

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE CLORUROS EN AGUA Laboratorio Departamental de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-33
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	31/08/2022
		PÁGINA	1 de 9

1. OBJETIVO

Establecer la metodología para la determinación de cloruros en agua, por método argentométrico Standar Methods 4500 Cl⁻ B.

2. ALCANCE

El método es aplicable para la determinación de alcalinidad en aguas para consumo humano, natural superficial, natural subterránea y aguas para uso recreativo/estructuras similares, en el LDSP Santander.

3. RESPONSABILIDAD

Será responsabilidad de:

- **Coordinador LDSP:** Aprobar el presente documento, supervisar el estricto cumplimiento de lo establecido en el mismo y avalar los resultados que de éste se generen.
- **Profesional Analista del Laboratorio:** Encargado del análisis fisicoquímico del agua del Laboratorio Departamental de Salud Pública, aplica la técnica descrita en el presente manual con estándares de calidad, oportunidad y avalar los resultados que se generen del mismo.

4. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS

Método argentométrico: análisis químico que se basa en la valoración por precipitado, donde se involucra al ion plata.

Método de Mohr: utilizado en la valoración química de cloruro, donde el ion cromato es utilizado como indicador para precipitar como cromato de plata (Ag₂CrO₄) de color rojo ladrillo, después de que los iones cloruro han reaccionado.

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

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE CLORUROS EN AGUA Laboratorio Departamental de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-33
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	31/08/2022
		PÁGINA	2 de 9

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

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

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

5. CONDICIONES GENERALES

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

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

Disposición de residuos:

Los residuos de las muestras, patrones titulados y soluciones, deben disponerse en un contenedor adecuado rotulados de acuerdo a lo establecido en el laboratorio y diligenciar el formato de entrega de residuos químicos para disposición final: MI-GS-RG-375 y manipularse correctamente según lo establecido en los protocolos de bioseguridad del laboratorio.

Seguir las recomendaciones generales para la adecuada disposición de residuos peligrosos y manejo de sustancias químicas, tener conocimiento del grado de peligrosidad de las sustancias químicas comprometidas en el procedimiento y ubicación de las fichas de seguridad de los reactivos y/o sustancias

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

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE CLORUROS EN AGUA Laboratorio Departamental de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-33
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	31/08/2022
		PÁGINA	3 de 9

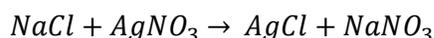
variable y depende netamente de la composición química de la misma. A manera de ejemplo, algunas aguas que contienen 250 mg Cl⁻/L presentan un sabor salado detectable si el catión es el calcio. En cambio, otras pueden contener 1000 mg Cl⁻/L y no son saladas puesto que los cationes que predominan en estas 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.

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 (AgNO₃) como valorante, y disolución de cromato de potasio (K₂CrO₄) como indicadora. Los cloruros (Cl⁻) precipitan con el ion Ag⁺ formando un compuesto muy insoluble de color blanco. Cuando todo el producto ha precipitado, se forma el cromato de plata (Ag₂CrO₄), de color rojo ladrillo, el cual es menos insoluble que el anterior e indica el fin de la valoración.



Esquema 1. Reacción de valoración. Fuente

7. LIMITACIONES O INTERFERENCIAS

Los iones sulfuro, tiosulfato y sulfito interfieren, aunque se puede eliminar con un tratamiento de peróxido de hidrógeno. El orto fosfato 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.

El bromuro, yoduro y el cianuro registran una concentración de cloruro equivalente. Los sulfuros, tiosulfato e iones sulfitos interferentes pueden ser removidos tratándolos con peróxido de hidrogeno. El orto fosfato si está en un exceso de 25 mg/L interfiere en la precipitación como fosfato de plata. El hierro en un exceso de 10 mg/L interfiere en el enmascaramiento del punto final.

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE CLORUROS EN AGUA Laboratorio Departamental de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-33
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	31/08/2022
		PÁGINA	4 de 9

Es necesario mantener el pH de la muestra de agua, por titular, entre el ámbito neutro y ligeramente alcalino (7-10) debido a que los iones plata se precipitan como hidróxido de plata si el pH es muy alcalino, por el contrario, si el pH es muy ácido se tiene que el ion cromato se convierte en dicromato.

8. RECOLECCION E IDENTIFICACION DE LA MUESTRA

La muestra para el análisis debe ser recolectada en un recipiente de vidrio o de plástico que se encuentre totalmente limpio, asegurar la cadena de frio y la debida identificación de la muestra con el rotulo. La muestra debe estar completamente identificada en el acta de toma de muestra de agua MI-GS-RG-110.

9. CONSERVACION DE LA MUESTRA

La muestra no requiere de conservantes y para su almacenamiento debe refrigerarse a 4°C evitando la congelación de la muestra. La muestra bajo estas condiciones puede almacenarse por un periodo de 1 mes.

10. RECURSOS

10.1 Materiales:

- ✓ Balones 100,250 y 1000 mL
- ✓ Vasos de precipitado 25, 50 y 100 mL.
- ✓ Erlenmeyer de 250 mL
- ✓ Bureta de 25 mL
- ✓ Probeta de 50 y 100 mL
- ✓ Pipetas aforadas y/o graduadas 1,2,5,10 mL
- ✓ Soporte universal.
- ✓ Pinzas para bureta.
- ✓ Pera o pipeteador.
- ✓ Espátula.
- ✓ Frascos ámbar o de polietileno 1000 mL.
- ✓ Frasco lavador.
- ✓ Gotero.

10.2 Equipos:

- ✓ Balanza analítica.
- ✓ pH-metro.
- ✓ Horno.

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE CLORUROS EN AGUA Laboratorio Departamental de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-33
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	31/08/2022
		PÁGINA	5 de 9

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 y desionizada.
- Solución indicadora de Cromato de potasio, (K_2CrO_4):
- Solución valorante de Nitrato de plata ($AgNO_3$) 0,0141 M (0,0141 N):
- Cloruro de sodio estándar, ($NaCl$), 0,0141 M (0,0141 N):
- Patrón de cloruro de 1000 mg/L Cl^- , trazable a NIST, disponible comercialmente.
- Soluciones de referencia de pH 4,00; 7,00; 10,00.

Reactivos especiales para eliminar interferencias de color:

- Suspensión de hidróxido de aluminio
- Indicador de fenolftaleína.
- Hidróxido de sodio, ($NaOH$), 0.1 N.
- Ácido Sulfúrico (H_2SO_4), 0.1N
- Peróxido de hidrógeno, (H_2O_2), 30%.

12. DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO

12.1. Estandarización del Nitrato de Plata

12.2. Acondicionamiento de la muestra:

- Permitir que la muestra se aclimate a temperatura ambiente.
- Tomar 50 mL de la muestra y transferir a un Erlenmeyer.
- Si la muestra se encuentra altamente coloreada, añadir 1.5 ml de la suspensión de hidróxido de aluminio $Al(OH)_3$ Mezclar, dejar sedimentar y filtrar.
- Agregar 0.5 ml de H_2O_2 y agitar durante 1 minuto. Para evitar las interferencias de sulfuro, sulfito o tiosulfato.

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE CLORUROS EN AGUA Laboratorio Departamental de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-33
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	31/08/2022
		PÁGINA	6 de 9

- Ajustar el pH entre 7 y 10 utilizando hidróxido de sodio (NaOH), o Ácido sulfúrico (H₂SO₄) de concentraciones 1N o 0,1N. Para el ajuste de pH, use un pH-metro. (verifique el pH-metro si no se encuentra verificado, y diligencie la carta control del mismo con la pendiente de verificación).

12.3. Determinación de cloruros-Valoración de la muestra:

Prueba del blanco del indicador:

- Medir un volumen de 50 mL de agua destilada y desionizada, en un Erlenmeyer de 250ml.
- Agregar 0.5 mL de solución indicadora de cromato de potasio K₂CrO₄ y homogeneizar. La solución se tornará de color amarillo brillante.
- Titular la muestra con solución estándar de Nitrato de Plata dispersándola gota a gota desde una bureta, hasta que aparezca un color rojo o naranja ladrillo que indica el punto final de la titulación.
- Registrar el volumen gastado en la titulación para el blanco, la muestra y controles, en el formato de hoja de trabajo MI-GS-RG-526.
- Realice el mismo procedimiento con un blanco y para los controles. Usualmente se encuentra un blanco de 0,2 a 0,3 ml.

13. CONTROL DE CALIDAD ANALITICO.

- 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 deben realizar los siguientes controles semanalmente o menos: verificar el resultado en la carta de control del método y debe encontrarse en los límites de control/alarma. La solución estándar de control puede ser de concentración baja, media o alta. Estos patrones deben ser de preparados a partir de una segunda fuente (patrón diferente al que se usa para estandarizar el ácido).
- Se debe participar en Programa Interlaboratorio de Control de Calidad de Aguas Potables -PICCAP, programa oficial de Evaluación Externa Directa del Desempeño (PEEDD) del Instituto Nacional de Salud

14. ANALISIS Y EXPRESION DE RESULTADOS.

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE CLORUROS EN AGUA Laboratorio Departamental de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-33
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	31/08/2022
		PÁGINA	7 de 9

14.1. Cálculos

14.1.2. Para calcular los cloruros, hacer uso de la Ecuación 3.

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

Ecuación 3. Cálculos de cloruros

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.

15. EMISION DEL INFORME DE RESULTADOS

Para muestras de agua potable, muestras de agua sin tratamiento, para vigilancia, Diagnostico, ETA, procedentes de los municipios categoría 4,5,6 y municipios categoría 1,2,3, con Convenio, se reportarán en la herramienta SIVICAP.

Para muestras de agua particulares, aguas de uso recreativo y estructuras similares, se reportarán utilizando el formato: Informe de Análisis de la Calidad del Agua para Uso Recreativo y Estructuras Similares. Informe de Análisis de la Calidad del Agua para Consumo Humano.

16. EXAMENES COMPLEMENTARIOS

NA

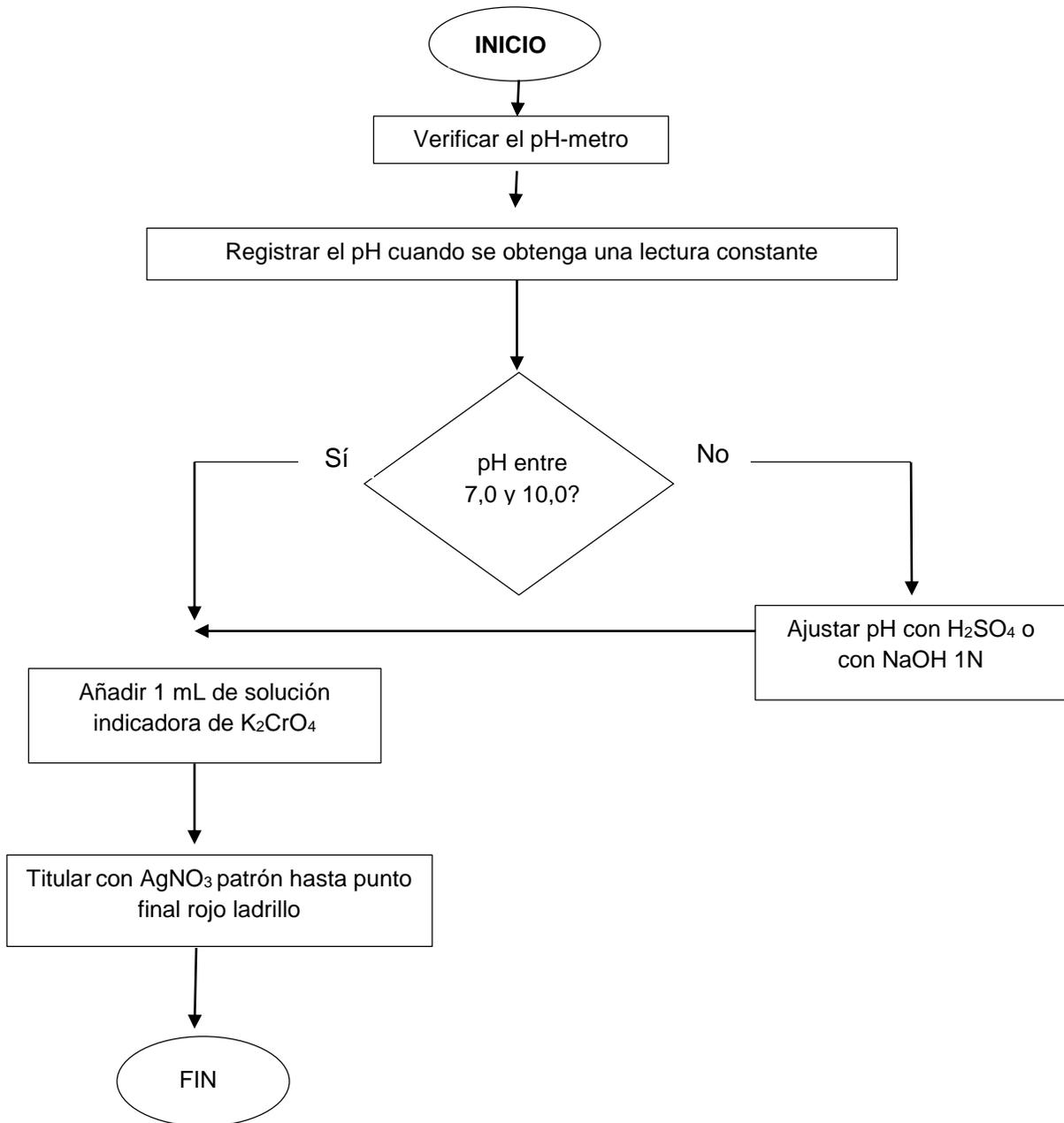
17. DOCUMENTOS DE REFERENCIA

Eaton, A. & Franson, M. 2005. American water works association & water environment federation. Standard methods for the examination of water and wastewater. Edición 21. Washington-U.S.A: American Public Health Association.

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

18. ANEXOS

18.1. Diagrama de flujo para la titulación de la muestra:



	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE CLORUROS EN AGUA Laboratorio Departamental de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-33
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	31/08/2022
		PÁGINA	9 de 9

18.2. Documentos asociados

Formato MI-GS-RG-378: Verificación de uso de elementos de protección.

Formato MI-GS-RG-37: Control de Temperatura y Humedad.

Formato MI-GS-RG-375: Entrega de residuos químicos para disposición final.

Formato MI-GS-RG-110: Acta de toma de muestra de agua.

Formatos MI-GS-RG-101: Preparación de reactivos.

Formato MI-GS-RG-107: Valoración de reactivos.

Formato MI-GS-RG-102: Verificación de balanza.

Formato MI-GS-RG-102: Verificación de agua destilada.

Formato MI-GS-RG-103: Verificación de conductividad.

Formato MI-GS-RG-526: Hoja de trabajo.

Carta control.

Instructivo de uso de equipos.

Formato MI-GS-RG-293: Informe de Análisis de la Calidad del Agua para Consumo Humano.

Formato: MI-GS-RG-167: Informe de Análisis de la Calidad del Agua para Uso Recreativo y Estructuras Similares.

19. CONTROL DE CAMBIOS

CONTROL DE CAMBIOS					
VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO	ELABORO	REVISO	APROBO
0	29/07/2022	Emisión inicial del documento	AURA VICTORIA BARRERA 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 C 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