

	SERVICIO NACIONAL DE APRENDIZAJE SENA Regional Distrito Capital - Centro de Gestión Industrial DETERMINACIÓN DE CLORO RESIDUAL EN AGUAS LABORATORIO AMBIENTAL TOR 102	Versión: 02 Fecha: enero de 2019
-----------------------------------------------------------------------------------	------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-------------------------------------

CÓDIGO ENSAYO	QAI-ACE1-003-DETERMINACIÓN DE CLORO RESIDUAL EN AGUAS
PROGRAMA	
NORMA DE COMPETENCIA	
RESULTADO DE APRENDIZAJE	

1) *Discusión general*

La cloración del agua tiene como beneficio la mejora de su calidad. No obstante, también puede producir efectos adversos tales como intensificación del sabor y el olor característico de fenoles y otros compuestos orgánicos además puede formar compuestos organoclorados potencialmente cancerígenos como cloroformo, cloroaminas, tricloruro de nitrógeno etc. Y que producen efectos adversos en la vida acuática.

El cloro aplicado al agua en forma molecular (Cl_2) o de hipoclorito (ClO^-) inicialmente se hidroliza a la forma de cloro libre, o sea, cloro molecular acuoso, ion hipoclorito y ácido hipocloroso cuyas proporciones relativas dependen del pH y la temperatura.

El cloro libre reacciona fácilmente con el amoníaco y ciertos compuestos nitrogenados para formar monocloroaminas, dicloroaminas, y tricloruro de nitrógeno, que se conocen como cloro combinado.

- ***Ventajas y desventajas.***

El método FAS-DPD es operacionalmente simple para la determinación de cloro libre y permite diferenciar especies de cloro combinado.

El método FAS-DPD no se ve afectado por concentraciones de dióxido de cloro en el rango de 0 a 9mg/L en la determinación de cloro libre.

Requiere gran cuidado en la ejecución debido a las interferencias que se pueden presentar.

2) ***Interferencias y limitaciones***

	Versión 02	Página 1 de 6
--	------------	---------------

El manganeso es probablemente la sustancia que interfiere en forma más significativa entre las encontradas en las aguas. Para corregir esta interferencia se debe colocar 5 mL de la solución reguladora de fosfatos, 0,5 mL de solución de arsénico de sodio (5 g de NaAsO_2 en un Litro de agua dd) o 0,5 mL de solución de tioacetamida de 0,25%(p/v) y 100 mL de la muestra de agua. Homogenice y adicione 5 mL de solución indicadora DPD. Mezcle nuevamente y titule con solución estándar de FAS hasta que quede incolora. El volumen de FAS gastado es proporcional al manganeso presente en la muestra, por tanto, se debe restar este valor al volumen cuantificado en la titulación de cloro libre para lograr la exactitud en su determinación.

Las temperaturas altas producen disminución del color. Las concentraciones de cobre mayores de 10mg/L interfieren, pero ese efecto se contrarresta con el EDTA adicionado a los reactivos.

Las concentraciones de cromatos mayores de 2 mg/L interfieren con la determinación del punto final. Se debe adicionar cristales de cloruro de bario dihidratado para corregir esta interferencia.

Las concentraciones de cloro combinado (monocloroaminas, NCl_3 , etc) mayores de 0,5 mg/L interfieren en la determinación de cloro libre. Esta interferencia se ve fuertemente incrementada por la presencia de ion yoduro.

Los contaminantes orgánicos pueden producir resultados falsos de cloro libre especialmente en métodos colorimétricos.

Muchos agentes oxidantes fuertes (Br_2 , ClO_2 , I_2 , MnO_4^- , H_2O_2 , O_3 , etc) interfieren en la medida de cloro libre, pero sus formas reducidas (Br^- , ClO_2^- , I^- , Mn_2^+ , H_2O , O_2). O los agentes reductores (Fe^{2+} , H_2S , materia orgánica oxidable) no interfieren.

3) Toma de muestra, almacenamiento y preservación

El cloro en soluciones acuosas es inestable y la concentración de cloro en las muestras o soluciones, especialmente en soluciones muy diluidas, disminuye rápidamente si es sometida a agitación o a la luz.

Por eso después de la recolección de la muestra se debe proceder a la determinación de cloro, evitando excesiva luz y agitación. No se debe almacenar muestras para la determinación posterior de cloro.

- Valor de referencia

Para aguas potables, los valores admisibles van desde 0,2 hasta 1.0 mg/L según el decreto 475/98 del ministerio de salud.

- ***Ventajas y desventajas.***

El método FAS-DPD es operativamente simple para la determinación de cloro libre y permite diferenciar especies de cloro combinado.

El método FAS- DPD no se ve afectado por concentraciones de dióxido de cloro en el rango de 0 a 9 mg/L en la determinación de cloro libre.

Requiere de gran cuidado en la ejecución debido a las diferentes interferencias que se pueden presentar.

4) Materiales y equipos

a) Materiales

- Bureta
- Beaker 100mL
- Erlenmeyer 250mL
- Probeta 100mL
- Pipeta aforada y graduada de 1 y 5 mL
- Agitador de vidrio
- Espátula
- Vidrio reloj.
- Balón aforado de 50 mL, 100 mL y 250 mL
- Soporte universal
- Pinzas para bureta.

b) Equipos e instrumentos

- Balanza analítica con precisión de 0,0001 g
- Balanza de platillo externo

5) Reactivos y soluciones

- Agua destilada y desionizada dd
- **Solución reguladora de fosfatos.** Disuelva 400mL de agua dd 24g de fosfato ácido de sodio anhidro y 46g de fosfato de ácido de potasio anhidro. Adicione 0,800g de sal disódica del ácido etilendiamino tetraacético dihidratado (EDTA) disueltos en 100mL de agua dd. Complete a volumen con agua dd en un matraz aforado de u litro y

adicione 0,020g de cloruro de mercurio para inhibir el crecimiento de moho

- **Solución indicadora de N,N-dietil-p-fenilendiamina (DPD):** disuelva 0,200g de EDTA disódico en aproximadamente 100mL de agua dd libre de cloro. Adicione 8mL de solución de ácido sulfúrico 1 a 3; adicione y disuelva 1 g de oxalato de DPD o 1,5 g de sulfato de DPD pentahidratado o 1,1 g de sulfato de DPD anhidro y complete a volumen con agua dd libre de cloro en un matraz aforado de un litro. (OJO. Almacene en la oscuridad en un recipiente ámbar, descártela cuando presente color. La solución debe ser controlada periódicamente con un blanco, midiendo la absorbancia a 515nm y si excede las 0,002Abs/cm debe ser descartada)
- **Solución estándar de sulfato ferroso (FAS).** agregue 500mL de agua dd recientemente hervida y fría, un mL de solución de ácido sulfúrico 1a 3. Adicione 1,106g de sulfato ferroso amoniacal (FAS) mezcle y disuelva.
- Cristales de yoduro de potasio.
- **Solución indicadora de difenilaminasulfato de bario.** Disuelva 0,1g ($C_6H_5NHC_5H_4-4.SO_3$)Ba en 100mL de agua
- Cristales de cloruro de bario.

Para Recordar: Hacer el diagrama de flujo para la preparación de cada solución y consultar las fichas de seguridad para cada reactivo.

6) Procedimiento

Nota: Para el procedimiento debe realizar diagrama de flujo

- a) En un Erlenmeyer de 250mL coloque y mezcle 5 mL de solución reguladora de fosfatos, 5mL de solución reguladora de DPD y 100mL de muestra de agua, medida en probeta.
- b) Si no hay aparición de color, el cloro residual es igual a cero, en contrario continúe con el siguiente paso.
- c) Empleando una bureta, titule con la solución estándar de sulfato ferroso amónico (FAS), la muestra rosada, gota a gota, agitando suave y constantemente el Erlenmeyer hasta que desaparezca el color completamente. Anote el volumen gastado de FAS.
- d) Adicione sobre la solución remanente de la titulación anterior (aún en el caso de que el cloro residual libre haya sido igual a cero cristales de yoduro potásico aproximadamente 1g)
- e) Mezcle hasta la disolución completa y observe después de dos minutos de reposo. Si no hay coloración alguna el cloro residual combinado es igual a cero, si aparece color continúe con el siguiente paso

- f) Titule la muestra rosada con FAS, gota a gota, hasta completa desaparición del color y anote el volumen de FAS gastado

Recomendaciones: Repita el análisis sobre una dilución de la muestra con agua destilada en cada caso de sobrepasar los 5 mL en la primera valoración.

7) Cálculos

Aplique la siguiente ecuación. Para el cálculo de cloro residual libre (CRL) y cloro residual combinado (CRC)

$$(\text{CRL}) \text{ y/o } (\text{CRC}) \text{ mg Cl}_2/\text{L} = \frac{A \times B \times 1000}{M}$$

Dónde:

CRL= cloro residual libre

CRC= cloro residual combinado

CRT= cloro residual total

A= volumen de FAS gastado en la titulación

B= título de FAS (0,1mg Cl₂/mL)

1000 = factor de conversión

M = volumen de muestra titulada.

8) BIBLIOGRAFIA

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Titration Method 2320 B. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 21st ed., New York, 2005

Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales. Programa de fisicoquímica Ambiental. PSO Determinación de Alcalinidad por Potenciómetro. Versión 01. Bogotá, 2005

CONTROL DE DOCUMENTO

	Nombre	Cargo	Dependencia	Fecha
Elaboración				
Revisión				
Aprobación				

CONTROL DE CAMBIOS

Versión No.	Fecha de aprobación	Descripción del cambio	Solicitó