental*. España: Ariel, 2002. 452 p.
5. KENNEDY, John; NEVILLY, Adam. *Estadística para ciencias e Ingeniería*. 2ª ed. México: Harper & Row Latinoamérica, 1982. 468 p.
6. MILLER, J.C; MILLER, J.N. *Estadística para química analítica*. España: Addison Wesley Iberoamerican, 1993. 338 p.
7. *Revisión experimental del intervalo de pH para la determinación de cloruros por el método de Mohr*. Revista boliviana de química. no. 1. Colombia, 2006. 13 p.
8. RIAÑO C, Néstor. *Fundamentos de química analítica básica*. Colombia: Universidad de Caldas, 326 p.

9. RUBINSON, Kennerth; RUBINSON, Judith. *Análisis instrumental*. España: Pearson Educación, 2001. 235 p.
10. SKOOG, Douglas; WEST, Donald. *Introducción a la química analítica*. 2ª ed España: Reverté, 1986. 496 p.
11. \_\_\_\_\_. *Fundamentos de química analítica*. 4ª ed España: Reverté, 1997. 437 p
12. *Titulaciones de precipitación a escala normal y a micro escala*. Revista boliviana de química. No.1 Colombia: 2007. 35 p.
13. *The United States Pharmacopeia*. The Nacional Formulary. 15ª ed United States Pharmacopeia Convention. 2007. 297 p.
14. WILLIS, Christopher. *Resolución de problemas de química*. España: Reverte, 1995. 253 p.

## **APÉNDICES**

### **Apéndice 1. Procedimiento para la preparación de la solución de nitrato de plata**

- 1. Agregar 500 mL de agua desmineralizada a un balón de 1 L**
- 2. Agregar un tritrisol de nitrato de plata 0.1M al balón aforado**
- 3. Aforar el balón con agua desmineralizada**
- 4. Agitar.**

**Fuente: elaboración propia.**

**Apéndice 2. Procedimiento para la determinación de cloruro de sodio en titulador potenciométrico Mettler Toledo DL50**

1. Pesar entre 0.02 y 0.05 g de la muestra a analizar.
2. Registrar el peso en el equipo.
3. Colocar la muestra en el titulador (Mettler Toledo DL 50)
4. Agregar 20 mL de agua a la muestra.
5. Iniciar la titulación con nitrato de plata.
6. Registrar el resultado ofrecido por el equipo Mettler Toledo DL50
7. Retirar la muestra
8. Lavar el electrodo con agua desmineralizada
9. Colocar el electrodo en agua desmineralizada.

Fuente: elaboración propia.

### **Apéndice 3. Procedimiento para secado de muestras**

1. Pesar entre 1 a 4 g de muestra en crisol.
2. Poner muestra en horno a 80 °C durante 4 horas.
3. Poner muestra en desecador durante 1 hora.

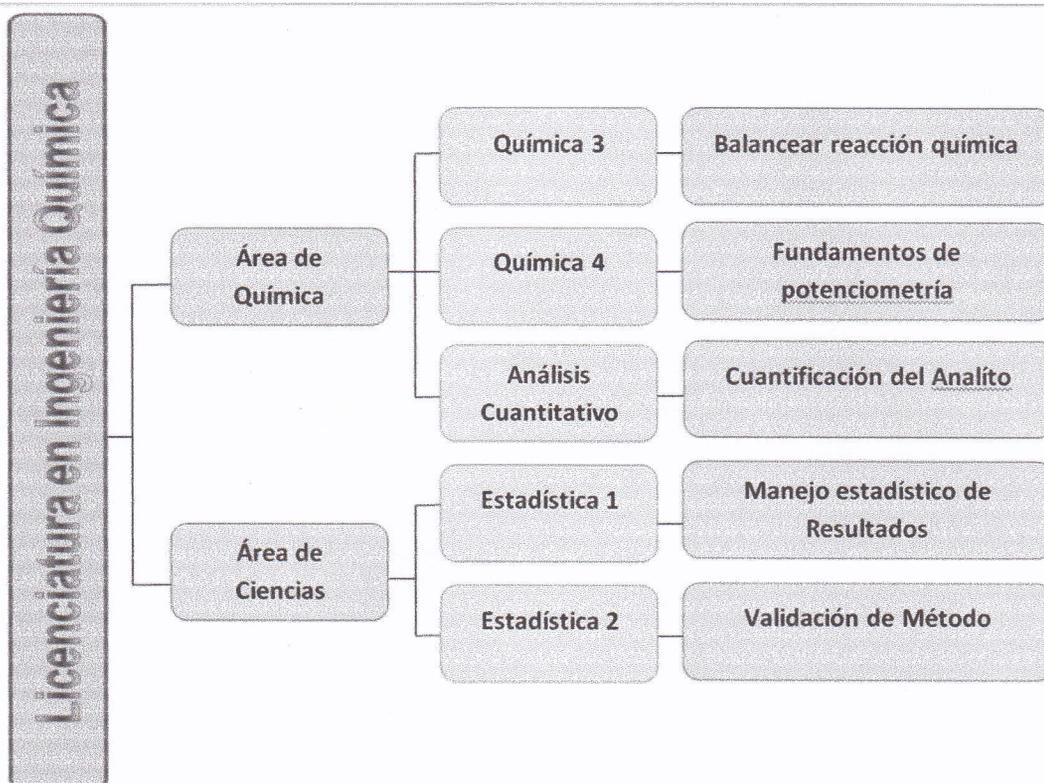
Fuente: elaboración propia.

### **Apéndice 4. Trazabilidad del titulador potenciométrico Mettler Toledo DL50**

1. Cada 25 ensayos para la determinación de cloruro de sodio debe de realizarse una corrida de blanco al 100% de concentración y no debe de presentar una variación mayor al 2%
2. La muestra de blanco de sal debe de estar dentro del horno durante 2 horas a 80 °C, posteriormente, debe de estar 1 hora en un desecador previo al análisis de cloruro de sodio.

Fuente: elaboración propia.

## Apéndice 5. Requisitos académicos



Fuente: elaboración propia.

**Apéndice 6. Resultados de la prueba de especificidad analito 100%**

g NaCl	mL AgNO <sub>3</sub>	% sal obtenido	mg NaCl / g Muestra	% recuperación
0,0357	5,950	99,899967	998,99967	99,9000
0,0351	5,652	99,899964	998,99964	99,9000
0,0349	6,153	99,899969	998,99969	99,9000
0,0357	5,851	100,021997	1000,21997	100,0220
0,0355	6,058	99,899968	998,99968	99,9000
0,0389	6,7520	99,789973	997,89973	99,7900
0,0392	6,7320	99,789974	997,89974	99,7900
0,0298	5,9590	100,108955	1001,08955	100,1090
0,0347	5,8990	99,911966	999,11966	99,9120
0,045	7,7540	99,885980	998,85980	99,8860

Fuente: elaboración propia.

**Apéndice 7. Resultados de la prueba especificidad placebo 100%**

g placebo	mL AgNO <sub>3</sub>	% sal obtenido	mg NaCl / g Muestra	% recuperación
0,0345	0,000	0,0000	0,00000	0,0000
0,0359	0,000	0,0000	0,00000	0,0000
0,0299	0,000	0,0000	0,00000	0,0000
0,0357	0,000	0,0000	0,00000	0,0000
0,0389	0,000	0,0000	0,00000	0,0000
0,0389	0,000	0,0000	0,00000	0,0000
0,0454	0,000	0,0000	0,00000	0,0000
0,0298	0,000	0,0000	0,00000	0,0000
0,0392	0,000	0,0000	0,00000	0,0000
0,045	0,000	0,0000	0,00000	0,0000

Fuente: elaboración propia.

**Apéndice 8. Resultados de la prueba de linealidad, exactitud y perfil de precisión**

% NaCl	No	Hora	TempAmb. (C)	mL Agua	g muestra	AgNO3 (mL)	Respuesta % NaCl	%
10,00	1	8:00	20,0	20	0,056	0,851	9,54990	95,50
	2	8:11	19,8	20	0,0521	0,854	9,54980	95,50
	3	8:20	20,1	20	0,0541	0,884	9,54990	95,50
	4	8:32	22,5	20	0,0531	0,957	9,54990	95,50
	5	8:43	21,9	20	0,0569	1,101	9,55000	95,50
20,00	6	8:55	22,2	20	0,0513	1,712	19,0999	95,50
	7	9:06	21,1	20	0,0529	1,823	19,0819	95,41
	8	9:17	21,3	20	0,0517	1,759	18,9999	95,00
	9	9:29	20,9	20	0,0569	1,975	18,9999	95,00
	10	9:39	20,2	20	0,0594	2,014	18,9799	94,90
30,00	11	9:58	19,3	20	0,0556	2,723	29,2000	97,33
	12	10:10	20,9	20	0,0591	2,859	28,9615	96,54
	13	10:21	21,8	20	0,0527	2,556	28,8700	96,23
	14	10:29	20,6	20	0,0572	2,753	29,0000	96,67
	15	10:38	20,2	20	0,0583	2,864	28,9400	96,47
40,00	16	10:50	21,1	20	0,0601	3,956	38,6400	96,60
	17	11:01	21,3	20	0,0591	3,915	38,6680	96,67
	18	11:12	20,9	20	0,0499	3,259	38,6480	96,62
	19	11:24	20,2	20	0,0572	3,751	38,6120	96,53
	20	11:35	19,8	20	0,0507	3,372	38,5280	96,32
50,00	21	11:51	19,1	20	0,0572	4,650	47,9500	95,90
	22	12:03	19,6	20	0,0583	4,751	47,9200	95,84
	23	12:14	20,3	20	0,0517	4,438	47,9200	95,84
	24	12:25	20,7	20	0,0541	4,471	47,9150	95,83
	25	12:34	21,4	20	0,0513	4,154	47,9050	95,81

Fuente: elaboración propia.

**Apéndice 9. Resultados de la prueba exactitud con procedimiento de secado de muestras**

% NaCl	No	Hora	Temp Amb. (C)	mL Agua	g muestra	AgNO3 (mL)	Respuesta % NaCl	% Recobro
10,00	1	10:31	22,1	20	0,0310	0,50	9,9890	99,89
	2	10:43	22,4	20	0,0330	0,50	9,9612	99,61
	3	10:54	22,9	20	0,0397	0,65	9,9644	99,64
	4	11:07	23,3	20	0,0462	0,75	9,9586	99,59
	5	11:17	23,9	20	0,0352	0,55	9,9787	99,79
20,00	6	11:32	24,3	20	0,0332	1,10	19,9178	99,59
	7	11:41	24,6	20	0,0391	1,30	19,9779	99,89
	8	11:53	24,1	20	0,0401	1,35	19,9619	99,81
	9	12:04	23,8	20	0,0350	1,15	19,9578	99,79
	10	12:17	23,1	20	0,0374	1,25	19,9539	99,77
30,00	11	12:27	22,7	20	0,0431	2,15	29,9309	99,77
	12	12:42	22,2	20	0,0418	2,10	29,9609	99,87
	13	12:51	21,9	20	0,0337	1,70	29,9669	99,89
	14	13:03	22,7	20	0,0368	1,85	29,9369	99,79
	15	13:14	23,0	20	0,0307	1,55	29,9549	99,85
40,00	16	13:28	22,1	20	0,0337	2,25	39,9399	99,85
	17	13:40	21,3	20	0,0307	2,05	39,9959	99,99
	18	13:51	20,9	20	0,0339	2,30	39,9559	99,89
	19	14:04	20,2	20	0,0355	2,40	39,8839	99,71
	20	14:14	19,9	20	0,0361	2,45	39,9279	99,82
50,00	21	14:29	19,0	20	0,0355	3,00	49,9099	99,82
	22	14:38	19,6	20	0,0339	2,85	49,9499	99,90
	23	14:50	20,3	20	0,0401	3,40	49,9949	99,99
	24	15:01	20,9	20	0,0447	3,80	49,9750	99,95
	25	15:14	21,8	20	0,0412	3,50	49,9250	99,85

Fuente: elaboración propia.

**Apéndice 10. Resultados de la prueba de repetitibilidad**

No	Hora	TempAmb. (C)	mL Agua	g muestra	AgNO3 (mL)	Respuesta % NaCl	% Recobro
1	8:00	20,1	20	0,044	2,150	29,349929	97,83
2	8:13	22,5	20	0,0394	1,950	29,149911	97,17
3	8:25	21,9	20	0,041	2,0000	29,249918	97,50
4	8:31	22,3	20	0,0451	2,2000	29,234932	97,45
5	8:44	22,8	20	0,0429	2,1000	29,222925	97,41
6	8:56	22,5	20	0,0398	1,950	29,222913	97,41
7	9:09	22,1	20	0,0405	2,000	29,219916	97,40
8	9:20	20,9	20	0,0412	10,0000	29,219998	97,40
9	9:31	20,3	20	0,0437	2,1500	29,276928	97,59
10	9:43	20,7	20	0,0406	2,0000	29,267916	97,56

Fuente: elaboración propia.

**Apéndice 11. Resultados de la prueba de reproducibilidad analista 1**

No	Variable	% NaCl	Hora	TempAmb. °C	H2O (mL)	muestra (g)	AgNO3 (mL)	Respuesta % NaCl	% Recobro
1	Balanza 1	10	7:00	21,1	20	0,0409	0,650	9,7557490	97,5575
2			7:15	21,5	20	0,0401	0,650	9,7357490	97,3575
3			7:27	21,9	20	0,0412	0,650	9,7757570	97,7576
4		20	7:38	22,3	20	0,0406	1,300	19,511875	97,5594
5			7:50	22,5	20	0,0413	1,300	19,501875	97,5094
6			8:02	22,1	20	0,0412	1,350	19,519878	97,5994
7		30	8:13	20,8	20	0,0415	2,000	29,376916	97,9231
8			8:20	20,4	20	0,0403	2,000	29,364916	97,8831
9			8:33	19,7	20	0,0412	2,050	29,355919	97,8531
10	Balanza 2	10	8:34	19,1	20	0,04	0,650	9,4557420	94,5574
11			8:46	19,4	20	0,04	0,650	9,5557390	95,5574
12			8:57	19,9	20	0,04	0,650	9,6057380	96,0574
13		20	9:10	20,2	20	0,04	1,300	19,011869	95,0593
14			9:20	20,7	20	0,04	1,300	19,191870	95,9594
15			9:35	21,1	20	0,04	1,300	19,131870	95,6593
16		30	9:44	21,5	20	0,04	1,950	28,797913	95,9930
17			9:56	21,8	20	0,04	1,950	28,647913	95,4930
18			10:07	22,0	20	0,04	1,950	29,027913	96,7597
19	Electrodo 1	10	10:25	20,2	20	0,0379	0,600	9,7117110	97,1171
20			10:37	20,5	20	0,0399	0,650	9,7417400	97,4174
21			10:48	21,0	20	0,0411	0,650	9,7317550	97,3175
22		20	11:01	21,7	20	0,0406	1,250	19,503856	97,5193
23			11:11	22,0	20	0,0404	1,300	19,483870	97,4194
24			11:26	21,5	20	0,0413	1,350	19,423877	97,1194
25		30	11:35	21,2	20	0,0398	1,950	29,195913	97,3197
26			11:47	20,5	20	0,0411	2,000	29,165918	97,2197
27			11:58	20,1	20	0,0418	2,050	29,295521	97,6517
28	Electrodo 2	10	12:11	20,5	20	0,0379	0,600	9,6687100	96,6871
29			12:21	20,8	20	0,0398	0,650	9,6587360	96,5874
30			12:36	21,3	20	0,0418	0,650	9,6487610	96,4876
31		20	12:45	22,0	20	0,0416	1,350	19,297879	96,4894
32			12:57	22,3	20	0,0421	1,350	19,217882	96,0894
33			13:08	21,8	20	0,0419	1,350	19,377881	96,8894
34		30	13:21	21,5	20	0,0397	1,950	28,916912	96,3897
35			13:31	20,8	20	0,0406	2,000	28,946916	96,4897
36			13:43	20,4	20	0,0395	1,900	28,901611	96,3387

Fuente: elaboración propia.

**Apéndice 12. Resultados de la prueba de reproducibilidad analista 2**

No	Variable	% NaCl	Hora	TempAmb. (C)	H2O (mL)	muestra (g)	AgNO3 (mL)	Respuesta % NaCl	% Recobro
1	Balanza 1	10	13:30	21,1	20	0,0404	0,650	9,754549	97,5455
2			13:42	21,5	20	0,0401	0,650	9,753659	97,5366
3			13:53	21,9	20	0,0413	0,650	9,767565	97,6757
4		20	14:06	22,9	20	0,0405	1,300	19,509346	97,5467
5			14:16	23,5	20	0,0412	1,350	19,510019	97,5501
6			14:31	22,1	20	0,0413	1,350	19,510018	97,5501
7		30	14:40	21,8	20	0,0416	2,050	29,368165	97,8939
8			14:52	21,4	20	0,0402	2,000	29,364916	97,8831
9			15:03	20,7	20	0,0414	2,050	29,349379	97,8313
10	Balanza 2	10	15:26	21,1	20	0,04	0,650	9,599242	95,9924
11			15:41	21,9	20	0,04	0,650	9,498739	94,9874
12			15:50	22,5	20	0,04	0,650	9,612358	96,1236
13		20	16:02	22,8	20	0,04	1,300	19,009329	95,0466
14			16:13	23,3	20	0,04	1,300	19,201097	96,0055
15			16:26	23,1	20	0,04	1,300	19,099277	95,4964
16		30	16:36	22,6	20	0,04	1,950	28,684513	95,6150
17			16:48	22,3	20	0,04	1,950	28,587113	95,2904
18			16:59	21,8	20	0,04	1,950	29,000313	96,6677
19	Electrodo 1	10	17:20	21,1	20	0,0379	0,650	9,723451	97,2345
20			17:32	21,5	20	0,0399	0,650	9,739800	97,3980
21			17:43	21,9	20	0,0411	0,650	9,727915	97,2791
22		20	17:56	22,3	20	0,0406	1,250	19,500386	97,5019
23			18:06	22,5	20	0,0404	1,300	19,439387	97,1969
24			18:21	22,1	20	0,0413	1,250	19,436877	97,1844
25		30	18:30	20,8	20	0,0398	1,950	29,295913	97,6530
26			18:42	20,4	20	0,0411	2,050	29,165918	97,2197
27			18:53	19,7	20	0,0418	2,050	29,301521	97,6717
28	Electrodo 2	10	19:06	19,1	20	0,0373	0,600	9,634510	96,3451
29			19:16	19,5	20	0,0397	0,650	9,595874	95,9587
30			19:31	20,1	20	0,0417	0,600	9,737609	97,3761
31		20	19:40	20,4	20	0,0415	1,300	19,308793	96,5440
32			19:52	20,9	20	0,0421	1,350	19,197882	95,9894
33			20:03	21,6	20	0,0418	1,350	19,377881	96,8894
34		30	20:16	21,9	20	0,0396	1,950	28,899115	96,3304
35			20:26	21,4	20	0,0405	2,000	28,879155	96,2639
36			20:38	21,1	20	0,0396	1,950	28,899911	96,3330

Fuente: elaboración propia.

**Apéndice 13. Resultados de la prueba de reproducibilidad analista 3**

No	Variable	% NaCl	Hora	TempAmb. (C)	H2O (mL)	muestra (g)	AgNO3 (mL)	Respuesta % NaCl	% Recobro
1	Balanza 1	10	21:00	21,1	20	0,0411	0,650	9,782749	97,8275
2			21:12	21,4	20	0,0402	0,650	9,773475	97,7347
3			21:23	21,9	20	0,0412	0,650	9,790576	97,9058
4		20	21:36	22,3	20	0,0409	1,300	19,587746	97,9387
5			21:46	22,5	20	0,0412	1,350	19,478746	97,3937
6			22:01	22,0	20	0,0417	1,350	19,527878	97,6394
7		30	22:10	21,7	20	0,0409	2,000	29,380019	97,9334
8			22:22	21,4	20	0,0401	2,000	29,315516	97,7184
9			22:33	21,1	20	0,0418	2,050	29,399919	97,9997
10	Balanza 2	10	22:46	19,4	20	0,04	0,650	9,5427420	95,4274
11			22:56	19,2	20	0,04	0,650	9,5657390	95,6574
12			23:11	19,8	20	0,04	0,650	9,5817380	95,8174
13		20	23:20	20,1	20	0,04	1,300	19,009869	95,0493
14			23:32	20,4	20	0,04	1,300	19,200587	96,0029
15			23:43	20,7	20	0,04	1,300	19,216870	96,0843
16		30	23:56	21,0	20	0,04	1,950	28,691311	95,6377
17			00:06	21,3	20	0,04	1,950	28,569479	95,2316
18			00:18	21,7	20	0,04	1,950	29,009913	96,6997
19	Electrodo 1	10	00:31	20,2	20	0,0371	0,600	9,7221100	97,2211
20			00:43	20,5	20	0,0398	0,650	9,7140050	97,1400
21			00:54	21,0	20	0,0421	0,655	9,7547520	97,5475
22		20	01:07	21,7	20	0,0403	1,250	19,510931	97,5547
23			01:17	22,0	20	0,0406	1,300	19,470025	97,3501
24			01:32	21,5	20	0,0418	1,350	19,471258	97,3563
25		30	01:41	21,2	20	0,0401	2,000	29,112825	97,0427
26			01:53	20,5	20	0,0398	1,950	29,181684	97,2723
27			02:04	20,1	20	0,0415	2,050	29,212362	97,3745
28	Electrodo 2	10	02:27	19,6	20	0,0377	0,600	9,6970910	96,9709
29			02:42	19,3	20	0,0391	0,650	9,6649190	96,6492
30			02:51	20,1	20	0,0418	0,655	9,6085780	96,0858
31		20	03:03	20,4	20	0,0419	1,350	19,292786	96,4639
32			03:14	20,9	20	0,0421	1,350	19,263844	96,3192
33			03:27	21,6	20	0,0411	1,350	19,381492	96,9075
34		30	03:37	21,9	20	0,0397	1,950	28,915399	96,3847
35			03:49	21,3	20	0,049	2,000	28,955060	96,5169
36			04:00	20,7	20	0,0398	1,950	28,905945	96,3532

Fuente: elaboración propia.

**Apéndice 14. Resultados de la prueba de robustez**

No	Hora	TempAmb. (C)	% NaCl	g muestra	Respuesta % NaCl	mL Agua	AgNO3 (mL)	% Recobro
1	09:30	21,3	30	0,010	29,0956	20	0,450	96,985
2	09:42	21,6	30	0,010	29,0716	20	0,450	96,905
3	09:53	22,1	30	0,010	29,0566	20	0,450	96,855
4	10:06	22,5	30	0,010	29,0986	20	0,450	96,995
5	10:16	23,1	30	0,010	29,0836	20	0,450	96,945
6	10:31	23,5	30	0,025	29,0848	20	1,200	96,949
7	10:40	23,8	30	0,025	29,0728	20	1,200	96,909
8	10:52	23,3	30	0,025	29,0368	20	1,200	96,789
9	11:03	23,0	30	0,025	29,0488	20	1,200	96,829
10	11:16	22,3	30	0,025	29,0788	20	1,200	96,929
11	11:26	21,9	30	0,040	29,0789	20	1,950	96,930
12	11:41	21,4	30	0,040	29,0669	20	1,950	96,890
13	11:50	21,1	30	0,040	29,0009	20	1,950	96,670
14	12:02	21,9	30	0,040	29,0609	20	1,950	96,870
15	12:13	22,2	30	0,040	29,0309	20	1,950	96,770
16	12:31	22,9	30	0,0251	29,0309	10	1,200	96,770
17	12:43	23,3	30	0,0246	29,0249	10	1,200	96,750
18	12:54	23,9	30	0,0249	29,0249	10	1,200	96,750
19	13:07	24,3	30	0,0257	28,9949	10	1,250	96,650
20	13:17	24,6	30	0,0252	29,0129	10	1,200	96,710
21	13:32	24,1	30	0,0249	29,0128	20	1,200	96,709
22	13:41	23,8	30	0,0248	29,0968	20	1,200	96,989
23	13:53	23,1	30	0,0240	29,0668	20	1,150	96,889
24	14:04	22,7	30	0,0255	29,0428	20	1,250	96,809
25	14:17	22,2	30	0,0257	29,0068	20	1,250	96,689
26	14:27	21,9	30	0,0241	29,0065	30	1,150	96,688
27	14:42	22,7	30	0,0247	28,9825	30	1,200	96,608
28	14:51	23,0	30	0,0239	29,0665	30	1,150	96,888
29	15:03	23,5	30	0,0261	29,0425	30	1,250	96,808
30	15:14	24,2	30	0,0252	29,0425	30	1,200	96,808

Fuente: elaboración propia.

# ANEXO

## Anexo 1. Certificado de calibración y mantenimiento del titular Mettler Toledo DL 50

**METTLER-TOLEDO**

**Mettler-Toledo, S.A. de C.V.**  
Servicio  
 Dirección: Estero Micozoni # 340, Col. Chiquitapán, México, D.F. C.P. : 06700  
 Teléfono: +52 55 1946 0900, 01800-4612345  
 Fax: +52 55 9547 0098  
 e-mail: servicio-metler@mettler.com  
 www.mt.com

**Orden de Servicio No.: OS-MAT-ANA-10-383**  
**FABRICA DE PRODUCTOS ALIMENTICIOS RENÉ**  
R.F.C. Domicilio de Servicio

**ANALITICA**  
Dirección: CALZ. SAN JUAN 34-01 ZONA 7, COL. GUATEMALA

**ANALITICA**  
Dirección: CALZ. SAN JUAN 34-01 ZONA 7, COL. GUATEMALA

**ANALITICA**  
Ciudad: GUATEMALA

**ANALITICA**  
Teléfono: 502 24395302

**Información de realización del Servicio**

Contacto del Cliente: ANAVASQUEZ Teléfono: 800 2-5340418 E-mail: ana.vasquez@mtl.pobolico.com Orden de compra: 65996

Origen: LLAMADA Identificación: 100801-06 Fecha Programada: 07/05/2010 Desc. de servicio:

Referencias: \$1,039.40 Mano de obra: \$2,092.00 Tiempo aprox.: \_\_\_\_\_ Costo de viaje: \$600.00 Otros Costos: \_\_\_\_\_ Sub Total: \_\_\_\_\_ IVA: \_\_\_\_\_

Realizó: Jorge A. Sals Recibió: Ana Gabriela Yigora Total: \_\_\_\_\_

Fecha: 20/04/10 Puesto: Calibrada Firma de autorización del servicio: \_\_\_\_\_

Firma del Técnico: \_\_\_\_\_

**Reflexiones Utilizadas**

Cantidad	No. de Parte	Cantidad	No. de Parte
/		/	

**Reflexiones Utilizadas**

*Mantenimiento preventivo y ajuste electrónico a balanza de laboratorio METTLER DL50 a los 6 meses desde la compra, quedando todo en perfecto estado.*

*Mantenimiento preventivo y ajuste electrónico a balanza de laboratorio METTLER DL50 a los 6 meses desde la compra, quedando todo en perfecto estado.*

No. de Serie	Marca	Modelo	Descripción	Frac. de servicio	Código de servicio	Alcance máximo (mg)	División mínima (g)	División de Verificación (g)	Clase de exactitud	Preco	Status
512303781	METTLER TOLEDO	SUP-PL30	Titular	6	PA04	0	0	0	0		
512303782	Mettler Toledo	T30	Titular	6	PA04	0	0	0	0		
512148254	Mettler Toledo	DL50	Titular	6	PA04	0	0	0	0		

28/02/2010 11:54:06m.  
C:\Service\ServiceOrderCall.rpt

Fuente: Fábrica de Productos René.