

	MANUAL PARA DETERMINACION DE SÓLIDOS INSOLUBLES EN SALES Laboratorio Departamental de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-54
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	12/10/2022
		PÁGINA	1 de 4

1. OBJETIVO

Documentar los lineamientos para determinar el contenido de sólidos insolubles en sales, bajo la metodología relacionada en el manual de técnicas en el control de calidad de la sal para consumo humano del INVIMA.

2. ALCANCE

Este procedimiento es desarrollado por el Laboratorio Físicoquímico de Alimentos del Laboratorio Departamental de Salud Pública de Santander y es aplicable a la matriz de sales.

3. RESPONSABILIDAD

Será responsabilidad del profesional del Laboratorio Físicoquímico de Alimentos aplicar lo anterior con calidad y oportunidad, así como garantizar los resultados que se generen del mismo.

4. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS

Sal para consumo humano: Es el producto final refinado constituido predominantemente por cloruro de sodio, que se obtiene a partir de la sal marina o sal gema.

Sólidos insolubles: Son aquellos sólidos que se consideran no solubles, es decir, que no tienen la capacidad de diluirse o disolverse en un medio determinado.

5. CONDICIONES GENERALES

Antes de comenzar a trabajar con las muestras, asegúrese de la limpieza de su lugar de trabajo y de que lo mencionado en materiales, insumos y reactivos esté disponible.

Revisar el Manual del Sistema de Seguridad y Salud en el Trabajo y las hojas (fichas) de Seguridad correspondientes a los reactivos utilizados.

Utilizar los elementos de protección personal (EPP) adecuados para la realización de la marcha analítica, (bata de laboratorio, zapatos antideslizantes, gafas protectoras y guantes de nitrilo) y registrar en el formato de verificación de uso de elementos de protección: MI-GS-RG-378

El rango de temperatura de operación es de 20 °C– 25°C y humedad relativa máxima de 30 y 70%. Las condiciones ambientales del área donde se realiza la técnica son vigiladas a través del termo higrómetro y son registradas en el formato de condiciones ambientales Formato MI-GS-RG-37

Verificar que el material y equipos a emplear se encuentren en condiciones óptimas de uso.

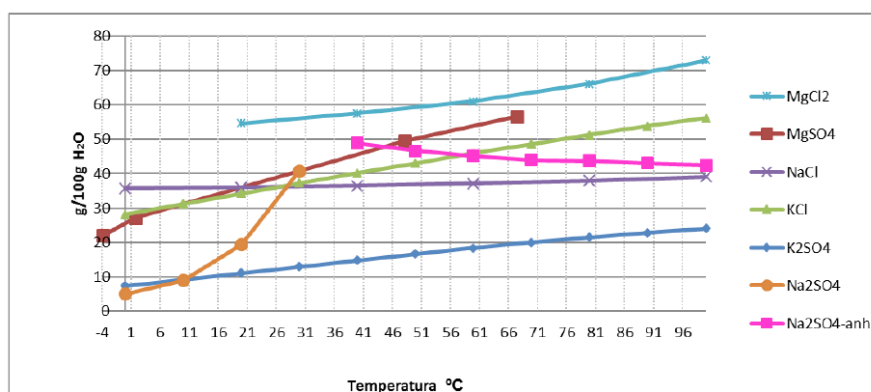
6. FUNDAMENTO DEL MÉTODO DE ENSAYO

La solubilidad es la capacidad de una sustancia de disolverse en otra llamada solvente. Implícitamente se corresponde con la máxima cantidad de soluto que se puede disolver en una cantidad determinada de disolvente, a determinadas condiciones de temperatura e incluso presión.

La solubilidad de un soluto en un determinado disolvente principalmente depende de la temperatura, para muchos sólidos disueltos en el agua líquida, la solubilidad aumenta con la temperatura hasta 100 °C aunque existen casos que presentan un comportamiento inverso. En el agua líquida a altas temperaturas la solubilidad de los solutos iónicos tiende a disminuir debido al cambio de las propiedades y la estructura del agua líquida

	MANUAL PARA DETERMINACION DE SÓLIDOS INSOLUBLES EN SALES Laboratorio Departamental de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-54
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	12/10/2022
		PÁGINA	2 de 4

Muchas sales aumentan la solubilidad con la temperatura, algunos solutos como el cloruro de sodio en agua exhiben una solubilidad bastante independiente de la temperatura (Figura). Unos pocos como el carbonato de litio se vuelven menos solubles en agua a medida que aumenta la temperatura. Esta dependencia de la temperatura se refiere a veces como retrógrada o solubilidad inversa. En ocasiones se observa un patrón más complejo como un sulfato de sodio donde el cristal decahidratado menos soluble pierde agua de cristalización a 32°C para formar una fase anhidra menos soluble



Los sólidos insolubles en una sal se determinan bajo la gravimetría; se toma la muestra de 50 g para disolverla en 500 ml de agua destilada (caliente), se realiza una filtración a través de un crisol gooch y se continúa haciendo un filtrado con agua hasta llegar al punto en que al agregar 1 gota de nitrato de plata 0,1 N no se presente ninguna opalescencia. Una vez ocurrido esto, el crisol gooch se deposita en una estufa de secado por 2 horas. Este residuo de sólidos no disueltos, se reportan como materia insoluble en agua

7. LIMITACIONES O INTERFERENCIAS

No aplica en este procedimiento.

8. RECOLECCIÓN E IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA

Ver los siguientes documentos publicados en la intranet de la Gobernación de Santander.

- Manual de recepción y manejo de muestras (MI-GSM-MA-11)
- Manual de toma y recepción de muestras de alimentos y bebidas alcohólicas laboratorio de salud pública de Santander (MI-GSM-MA-08)

9. CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA

La muestra debe ser almacenada y conservada en las condiciones que el fabricante recomiende en el empaque del alimento. La muestra debe conservarse en su empaque original y debe embalarse en un empaque secundario que proteja la muestra de deterioro y de rupturas o daño de la muestra.

10. RECURSOS

10.1. Materiales

- Barra magnética recubierta con teflón
- Crisol Gooch porosidad media (M)
- Desecador con agente desecante
- Varilla agitadora de vidrio
- Vaso de precipitado de 600 ml
- Gotero

10.2. Equipos

- Agitador magnético
- Balanza analítica
- Purificador de agua destilada tipo I
- Estufa de control de temperatura

	MANUAL PARA DETERMINACION DE SÓLIDOS INSOLUBLES EN SALES Laboratorio Departamental de Salud Publica	CÓDIGO	MI-GS-MA-54
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	12/10/2022
		PÁGINA	3 de 4

11. REACTIVOS, CONTROLES Y MATERIALES DE REFERENCIA

- Agua destilada tipo I
- Solución de nitrato de plata 0,1N

12. DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO

12.1 Acondicionar el equipo y preparar el material

12.2. Análisis de la muestra

- Pesar un crisol Gooch por muestra a procesar, anotar este valor en la hoja de trabajo e introducirlos a la estufa de secado (105°C) para eliminar restos de humedad. Pesar nuevamente y registrar en la hoja de trabajo.
- Medir 500 ml de agua destilada tipo I y colocar en plancha de calentamiento, apagar la plancha una vez alcanzada la temperatura de ebullición.
- Pesar aproximadamente 50 g de muestra y disolver en al agua caliente, con agitación constante, hasta disolución total de la sal; finalmente dejar en reposo mínimo 30 minutos.
- Filtrar la salmuera a través del crisol Gooch (previamente secado), con ayuda de la varilla de vidrio, eliminar el filtrado
- Lavar nuevamente el contenido del crisol, con pequeñas porciones de agua destilada (50 ml) (aproximadamente 5 veces); adicionalmente, al agua de cada filtrado, se debe adicionar dos gotas de nitrato de plata 0,1 N; si presenta opalescencia descartar el residuo y continuar con el siguiente lavado; hasta que el filtrado no presente opalescencia ante la adición del nitrato de plata.
- Secar el crisol gooch con el residuo en estufa a 105 °C por dos horas, transcurrido este tiempo, enfriar en desecador, pesar y registrar el valor en la hoja de trabajo.

13. CONTROL DE CALIDAD ANÁLITICO

- Ejecute la rutina de verificación de los equipos siguiendo el instructivo de manejo y verificación de estos, cada vez que vaya a realizar su uso
- Realice duplicado con el fin de evaluar la repetibilidad del método. La diferencia porcentual relativa (%RPD) entre los duplicados no debe ser mayor al 5%. Si la variación excede al límite, debe repetirse el análisis.
- Utilice siempre material limpio, siguiendo el ítem lavado de material en el Instructivo de limpieza y desinfección del laboratorio MI-GS-RG-526
- Diligenciar el formato de captura de datos del método registrando todas las casillas que se indiquen.
- Se debe participar en Programa Interlaboratorio del instituto Nacional de Medicamentos y Alimentos (INVIMA)
- En caso de que los criterios mencionados no cumplan (la diferencia porcentual relativa, verificación del equipo), se debe parar el análisis y seguir el procedimiento de trabajo no conforme.

14. ANÁLISIS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Para calcular el % de sólidos insolubles se debe aplicar la siguiente fórmula:

$$SI \left(\frac{mg}{L} \right) = \frac{(\text{Peso}_{\text{crisol+residuo}})_{\text{Después de secar}} - (\text{Peso}_{\text{crisol}})_{\text{Seco}}}{\text{Peso}_{\text{muestra en gramos}}} * 1 \times 10^6$$

15. EMISIÓN DEL INFORME DE RESULTADOS

Los resultados serán enviados por correo electrónico al técnico remitente de la muestra y a coordinación de Salud ambiental, con los requisitos mínimos requeridos por la ISO17025

	MANUAL PARA DETERMINACION DE SÓLIDOS INSOLUBLES EN SALES Laboratorio Departamental de Salud Publica	CÓDIGO	MI-GS-MA-54
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	12/10/2022
		PÁGINA	4 de 4

16. EXAMENES COMPLEMENTARIOS

Los resultados serán enviados junto a las demás pruebas realizadas de una misma muestra.

17. DOCUMENTOS DE REFERENCIA

VELAZQUEZ Nardelly. Manual de Técnicas Analíticas Utilizadas en el Control de Calidad de la Sal para Consumo Humano. Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos. Santafé de Bogotá, D.C, Colombia- 1997. 79p.

COLOMBIA. MINISTERIO DE SALUD Y PROTECCION SOCIAL. Decreto 547 de 1996. Por el cual se expide el Reglamento Técnico en cuanto a la expedición del registro sanitario y a las condiciones sanitarias de producción, empaque y comercialización, al control de la sal para consumo humano y se dictan otras disposiciones sobre la materia. Bogotá D.C.: El Ministerio, 1996. 7 p.

18. CRITERIOS DE ACEPTACIÓN

CRITERIO	RANGO DE ACEPTACIÓN	ACCIÓN ANTE INCUMPLIMIENTO DE CRITERIOS
Diferencia Porcentual Relativa	0-5% Aplicada a los duplicados en condiciones de repetitividad	Repetir análisis Levantar TNC

19. ANEXOS

- Hoja de trabajo de sales

20. CONTROL DE CAMBIOS

CONTROL DE CAMBIOS					
VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO	ELABORO	REVISO	APROBO
0	02/09/2022	Emisión inicial del documento	ALEJNDRA GALVIS Profesional universitario Físico Químico Aguas SHIRLEY M CUCAITA Responsable Técnico Físico Químico Aguas, Alimentos y Bebidas Alcohólicas.	ALBA ROCIO ORDUZ A Líder Grupo LSP GERMAN MARIN CARDENAS Director de Salud Integral DIEGO SANCHEZ BAEZ Coordinador Grupo de Apoyo a la Gestión y Calidad. CESAR ERNESTO SAENZ ARANDA Director de Planeación y Mejoramiento en Salud.	JAVIER ALONSO VILLAMIZAR SUAREZ Secretario de Salud de Santander