	GUIA DE ANALISIS FISICOQUIMICO DE AGUA ENVASADA. DETERMINACION DE CLORUROS	CÓDIGO	MI-GS-GI-57
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	27/09/2018
		PAGINA	1 de 7

1. OBJETIVO

Dar los lineamientos para la aplicación de la metodología en la determinación de cloruros en agua envasada según la resolución 12186 de 1991.

2. ALCANCE

Este método es aplicable a la determinación de cloruros en aguas para consumo humano, agua envasada y se extiende también para muestras de aguas tratadas y naturales.

3. RESPONSABILIDAD

Será responsabilidad de:

- Jefe de División de Referencia en Salud: velar por que este procedimiento se cumpla por parte del personal del Laboratorio de Ambiental.
- Profesional del Laboratorio Ambiental del Laboratorio Departamental de Salud Pública: aplicar correctamente este procedimiento.

4. TERMINOLOGÍA

No aplica.

5. CONDICIONES GENERALES

No aplica.


6. FUNDAMENTO DEL METODO DE ENSAYO.

6.1 MÉTODO

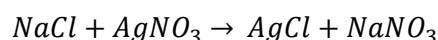
El cloruro, en su forma de ión, (Cl⁻), es uno de los principales aniones inorgánicos tanto en el agua natural como residual. El sabor salado del agua potable, producido por el cloruro, es variable y depende netamente de la composición química de la misma. A manera de ejemplo, algunas aguas que contienen 250 mg Cl⁻/L presentan un sabor salado detectable si el catión es el calcio. En cambio, otras pueden contener 1000 mg Cl⁻/L y no son saladas puesto que los cationes que predominan en éstas aguas son calcio y magnesio, respectivamente.

Por otro lado, el cloruro se encuentra presente en mayores cantidades en las aguas residuales que en las naturales, debido a que el cloruro de sodio, (NaCl) es común en la dieta y pasa inalterado a través del aparato digestivo. En la zona de la costa, el cloruro puede estar presente en concentraciones altas por el paso de agua de mar a los sistemas de alcantarillado, y puede aumentar aún más debido a los procesos industriales.

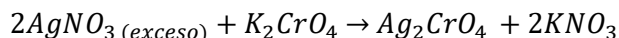
Grandes cantidades de cloruros pueden dañar las conducciones y estructuras metálicas, como también perjudicar el crecimiento vegetal.

	GUIA DE ANALISIS FISICOQUIMICO DE AGUA ENVASADA. DETERMINACION DE CLORUROS	CÓDIGO	MI-GS-GI-57
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	27/09/2018
		PAGINA	2 de 7

El método argentométrico es recomendable para la determinación de cloruros en aguas potables o superficiales, siempre que no tengan excesivo color o turbidez. Se basa en el método de Mohr. Sobre una muestra ligeramente alcalina, con pH entre 7,0 y 10,0, se añade una disolución de nitrato de plata (AgNO_3) como valorante, y disolución de cromato de potasio (K_2CrO_4) como indicadora. Los cloruros (Cl^-) precipitan con el ión Ag^+ formando un compuesto muy insoluble de color blanco. Cuando todo el producto ha precipitado, se forma el cromato de plata (Ag_2CrO_4), de color rojo ladrillo, el cual es menos insoluble que el anterior e indica el fin de la valoración [5].



Esquema 1. Reacción de valoración. Fuente: http://www.ambientum.com/enciclopedia_medioambiental/aguas/Determinacion_de_cloruro.asp



Esquema 2. Reacción indicadora. Fuente: http://www.ambientum.com/enciclopedia_medioambiental/aguas/Determinacion_de_cloruro.asp

7. LIMITACIONES O INTERFERENCIAS.

Los iones sulfuro, tiosulfato y sulfito interfieren, aunque se puede eliminar con un tratamiento de peróxido de hidrógeno. El ortofosfato por encima de 25 mg/L interfiere positivamente precipitando como fosfato de plata. El hierro por encima de 10 mg/L interfiere enmascarando el punto final.

8. RECOLECCION E IDENTIFICACION DE LA MUESTRA.

No aplica.


9. CONSERVACION DE LA MUESTRA

No aplica.

10. EQUIPOS

- Desecador.
- Plancha de agitación.
- Balanza analítica.
- Estufa.
- pH-metro.

11. REACTIVOS, CONTROLES Y MATERIALES DE REFERENCIA

	GUIA DE ANALISIS FISICOQUIMICO DE AGUA ENVASADA. DETERMINACION DE CLORUROS	CÓDIGO	MI-GS-GI-57
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	27/09/2018
		PAGINA	3 de 7

- Balones aforados.
- Vasos de precipitado.
- Bureta, vidrio de borosilicato (50- mL).
- Probetas.
- Agitador magnético.
- Pipetas aforadas y/o graduadas.
- Soporte universal.
- Pinzas para bureta.
- Pera o pipeteador.

11.1 Reactivos ^[1]:

✓ **Agua destilada y desionizada.**

✓ **Cromato de potasio, (K₂CrO₄):**

Disolver 50 g de K₂CrO₄ en un poco de agua destilada y desionizada. Adicionar solución de AgNO₃ hasta que se forme un claro precipitado r bajo. Dejar reposar 12 horas, filtrar y diluir a un litro con agua destilada y desionizada.

✓ **Nitrato de plata, (AgNO₃), 0,0141 M (0,0141 N):**

Disolver 2,395 g de AgNO₃ en agua destilada y desionizada, y diluir a un litro. Estandarizar frente a NaCl.

✓ **Solución estándar de cloruro de sodio de 1000 mg/L (NaCl).**

✓ **Cloruro de sodio, (NaCl), 0,0141 M (0,0141 N):**

Disolver 824 mg de NaCl (secado a 140 °C) en agua destilada y desionizada. Transferir cuantitativamente a un balón de un litro y completar el volumen con agua destilada y desionizada. 1 mL = 0.5 mg Cl⁻

Reactivos generales para remover interferencias:


✓ **Suspensión de hidróxido de aluminio:**

Disolver 125 g de sulfato potásico de aluminio, (AlK (SO₄)₂.12H₂O), o sulfato amónico de aluminio, (AlNH₄ (SO₄)₂.12H₂O), en un litro de agua destilada y desionizada. Calentar ésta solución a 60 °C y adicionar 55 mL de hidróxido de amonio, (NH₄OH), lentamente y con agitación.

Posteriormente, la solución se deja reposar durante una hora, una vez transcurrido este tiempo se transfiere a una botella; lavar el precipitado con adiciones sucesivas de agua destilada y desionizada hasta que quede libre de cloruros.

Nota: La solución recién preparada ocupa un volumen de un litro.

✓ **Fenolftaleína, indicador pH=8,3:**

	GUIA DE ANALISIS FISICOQUIMICO DE AGUA ENVASADA. DETERMINACION DE CLORUROS	CÓDIGO	MI-GS-GI-57
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	27/09/2018
		PAGINA	4 de 7

En un balón de 100 mL, adicionar 50 mL de alcohol etílico o alcohol isopropílico. Adicionar 0,5 g de fenolftaleína, disolver y completar a volumen con agua destilada y desionizada libre de dióxido de carbono.

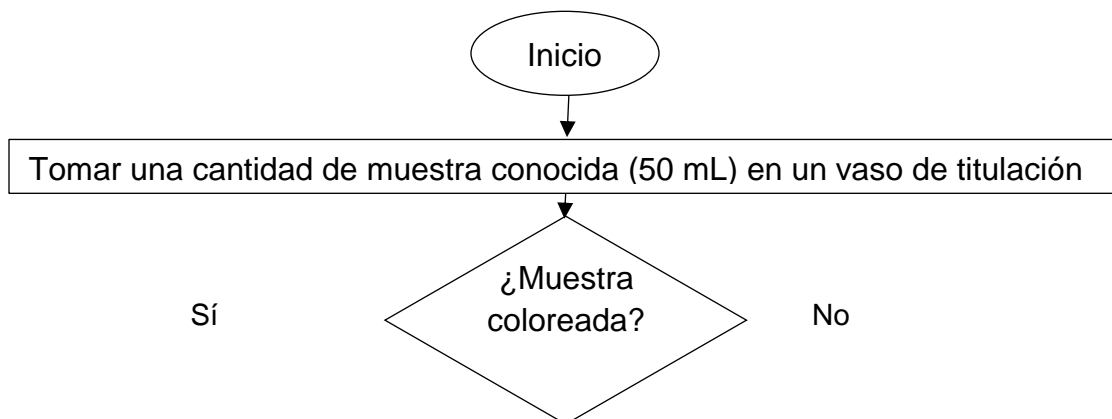
- ✓ **Hidróxido de sodio, (NaOH), 1 N.**
- ✓ **Ácido sulfúrico, (H₂SO₄), 1 N.**
- ✓ **Peróxido de hidrógeno, (H₂O₂), 30%.**
- ✓ **Soluciones de referencia de pH 4,00; 7,00; 10,00.**


12. DESCRIPCION DEL PROCEDIMIENTO

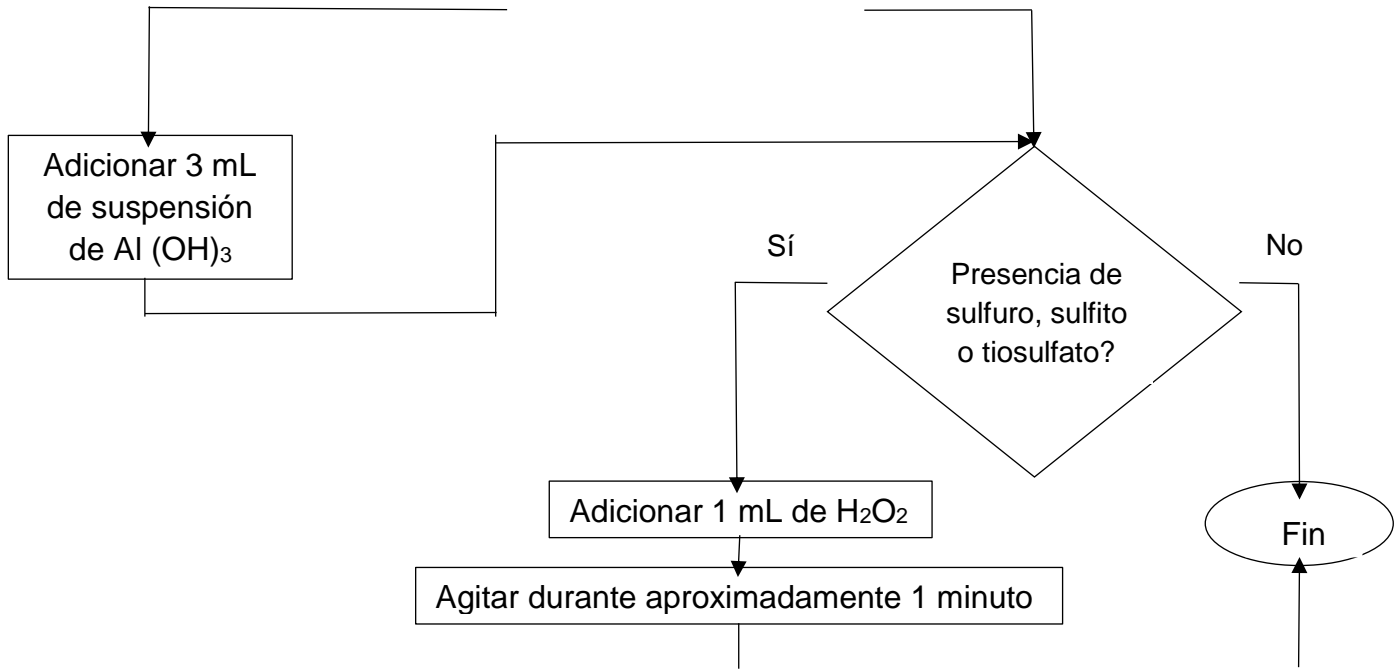
12.1 Metodología:

- Tomar una cantidad de muestra conocida (50 mL) en un vaso de titulación.
- Medir el pH y ajustarlo en un rango de 7 a 10 con solución de ácido sulfúrico 1N o Hidróxido de sodio 1 N, según sea el caso.
- Agregar 1 mL de solución indicadora de cromato de potasio K₂CrO₄ y homogeneizar.
- Titular la muestra con solución estándar de Nitrato de Plata dispersándola gota a gota desde una bureta, hasta que aparezca un color rojo ladrillo que indica el punto final de la titulación.
- Realice el mismo procedimiento con un blanco. Usualmente se encuentra un blanco de 0,2 a 0,3 ml

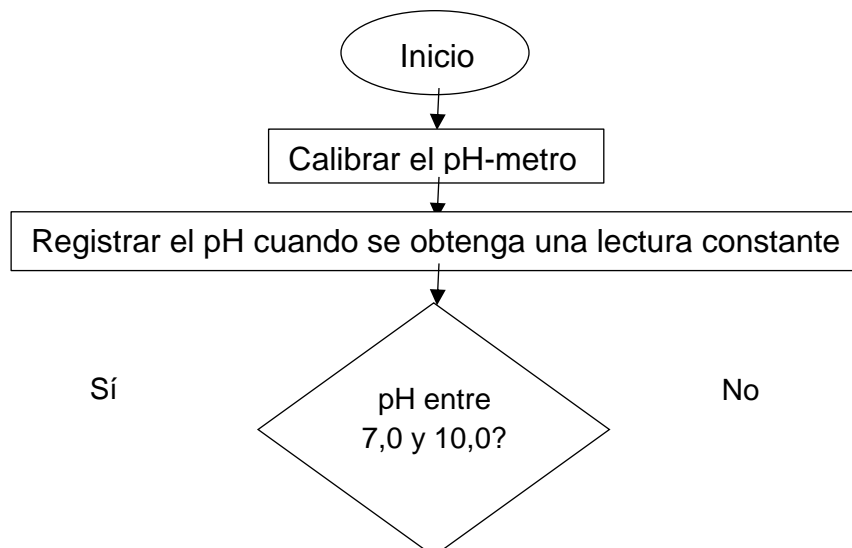
12.1.1 Diagrama de flujo para la preparación de la muestra:




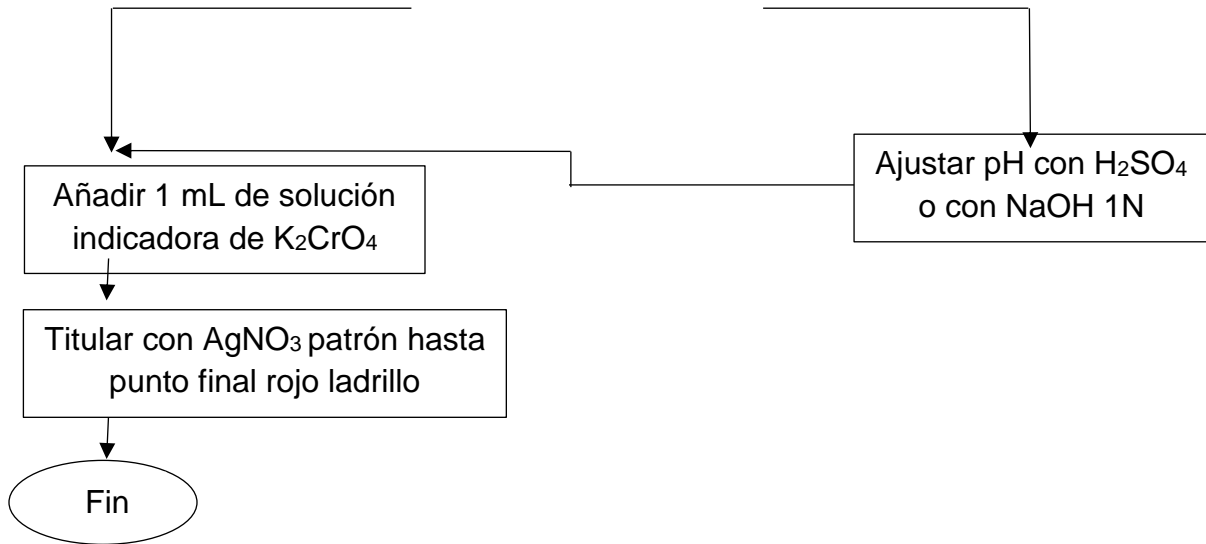
	GUIA DE ANALISIS FISICOQUIMICO DE AGUA ENVASADA. DETERMINACION DE CLORUROS	CÓDIGO	MI-GS-GI-57
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	27/09/2018
		PAGINA	5 de 7



12.1.2 Diagrama de flujo para la titulación de la muestra:



	GUIA DE ANALISIS FISICOQUIMICO DE AGUA ENVASADA. DETERMINACION DE CLORUROS	CÓDIGO	MI-GS-GI-57
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	27/09/2018
		PAGINA	6 de 7



13. CONTROL DE CALIDAD ANALITICO.

Determinar con cada lote de muestras un estándar primario de 50 mg/L de Cl⁻ para el control analítico de los resultados. El resultado de esta prueba debe quedar en los registros de análisis de muestras y la respectiva carta de control.

14. ANALISIS Y EXPRESION DE RESULTADOS.

Para calcular los cloruros, hacer uso de la **Ecuación 1**.

$$\text{Cloruros} \left[\frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{Cl}^- \right] = \frac{(A - B) \times N \times 35450}{V_m}$$

Ecuación 1.

Donde:

A= mL de AgNO₃ gastados para valorar la muestra.

B= mL de AgNO₃ gastados para valorar el blanco.

N= Normalidad de AgNO₃.


35450= Peso equivalente del cloruro (mg/eq-g).

V_m= mL de muestra.

14.1 Disposición de residuos^[4]:

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

15. EMISION DEL INFORME DE RESULTADOS.

	GUIA DE ANALISIS FISICOQUIMICO DE AGUA ENVASADA. DETERMINACION DE CLORUROS	CÓDIGO	MI-GS-GI-57
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	27/09/2018
		PÁGINA	7 de 7

Formato Informe de Resultados

16. EXAMENES COMPLEMENTARIOS.

No aplica

17. DOCUMENTOS DE REFERENCIA

Standard methods for the Examination of Water and Wastewater 4500-Cl⁻ B (Argentometric method) ^[1].

18. ANEXOS

No aplica.

19. Referencias bibliográficas:

^[1] EATON, ANDREW D. & FRANSON, MARY ANN H. American water works association & water environment federation. Standard methods for the examination of water and wastewater. Edition 21. Washington-U.S.A: American Public Health Association. Xx-xx, 2005.

^[2] NAVA TOVAR, GERARDO. Manual de métodos fisicoquímicos básicos para el análisis de aguas para consumo humano. Bogotá-Colombia: Programa de vigilancia por laboratorio de la calidad de agua para consumo humano-Instituto Nacional de Salud, INS. 91-94, 2011.

CONTROL DE CAMBIOS				
VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO	REVISÓ	APROBÓ
0	24/09/2018	EMISIÓN INICIAL	SANDRA BAYONA VERGEL Coordinador Grupo LSP. JAVIER OREJARENA PINILLA Director de Salud Integral.	LUIS ALEJANDRO RIVERO OSORIO Secretario de Salud de Santander.