

 <i>República de Colombia</i> <i>Gobernación de Santander</i>	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CLORUROS EN SALES LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA	CÓDIGO	MI-GS-MA-100
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	22/04/2024
		PÁGINA	1 de 9

República de Colombia



Gobernación de Santander

MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CLORUROS EN SALES

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley Milena Cucaita	-	Débora Villa Villa

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CLORUROS EN SALES LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA	CÓDIGO	MI-GS-MA-100
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	22/04/2024
		PÁGINA	2 de 9

CONTENIDO

1. OBJETIVO.....	3
2. ALCANCE.....	3
3. RESPONSABILIDAD	3
4. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS.....	3
5. CONDICIONES GENERALES.....	3
6. FUNDAMENTO DEL MÉTODO DE ENSAYO	4
7. LIMITACIONES O INTERFERENCIAS.....	4
8. RECOLECCIÓN E IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA	4
9. CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA	5
10. RECURSOS.....	5
10.1. Materiales.....	5
10.2. Equipos	5
11. REACTIVOS, CONTROLES Y MATERIALES DE REFERENCIA	5
12. DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO.....	6
12.1. Valoración del Titulante Nitrato de Plata AgNO ₃ 0.05 N (0.05M)	6
12.2. Acondicionar el equipo y preparar el material	6
12.3. Determinación de cloruros	6
12.4. Criterios de aceptación o rechazo.....	6
12.5. Aseguramiento de la calidad del método	7
13. ANÁLISIS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS	7
14. EMISIÓN DEL INFORME DE RESULTADOS.....	7
15. EXAMENES COMPLEMENTARIOS	8
16. DOCUMENTOS DE REFERENCIA.....	8
17. DOCUMENTOS ASOCIADOS	8
18. CONTROL DE CAMBIOS	9

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley Milena Cucaita	-	Débora Villa Villa

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CLORUROS EN SALES LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA	CÓDIGO	MI-GS-MA-100
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	22/04/2024
		PÁGINA	3 de 9

1. OBJETIVO

Documentar los lineamientos para determinar cuantitativamente el cloruro de sodio en la matriz sal, mediante el método argento-métrico, 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

Blanco: es una solución de comparación preparada según se indica en los ensayos específicos.

Cloruro de sodio: Es uno de los minerales más abundantes de la tierra y un nutriente esencial para muchos animales y plantas. Se encuentra de forma natural en el agua de mar y en formaciones rocosas subterráneas.

Estandarizar: El proceso por el cual se determina la concentración de una solución por valoración titulométrica de un patrón primario se denomina estandarización o simplemente valoración.

pH: es una medida que indica el grado de acidez o la alcalinidad del agua, indica la concentración de iones hidronios $[H_3O^+]$, o la concentración de iones hidroxilo $[OH^-]$.

meq/mL (N) : miliequivalentes por mililitro de solución o Normalidad

mg Cl-/ L: Miligramos de cloruro por Litro

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.

Solución patrón: es la disolución de una sustancia utilizada como referencia al momento de hacer una valoración o estandarización

Solución valorante: sustancia que cuantitativamente reacciona con el analito en una titulación. El reactivo es generalmente una solución estándar añadió cuidadosamente al analito hasta que la reacción se ha completado. La cantidad de analito se calcula a partir del volumen de reactivo necesario para completar la reacción

Solución estándar: es una solución que contiene una concentración conocida de un elemento o sustancia específica, llamada patrón primario.

Titulación: Valoración cuantitativa para determinar la concentración desconocida de un reactivo, a partir de un reactivo de concentración conocida.

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.

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley Milena Cucaita	-	Débora Villa Villa

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CLORUROS EN SALES LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA	CÓDIGO	MI-GS-MA-100
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	22/04/2024
		PÁGINA	4 de 9

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

La técnica analítica no requiere condiciones ambientales controladas, sin embargo, las condiciones ambientales del área donde se realiza la técnica son vigiladas a través del termo higrometro y son registradas en el formato de condiciones ambientales Formato MI-GS-RG-37.

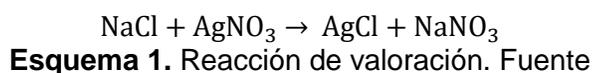
Si se va a trabajar con ácidos concentrados se debe realizar en la cabina extractora de gases y utilizar mascarilla de gases.

Los residuos de las muestras, patrones titulados y soluciones, deben disponerse en un contenedor adecuado rotulado de acuerdo a lo establecido en el laboratorio y manipularse correctamente según lo establecido en los protocolos de bioseguridad del laboratorio.

6. FUNDAMENTO DEL MÉTODO DE ENSAYO

El cloruro de sodio es fundamental para mantener el equilibrio electrolítico de los líquidos corporales de una persona. Si los niveles de electrolitos se vuelven muy bajos o muy altos, una persona se puede deshidratar o sobrehidratar, a su vez cumple una función fundamental en los jugos gástricos.

Para la vigilancia de este parámetro, el Laboratorio de Salud Pública de Santander se basa en el procedimiento registrado por el INVIMA; se realiza la titulación argentométrica. Se trata de un método directo para valorar cloruros mediante la adición de una solución estándar de AgNO₃ 0,1 N y como indicador se emplea una solución soluble de cromatos, el K₂CrO₄ que imparte coloración amarilla a la solución problema. Cuando la precipitación del cloruro termina, el primer exceso de plata reacciona con el cromato para formar un precipitado rojo de cromato de plata:



El titulante añadido cerca del punto de equivalencia provoca excesos locales de plata, por lo cual se ve por momentos un color rojo, pero el punto final correcto es cuando se oscurece por primera vez en forma permanente el color amarillo del cromato. El punto final no es tan pronunciado como se desearía, es necesario añadir un ligero exceso de nitrato de plata para que se forme suficiente cromato de plata y destaque entre el pesado precipitado blanco y la solución amarilla del cromato

Es necesario realizar la titulación de Mohr en soluciones neutras o ligeramente básicas. La presencia de cantidades apreciables de ácido aumenta la solubilidad del cromato de plata, lo que ocasiona un retraso la formación del precipitado rojo. Por otra parte, la solución no debe quedar demasiado básica, pues hay una tendencia del ión plata a precipitar en forma del hidróxido. El rango de pH que resulta apropiado se halla entre 6.5 y 10.5, lo que se puede lograr (si la muestra inicialmente es ácida, en vez de neutra), añadiendo bórax o bicarbonato de sodio, o un exceso de carbonato de calcio sólido, para formar tampones.

La titulación de Mohr debe llevarse a cabo a temperatura ambiente, pues a temperaturas elevadas se hace demasiado grande la solubilidad del cromato de plata.

7. LIMITACIONES O INTERFERENCIAS

No aplica en este procedimiento.

8. RECOLECCIÓN E IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA

Remitirse al documento Manual de procedimientos para remisión, transporte, almacenamiento y conservación de muestras. (MI-GSM-MA-11)

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley Milena Cucaita	-	Débora Villa Villa

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CLORUROS EN SALES LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA	CÓDIGO	MI-GS-MA-100
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	22/04/2024
		PÁGINA	5 de 9

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

- Balón aforado clase A de 100 ml
- Erlenmeyer de 250 ml
- Pipetas aforadas de 1, 5 y 10 ml
- Bureta de 25 ml, de preferencia en vidrio ámbar
- Soporte para bureta
- Vaso de precipitado de 25, 50 y 100 ml
- Embudo
- Desecador con agente desecante.
- Bandeja de aluminio
- Pera o pipeteador.
- Espátula metálica
- Frascos ámbar o de polietileno 500 mL.
- Frasco lavador.
- Vidrios de reloj
- Embudo de vidrio
- Gotero o pipeta pasteur

10.2. Equipos

Antes de operar los equipos verificar que se encuentran en óptimas condiciones siguiendo los instructivos de manejo de equipos y realizando las verificaciones indicadas al respecto como lo indica el instructivo de cada equipo. Diligencie el formato de control diario de uso de equipos

- Balanza analítica de cuatro cifras decimales
- Estufa de secado con control de temperatura
- Pipeteador automático

11. REACTIVOS, CONTROLES Y MATERIALES DE REFERENCIA

11.1. Reactivos:

Los reactivos deben ser de grado analítico y contar con el respectivo certificado de análisis de trazabilidad. Cuando se preparen las soluciones se debe diligenciar los formatos de Preparación de reactivos MI-GS-RG-101, Formato valoración de reactivos MI-GS-RG-107, Formato Verificación de balanza MI-GS-RG-102, Formato de verificación de agua destilada MI-GS-RG-106.

- **Agua destilada tipo I**
- **Solución de nitrato de plata 0,05N.** Pesar 4,2468 g de nitrato de plata y aforar a 500 ml de agua destilada tipo I.
- **Solución indicadora de cromato de potasio al 10%.** Pesar 10 g de cromato de potasio, pasar a un balón aforado de 100 ml, disolver con agua destilada y completar a volumen. Agregue la solución patrón de AgNO₃ hasta que se forme un precipitado rojo claro. Dejar reposar 12 horas, filtrar para remover el precipitado y diluir a un litro con agua tipo I. Almacenar en frasco ámbar.
- **Soluciones de referencia de pH 4,00; 7,00; 10,00** trazable a NIST, disponible comercialmente.

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley Milena Cucaita	-	Débora Villa Villa

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CLORUROS EN SALES LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA	CÓDIGO	MI-GS-MA-100
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	22/04/2024
		PÁGINA	6 de 9

12. DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO

12.1. Valoración del Titulante Nitrato de Plata AgNO₃ 0.05 N (0.05M)

Pesar aproximadamente 1 gramo de NaCl, estándar primario, por 2 horas a 110+/- 5°C, lleve a desecador.

Pesar entre 0.2 g de NaCl, registrar el peso en la hoja de trabajo y disolver en 25 ml de agua destilada tipo I. Añadir de 5 a 8 gotas de solución indicadora de Cromato de potasio 10%, (K₂CrO₄), y valorar con nitrato de plata AgNO₃ 0.05N; hasta que la disolución vira a naranja-rojizo.

Este procedimiento se realiza por duplicado. El volumen gastado de cada una de las valoraciones del titulante AgNO₃ se registra, en el formato de trabajo y se determina la concentración real del nitrato de plata, para las tres valoraciones, el promedio de la concentración será el valor de la concentración del titulante.

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{g_{\text{NaCl}}}{V_{\text{AgNO}_3 \text{ gastado en la titulación}} * \text{ml eq NaCl}}$$

Donde:

$$\text{meq}_{\text{AgNO}_3} = 0.058$$

Nota: Valorar la solución de Nitrato de plata cuando se prepare la solución y después de preparada, de manera trimestral. Cuando esta ya se tenga preparada, no debe ser usada si su valoración ha sido superior a un mes; en este caso, se debe valorar nuevamente para verificar la concentración real de la solución titulante

12.2. Acondicionar el equipo y preparar el material

- Conectar el horno de secado a un tomacorriente, encender la estufa y regular la temperatura a 105 °C+/- 5°C y registrar en formato de uso de equipos MI-GS-RG-364
- Realizar verificación de la balanza de acuerdo a los pesos que se vayan a analizar (pesar 5 g, 10 g, 20 y 50 g), registrar en el formato MI-GS-RG-102, verificación de balanza.
- Identificar el material a usar durante el análisis, por duplicado, con el numero de la muestra o código interno asignado por el laboratorio.

12.3. Determinación de cloruros

- Pesar aproximadamente 5 g de muestra previamente seca a 105+/- 5°C por 2 horas, transferirla a un balón volumétrico de 100 ml, disolver en agua destilada, completar a volumen, agitar hasta la homogenización de la solución.
- Tomar una alícuota de 10 ml y agregarla en un valor aforado de 100 ml, diluir con agua destilada tipo I, aforar y agitar.
- Tomar 5 ml de la dilución anterior y llevar a un Erlenmeyer de 250 ml, agregar 100 ml de agua destilada tipo I y 1 ml del indicador cromato de potasio al 10% y agitar.
- Titular con solución de nitrato de plata 0,05N hasta aparición de un color salmón.
- Preparar un blanco de reactivos: Tomar 100 ml o 50 ml de agua destilada tipo I y 1 ml del indicador cromato de potasio al 10% y agitar y titular con solución de nitrato de plata 0,05N hasta aparición de un color salmón.
- Realizar la titulación por duplicado.

12.4. Criterios de aceptación o rechazo

Realizar muestras por duplicado y tomar como resultado el promedio aritmético de los valores, siempre que los criterios de repetibilidad se hayan cumplido.

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley Milena Cucaita	-	Débora Villa Villa

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CLORUROS EN SALES LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA	CÓDIGO	MI-GS-MA-100
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	22/04/2024
		PÁGINA	7 de 9

CRITERIO	RANGO DE ACEPTACIÓN	ACCIÓN ANTE INCUMPLIMIENTO DE CRITERIOS
Diferencia Porcentual Relativa	CV menor a 5 % Aplicada a los duplicados	Realizar Trabajo no conforme y repetir análisis

Se aceptan máximo dos (2) desviaciones en un lote de 20 muestras analizadas. Si se exceden se debe proceder con plan de acción correctiva

12.5. Aseguramiento de la calidad del método

- Ejecute la rutina de verificación del equipo siguiendo el instructivo de manejo y verificación de la balanza, cada vez que vaya a realizar uso de esta, se debe diligenciar el Formato de verificación de balanza
- 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.

13. ANÁLISIS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

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

$$\% \text{ NaCl (Base seca)} = \frac{(V_1 - V_2) * N * 0.05845 * FD}{P} \times 100$$

Donde:

V_1 = ml de nitrato de plata 0,05N gastados en la titulación de la muestra.

V_2 = ml de nitrato de plata 0,05N gastados en la titulación del blanco.

N = normalidad de la solución de nitrato de plata.

0.0845 = peso miliequivalente del cloruro de sodio, en gramos.

FD = factor de dilución = 200

P = peso de la muestra en gramos.

100 = factor de conversión a porcentaje.

Promediar los valores obtenidos de los duplicados y expresar el resultado de estos con dos cifras decimales.

14. EMISIÓN DEL INFORME DE RESULTADOS

La identificación única del Informe de Análisis es el número de radicado arrojado por la base de datos de muestras y debe figurar en todas las páginas en la parte inferior derecha para asegurar que cada una de ellas sea reconocida como parte del informe.

Cada Informe de Análisis incluye al final del mismo una declaración que indica: “Los resultados son válidos únicamente para la muestra y ensayos analizados. El contenido de este informe no puede ser reproducido parcial ni totalmente sin autorización del laboratorio”

Muestra insuficiente: Cuando la muestra recibida para análisis sea insuficiente se priorizarán los ensayos solicitados por el solicitante, si no se encuentran especificados los ensayos, el líder técnico definirá cuales son prioritarios.

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley Milena Cucaita	-	Débora Villa Villa

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CLORUROS EN SALES LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA	CÓDIGO	MI-GS-MA-100
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	22/04/2024
		PÁGINA	8 de 9

El informe de resultados y el informe de evaluación documental, es elaborado por los analistas que ejecutan los ensayos y son revisados por el Líder Técnico quien a través de las hojas de trabajo y soportes de resultados verifica que lo consignado en el informe de análisis corresponda con las hojas de trabajo y los soportes de resultados, El Líder Técnico realiza las observaciones al analista y este realiza los ajustes correspondientes. Cuando solo haya una persona en el área, esta revisa los informes antes de liberarlos y realiza el registro correspondiente.

Las modificaciones a un informe de análisis se elaboran de tal manera que cumplan los mismos requisitos de los informes. Se sigue el mismo procedimiento de elaboración, revisión y autorización que el establecido para los informes originales.

- En el caso de requerir modificar un informe enviado al cliente, se recupera totalmente y se elabora un nuevo informe teniendo en cuenta las correcciones del caso; el nuevo informe llevará la declaración en mayúscula sostenida, fácilmente visible, "ESTE INFORME SUSTITUYE AL INFORME DE ANÁLISIS CON RADICADO VAC0000-AAAA EMITIDO EN DD/MM/AAA" identificado con el número de radicación de la muestra seguido de un guion y el número 1.

Se almacena una copia de ambos documentos como constancia del cambio realizado.

- Se realiza la investigación de la causa del error en el informe de acuerdo al procedimiento Control de Trabajo de Ensayo No Conforme y se documentan las acciones tomadas al respecto.

15. EXAMENES COMPLEMENTARIOS

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

16. 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.

17. DOCUMENTOS ASOCIADOS

- Formato MI-GS-RG-708: Carta control de temperatura y humedad
- Formato MI-GS-RG-37: Control de Temperatura y Humedad.
- Formato MI-GS-RG-815: Entrega de residuos químicos para disposición final.
- Formato EX-GS-RG-52: Acta de toma de muestra
- Formatos MI-GS-RG-101: Preparación de reactivos.
- Formato MI-GS-RG-107: Formato Valoración de reactivos.
- Formato MI-GS-RG-102: Verificación de agua destilada.
- Formato MI-GS-RG-102: Formato verificación de balanza.
- Formato MI-GS-RG-103: Formato verificación de conductímetro
- Formato MI-GS-RG-104: Formato verificación potenciómetro
- Formato MI-GS-RG-360: Hoja de trabajo de sales
- Formato MI-GS-RG-627: Carta control laboratorio fisicoquímico
- Formato MI-GS-RG-590: Verificaciones técnicas de titulación
- Formato MI-GS-RG-816: Formato informe de resultados de análisis de alimentos y bebidas
- Formato MI-GS-RG-360
- Formato: Formato seguimiento a duplicados

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley Milena Cucaita	-	Débora Villa Villa

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CLORUROS EN SALES LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA	CÓDIGO	MI-GS-MA-100
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	22/04/2024
		PÁGINA	9 de 9

Formato: Hoja de cálculos

18. CONTROL DE CAMBIOS

CONTROL DE CAMBIOS				
VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO	REVISÓ	APROBÓ
0	22/04/2024	Emisión inicial del documento	Alba Rocío Orduz Amézquita Líder Grupo LDSP Zulema Rosalba Villarreal Directora de Salud Integral Director de Planeación y Mejoramiento en Salud	Edwin Antonio Prada Ramírez Secretario de Salud de Santander

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley Milena Cucaita	-	Débora Villa Villa