



SERVICIUDAD E.S.P.	Código: STLABIN-03	Versión 01
Instructivo de Cloro Combinado, Residual y Total SM 4500-CI F Titulación ferrosa DPD	Páginas 1 de 13	

1. OBJETIVO

Establecer el instructivo para determinar el contenido de cloro residual en agua tratada para los Laboratorios de la Planta de Tratamiento de Serviciudad E.S.P.

2. ALCANCE Y RESPONSABLES

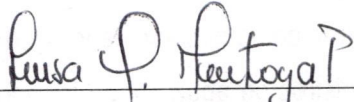
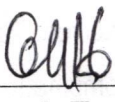
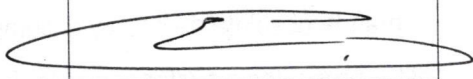
Este instructivo aplica para muestras de agua tratada en los Laboratorios de la Planta de Tratamiento de agua de Serviciudad ESP.

La administración y control de este documento es responsabilidad del Técnico de Control de Calidad de Agua. Los ajustes del documento que surjan en el camino serán llevados a cabo por los laboratoristas químicos de agua, bajo la revisión del profesional de la planta de tratamiento. La ejecución de los ensayos será responsabilidad de los Laboratoristas Químicos de agua.

3. DEFINICIONES (No aplica)

4. GENERALIDADES

La cloración de los suministros de agua y las aguas contaminadas sirven principalmente para destruir o desactivar los microorganismos productores de enfermedades.

ELABORADO POR:	REVISADO POR:	APROBADO POR:
		
Luisa Marina Montoya Posada Técnico de Calidad de agua	Genny Marcela Hurtado Giraldo Profesional Planta de Tratamiento	Eduardo Andrés Brand Ruíz Subgerente Técnico y operativo
Fecha: 2024-01-20	Fecha: 2024-01-25	Fecha: 2024-01-27



SERVICIUDAD E.S.P.	Código: STLABIN-03	Versión 01
Instructivo de Cloro Combinado, Residual y Total SM 4500-CI F Titulación ferrosa DPD	Páginas 2 de 13	

Un beneficio secundario, particularmente en el tratamiento del agua potable, es la mejora general en la calidad del agua resultante de la reacción del cloro con amoníaco, hierro, manganeso, sulfuro y algunas sustancias orgánicas.

La cloración puede producir efectos adversos. El sabor y el olor característico de fenoles y otros compuestos orgánicos presentes en un suministro de agua pueden intensificarse. Se pueden formar compuestos cloro orgánicos potencialmente cancerígenos, como el cloroformo. El cloro combinado formado en cloración de las aguas portadoras de amoníaco o amina afecta negativamente a la vida acuática. Para cumplir con el propósito principal de la cloración y minimizar cualquier efecto adverso, es esencial que se utilicen procedimientos de ensayo adecuados con un conocimiento previo de las limitaciones de la determinación analítica.

4.1. FORMAS Y REACCIONES DE CLORO

El cloro aplicado al agua en su forma molecular o hipoclorito se somete inicialmente a hidrólisis para formar cloro libre que consiste en cloro molecular acuoso, ácido hipocloroso u iones de hipoclorito. La proporción relativa de estas formas de cloro libre depende del pH y de la temperatura. En el pH de la mayoría de las aguas, ácido hipocloroso u iones hipocloritos predominantes.

El cloro libre reacciona fácilmente con amoníaco y ciertos compuestos nitrogenados para formar cloro combinado. Con el amoníaco, el cloro reacciona para formar las cloraminas: monoclaramina, dicloramina y tricloruro de nitrógeno. La presencia y concentraciones de estas formas combinadas dependen principalmente del pH, la temperatura, la relación inicial de cloro a nitrógeno, la demanda absoluta de cloro y el tiempo de reacción. Tanto el cloro libre como el combinado pueden estar presentes simultáneamente. El cloro combinado en los suministros de agua puede formarse en el tratamiento de aguas crudas que contengan amoníaco o por la adición de amoníaco o sales de amonio. Los efluentes de aguas residuales cloradas, así como ciertos efluentes industriales clorados, normalmente contienen sólo cloro combinado. Históricamente, el principal problema



SERVICIUDAD E.S.P.	Código: STLABIN-03	Versión 01
Instructivo de Cloro Combinado, Residual y Total SM 4500-CI F Titulación ferrosa DPD	Páginas 3 de 13	

analítico ha sido distinguir entre formas libres y combinadas de cloro.

4.2. SELECCIÓN DEL MÉTODO

En dos estudios separados pero relacionados, se prepararon y distribuyeron muestras a los laboratorios participantes para evaluar los métodos de cloro. Debido a la escasa exactitud y precisión y un alto error total general (promedio) en estos estudios, todos los procedimientos de ortotolidina excepto uno, se descartaron en la 14ª edición de este trabajo. El útil método de ortotolidina neutra estabilizada fue eliminado de la 15ª edición debido a la naturaleza tóxica de la ortotolidina. El procedimiento de violeta de cristal de leuco (LCV) se eliminó de la 17ª edición debido a su relativa dificultad y la falta de ventajas comparativas.

Para aguas naturales y tratadas, los métodos iodométricos (4500-CI. B y C) son adecuados para medir concentraciones totales de cloro superiores a 1 mg/L, pero el punto final amperométrico de (4500-CI.C y D) da mayor sensibilidad. Todos los métodos iodo métricos ácidos sufren de interferencias, generalmente en proporción a la cantidad de yoduro de potasio (KI) y H⁺ añadido. El método de valoración amperométrica (4500-CI. D) es un estándar de comparación para la determinación de cloro libre o combinado. Se ve afectado poco por agentes oxidantes comunes, variaciones de temperatura, turbidez y color. El método no es tan simple como los métodos colorimétricos y requiere una mayor habilidad del operador para obtener la mejor fiabilidad. La pérdida de cloro puede ocurrir debido a la agitación rápida en algunos equipos comerciales. Los electrodos limpios son necesarios para puntos finales precisos.

Se ha añadido un procedimiento de valoración amperométrica de bajo nivel (4500-CI. E) para determinar el cloro total en niveles inferiores a 0,2 mg/L. Este método se recomienda sólo cuando es necesaria la cuantificación de estos residuos bajos. Las interferencias son similares a las que se encuentran con el procedimiento amperométrico estándar (4500-CI. D). Los métodos DPD (4500-CI. F y G) son operativamente más simples para determinar el cloro libre que la valoración amperométrica. Se dan procedimientos para estimar las fracciones separadas de mono y dicloramina y combinadas. Altas concentraciones de monocloramina interfieren con la



SERVICIUDAD E.S.P.	Código: STLABIN-03	Versión 01
Instructivo de Cloro Combinado, Residual y Total SM 4500-Cl F Titulación ferrosa DPD	Páginas 4 de 13	

determinación de cloro libre a menos que la reacción se detenga con arsénico o tiacetamida. Además, los métodos DPD están sujetos a interferencias por formas oxidadas de manganeso a menos que sea compensado por un blanco.

Los métodos amperométricos y DPD no se ven afectados por concentraciones de dicloramina en el rango de 0 a 9 mg Cl como Cl₂/L en la determinación del cloro libre. El tricloruro de nitrógeno, si está presente, puede reaccionar parcialmente como cloro libre en los métodos amperométricos, DPD y FACTS. El alcance de esta interferencia en los métodos DPD no parece ser significativo.

La prueba gratuita de cloro, siringaldazina (FACTS, 4500-Cl.H) fue desarrollada específicamente para cloro libre. No se ve afectado por concentraciones significativas de monocloramina, dicloramina, nitrato, nitrito, y formas oxidadas de manganeso.

El color y la turbidez de la muestra pueden interferir en todos los procedimientos colorimétricos.

Los contaminantes orgánicos pueden producir una lectura de cloro libre falsa en la mayoría de los métodos colorimétricos. Muchos agentes oxidantes fuertes interfieren en la medición del cloro libre en todos los métodos. Tales interferencias incluyen bromo, dióxido de cloro, yodo, permanganato, peróxido de hidrógeno, y ozono. Sin embargo, las formas reducidas de estos compuestos bromuro, cloruro, yoduro, iones manganosos, y oxígeno, en ausencia de otros oxidantes, no interfieren. Los agentes reductores, como compuestos ferrosos, sulfuro de hidrógeno y materia orgánica oxidable, generalmente no interfieren.

La prueba de cloro, siringaldazina (FACTS, 4500-Cl. H) fue desarrollada específicamente para cloro libre. Por esta razón después de dicha información para el laboratorio de control de calidad y/o Procesos en Agua de la planta de tratamiento de agua de Serviciudad ESP se seleccionó el método 4500-Cl F método de titulación ferroso DPD.

4.3. TOMA, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LAS MUESTRAS

El cloro en solución acuosa no es estable, y el contenido de cloro de muestras o soluciones, particularmente son soluciones débiles, y disminuirá rápidamente. La exposición a la luz solar u otra



SERVICIUDAD E.S.P.	Código: STLABIN-03	Versión 01
Instructivo de Cloro Combinado, Residual y Total SM 4500-CI F Titulación ferrosa DPD	Páginas 5 de 13	

luz fuerte o agitación acelerará la reducción del cloro. Se debe iniciar determinaciones de cloro inmediatamente después del muestreo, evitar luz excesiva y agitación. No almacene muestras.

4.4. PRINCIPIO DEL METODO

N,N-dietyl-*p*-fenilendiamina (DPD) se utiliza como indicador en el procedimiento de titulación con sulfato de amonio ferroso (FAS). Cuando no sea necesaria la diferenciación completa de las especies de cloro, el procedimiento podrá simplificarse para dar únicamente el cloro libre, combinado o cloro total.

En ausencia de iones de yoduro, el cloro libre reacciona instantáneamente con el indicador DPD para producir un color rojo. La adición posterior de una pequeña cantidad de iones de yoduro actúa catalíticamente para causar monoclaramina para producir color. Adición de iones de yoduro al exceso evoca una respuesta rápida de la dicloramina. En presencia de iones de yoduro, parte del tricloruro de nitrógeno (NCl_3) se incluye con dicloramina y con parte del cloro libre. Un proceso suplementario basada en la adición de iones de yoduro antes de que DPD permita estimar la proporción de NCl_3 que aparece con el cloro libre.

El dióxido de cloro (ClO_2) aparece, en una quinta parte de su contenido total de cloro, y con cloro libre. Una respuesta completa de la ClO_2 , correspondiente a su contenido total de cloro, puede ser obtenido si la muestra primero se acidifica en presencia de iones de yoduro y posteriormente se devuelve a un pH aproximadamente neutro mediante la adición de iones de bicarbonato. Bromo, bromamina y yodo reaccionan con indicador DPD y aparecen como cloro libre.

La adición de glicina antes de la determinación del cloro libre convierte el cloro libre en formas poco reactivas, con sólo residuos de bromo y yodo restantes. Las restas de estos residuos del residuo medido sin glicina permiten la diferenciación de cloro libre del bromo y el yodo.

Para obtener resultados precisos, el control cuidadoso del pH es esencial. En el pH adecuado de 6.2 a 6.5, los colores rojos producidos pueden ser titulados a puntos finales incoloros nítidos. Titular tan pronto como se forme el color rojo en cada paso. Un pH demasiado bajo en el primer paso tiende a mostrar la monoclaramina en el paso siguiente de cloro libre y la dicloramina pasaría a monoclaramina. Un pH demasiado alto hace que el oxígeno disuelto dé color.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código: STLABIN-03	Versión 01
	Páginas 6 de 13	

En todos los métodos para diferenciar el cloro libre de cloraminas, las temperaturas más altas aumentan la tendencia de las cloraminas a reaccionar y dar lugar a un aumento aparente de los resultados de cloro libre. Las temperaturas más altas también aumentan la decoloración del color. Complete las mediciones rápidamente, especialmente a temperaturas más altas.

4.5. INTERFERENCIAS

La sustancia interferente más importante que se puede encontrar en el agua es el manganeso oxidado. Para corregir esto, coloque 5 mL de solución tampón y 0,5 mL de solución de arsenito de sodio en el matraz de titulación. Agregue 100 mL de muestra y mezcle. Agregue 5 mL de solución indicadora DPD, mezcle y valore con valorante FAS estándar hasta que desaparezca el color rojo. Reste la lectura de la lectura A obtenida por el procedimiento normal como se describe en 4500-CI.F. (3 a 1 en el libro del estándar métodos) de este método o de la lectura de cloro total obtenida en el procedimiento simplificado dado en 4500-CI.F. (3 a 4 del estándar métodos). Si se usa el reactivo combinado en forma de polvo, primero agregue KI y arsenito a la muestra y mezcle, luego agregue el reactivo tampón-indicador combinado.

Como alternativa al arsenito de sodio, use una solución de tioacetamida al 0,25%, agregando 0,5 mL a 100 mL de muestra.

La interferencia del cobre hasta aproximadamente 10 mg Cu/L es superada por el EDTA incorporado en los reactivos. El EDTA mejora la estabilidad de la solución indicadora de DPD al retardar el deterioro debido a la oxidación y, en la prueba en sí, proporciona la supresión de los errores de oxígeno disuelto al evitar la catálisis de trazas de metales.

El cromato en exceso de 2 mg/L interfiere con la determinación del punto final. Agregue cloruro de bario para enmascarar esta interferencia por precipitación.

Las altas concentraciones de cloro combinado pueden penetrar en la fracción de cloro libre. Si se va a medir el cloro libre en presencia de más de 0,5 mg / L de cloro combinado, utilice la modificación de tioacetamida. Si no se utiliza esta modificación, un tiempo de desarrollo del color superior a 1 min conduce a una interferencia progresivamente mayor de la monocloramina. La adición de tioacetamida



SERVICIUDAD E.S.P.	Código: STLABIN-03	Versión 01
Instructivo de Cloro Combinado, Residual y Total SM 4500-CI F Titulación ferrosa DPD	Páginas 7 de 13	

(0,5 mL de solución al 0,25% a 100 mL) inmediatamente después de mezclar el reactivo DPD con la muestra detiene completamente la reacción adicional con el cloro combinado en la medición de cloro libre. Continúe inmediatamente con la titulación FAS para obtener cloro libre.

Obtenga cloro total del procedimiento normal (es decir, sin tioacetamida).

Debido a que se usan altas concentraciones de yoduro para medir el cloro combinado y solo las trazas de yoduro aumentan en gran medida la interferencia de cloramina en las mediciones de cloro libre, tenga cuidado de evitar la contaminación por yoduro enjuagando entre muestras o usando cristalería separada.

4.6. CONTROLES DE CALIDAD

Verificación de la Estandarización: Estandarizar el FAS cada vez que se prepara, luego de preparado, re estandarizar una vez al mes. Si el valor de la normalidad cambia, registrar el nuevo valor en el recipiente y actualizar el valor. Para la estandarización siga el procedimiento descrito en el presente documento. Registrar el volumen consumido en el formato STLABFO-14 Estandarización de Soluciones.

Verificación de la calibración (CV): Verifique la calibración analizando periódicamente un estándar de cloro residual de 1,5mg/L (BFL) y un blanco por lote de 10 muestras analizadas o por día. Verificar que los resultados no excedan el 10% de su valor real y el valor del blanco no debe superar la mitad del límite de detección del método. Se registra el valor en el formato STLABFO-16 Gráficos de control, verificando los límites de alerta establecidos.

Duplicados: Se selecciona aleatoriamente de las muestras de rutina, una para ser analizada dos veces. Se deberá incluir al menos un duplicado para cada tipo de matriz al día o con un lote de 20 o menos muestras. El % RPD se calcula y se registra el valor en el formato STLABFO-16 Gráficos de control, en donde no deberá exceder de los límites de (+ 2δ) y (+ 3δ).

Blanco fortificado Laboratorio (BFLs): Se analiza periódicamente un estándar de un lote diferente. Se registra el valor en el formato STLABFO-16 Gráficos de control, que los resultados no excedan los límites de (± 2δ) y (± 3δ).



SERVICIUDAD E.S.P.	Código: STLABIN-03	Versión 01
Instructivo de Cloro Combinado, Residual y Total SM 4500-CI F Titulación ferrosa DPD	Páginas 8 de 13	

4.7. SEGURIDAD LABORAL

Utilizar los implementos de seguridad, de acuerdo con lo señalado en el Manual de Higiene y Seguridad Laboral STMH-01 (Bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad, máscara con filtro mixto de vapores ácidos y orgánicos, guantes de caucho) de acuerdo a la actividad realizada. Se realiza recolección de residuos en recipiente plástico y se rotula para recolección y disposición final con empresa externa.

4.8. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

4.8.1. EQUIPOS

- Agitador, diseñado para proporcionar una agitación adecuada en la superficie del electrodo de metal noble para garantizar la sensibilidad adecuada.
- Bureta de vidrio o digital, de acuerdo a la disponibilidad del laboratorio. Se recomienda para ambos casos utilizar buretas clase A.
- Cristalería, expuesta a agua que contenga al menos 10 mg / L de cloro durante 3 horas o más antes de su uso y enjuagada con agua sin demanda de cloro.
- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.
- Bureta digital.

4.8.2. REACTIVOS Y ESTÁNDARES

Solución tampón de fosfato: Disolver 24 g de Na_2HPO_4 anhidro y 46 g de KH_2PO_4 anhidro en una cantidad de agua destilada. Combinar con 100mL de agua destilada en la que se han disuelto 0,8 g de etilendiamina tetraacetato de disodio di hidratado (EDTA). Finalmente diluya a 1 L con agua destilada y opcionalmente agregue 20 mg de HgCl_2 o 2 gotas de tolueno para prevenir el crecimiento de moho. La interferencia de trazas de yoduro en los reactivos se puede anular mediante la adición opcional de 20 mg de HgCl_2 a la solución. **PRECAUCIÓN:** el HgCl_2 es tóxico; tenga cuidado de evitar su ingestión.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código: STLABIN-03	Versión 01
Instructivo de Cloro Combinado, Residual y Total SM 4500-CI F Titulación ferrosa DPD	Páginas 9 de 13	

Solución indicadora de N,N-dietil-p-fenilendiamina (DPD): 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 en agua destilada sin cloro que contengan 8 mL de H_2SO_4 (1+3) y 0,2g de EDTA disódico. Complete con aguas destilada hasta 1 L, guárdelo en una botella marrón con tapón de vidrio en la oscuridad y deséchelo cuando se decolore. Compruebe periódicamente la absorbancia del blanco de la solución y deséchelo cuando la absorbancia a 515 nm exceda de 0,002 /cm. (El tampón y el sulfato indicador están disponibles comercialmente como reactivo combinado en forma de polvo estable). **PRECAUCIÓN:** El oxalato es tóxico; tenga cuidado de evitar su ingestión.

Titulador estándar de sulfato de amonio ferroso (FAS): Disolver 1,106g $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ en agua destilada que contiene 1 mL H_2SO_4 1+3 y completar hasta 1 L con agua destilada recién hervida y enfriada. Este estándar se puede usar durante 1 mes y el título se verifica con dicromato de potasio. Para este propósito, agregue 10 mL de H_2SO_4 1+5, 5 mL de H_3PO_4 concentrado y 2 mL de indicador de sulfonato de difenilamina de bario al 0,1% a una muestra de 100mL de FAS y títule con dicromato de potasio hasta un punto final violeta que persista durante 30s. El titulador FAS equivalente a 100 μg de Cl como Cl_2 /1,00 mL requiere 20,00 mL de dicromato para la titulación.

Yoduro de potasio (KI), cristales.

Solución de yoduro de potasio: disuelva 0,5g de KI y diluya a 100 mL, usando agua destilada recién hervida y enfriada. Conservar en un frasco con tapón de vidrio marrón, preferiblemente en nevera. Desechar cuando la solución se vuelva amarilla.

Solución de dicromato de potasio: 0,691 g llevar a 1000 mL.

Difenilaminesulfonato de bario 0,1%: Disolver 0,1g $(C_6H_5NHC_6H_4-4-SO_3)_2Ba$ en 100 mL de agua destilada.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código: STLABIN-03	Versión 01
Instructivo de Cloro Combinado, Residual y Total SM 4500-CI F Titulación ferrosa DPD	Páginas 10 de 13	

Solución de arsenito de sodio: disuelva 5,0 g de NaAsO_2 en destilada o embotellada y diluir a 1 L.

(PRECAUCIÓN: Tóxico; tenga cuidado de evitar la ingestión).

Solución de tioacetamida: Disuelva 0,250g de CH_3CSNH_2 en 100mL de agua destilada.

(PRECAUCIÓN: Agente sospechoso de cáncer. Tenga cuidado de evitar el contacto con la piel o la ingestión).

Agua sin demanda de cloro: Prepare el agua sin demanda de cloro agua destilada o desionizada de buena calidad agregando suficiente cloro para dar 5 mg/L de cloro libre. Después de reposar 2 días, esta solución debe contener al menos 2 mg/L de cloro libre; si no, deséchelo y obtenga agua de mejor calidad. Elimine el cloro libre restante colocando el recipiente a la luz del sol o irradiando con una lámpara ultravioleta. Después de varias horas, tome la muestra, agregue KI y mida el cloro total con un método colorimétrico usando un tubo Nessler para aumentar la sensibilidad. No lo use antes de que se haya eliminado el último rastro de cloro libre y combinado.

El agua destilada comúnmente contiene amoníaco y también puede contener agentes reductores. Recoja agua destilada o desionizada de buena calidad en un recipiente sellado del que pueda extraerse agua por gravedad. A la entrada de aire del recipiente, agregue una trampa de H_2SO_4 que consiste en un tubo de ensayo grande medio lleno con 1 + 1 H_2SO_4 conectado en serie con un tubo de ensayo similar pero vacío. Coloque ambos tubos de ensayo con tapones y tubos de entrada que terminen cerca de la parte inferior de los tubos y tubos de salida que terminen cerca de la parte superior de los tubos. Conecte el tubo de salida de la trampa que contiene H_2SO_4 al recipiente de agua destilada, conecte el tubo de entrada a la salida del tubo de ensayo vacío. El tubo de ensayo vacío evitará la descarga a la atmósfera de H_2SO_4 debido a los cambios de presión inducidos por la temperatura. Almacenada en un recipiente de este tipo, el agua sin demanda de cloro es estable durante varias semanas a menos que se produzca un crecimiento bacteriano.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código: STLABIN-03	Versión 01
Instructivo de Cloro Combinado, Residual y Total SM 4500-CI F Titulación ferrosa DPD	Páginas 11 de 13	

Solución de glicina: Disuelva 20 g de glicina (ácido aminoacético) en suficiente agua sin demanda de cloro para alcanzar un volumen total de 100 mL. Almacene bajo condiciones refrigeradas y deséchelo si se desarrolla nubosidad.

Cristales de cloruro de bario ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

4.8.3. MATERIALES

- Elermeyers de 250 mL
- Pipetas de 5 mL
- Pipeteadores
- Matraces de 1000 mL

5. DESARROLLO

Las cantidades indicadas a continuación son adecuadas para concentraciones de cloro total de hasta 5 mg/L. Si el cloro total excede los 5 mg/L, use una muestra más pequeña y diluya hasta un volumen total de 100 mL. Mezcle los volúmenes habituales de reactivo tampón y la solución indicadora de DPD, o la cantidad habitual de polvo de DPD, con agua destilada antes de agregar suficiente muestra para llevar el volumen total a 100 mL. (Si la muestra se agrega antes del tampón, la prueba no funciona).

Si hay cromato presente (> 2 mg/L) agregue y mezcle 0,2g de ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) /100mL de muestra antes de agregar otros reactivos. Si, además, el sulfato es > 500 mg/L, utilice 0,4 g de ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) / 100mL de muestra.

Cloro libre o cloramina: Coloque 5 mL de reactivo tampón y 5 mL de la solución indicadora de DPD en un matraz de titulación y mezcle (o use aproximadamente 0,500g de polvo de DPD). Añada 100 mL de muestra o muestra diluida y mezcle.

- Para determinar Cloro libre títule rápidamente con FAS hasta que se elimine el color rojo.
- Para las monocloramina, agregue un cristal muy pequeño de KI (aproximadamente 0,5 mg) o 0,1 mL (2 gotas) de solución de KI y mezclar. Continúe titulado hasta que el color rojo se descargue nuevamente.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código: STLABIN-03	Versión 01
Instructivo de Cloro Combinado, Residual y Total SM 4500-Cl F Titulación ferrosa DPD	Páginas 12 de 13	

- Dicloramina, agregue varios cristales de KI (aproximadamente 1g) y mezcle para disolver. Deje reposar durante 2 min y continúe titulando hasta que desaparezca el color rojo. Para concentraciones de dicloramina superiores a 1 mg/L, deje reposar 2 minutos más si el cambio de color indica una reacción ligeramente incompleta. Cuando no se espera que las concentraciones de dicloramina sean altas, use la mitad de la cantidad especificada de KI.
- Procedimiento simplificado para cloro libre y combinado o cloro total mirar procedimiento anterior para obtener monocloramina y dicloramina juntas como cloro combinado. Para obtener el cloro total en una lectura, agregue la cantidad total de KI al inicio, con las cantidades especificadas de reactivo tampón e indicador DPD, y títule después de 2 minutos de reposo.

Tricloruro de nitrógeno: Coloque un cristal muy pequeño de KI (aproximadamente 0,5 mg) o 0,1 mL de solución de KI en un matraz de titulación. Agregue 100mL de muestra y mezcle. Agregue el contenido a un segundo matraz que contenga 5 mL de reactivo tampón y solución indicadora de DPD (o agregue aproximadamente 0,500 g de polvo de DPD directamente al primer matraz). Valorar rápidamente con el valorante FAS estándar hasta que se elimine el color rojo.

Cloro libre en presencia de bromo o yodo: Determine el cloro libre como en el párrafo anterior. A una segunda muestra de 100 mL, agregue 1 mL de solución de glicina antes de agregar DPD y tampón. Valorar de acuerdo con el anterior.

5.1. CÁLCULOS Y EXPRESION RESULTADOS

Para una muestra de 100 mL, 1,00 mL de titulante FAS estándar = 1,00 mg de Cl como Cl₂/L.

Reading	NCl ₃ Absent	NCl ₃ Present
A	Free Cl	Free Cl
B - A	NH ₂ Cl	NH ₂ Cl
C - B	NHCl ₂	NHCl ₂ + 1/2NCl ₃
N	—	Free Cl + 1/2NCl ₃
2(N - A)	—	NCl ₃
C - N	—	NHCl ₂



SERVICIUDAD E.S.P.	Código: STLABIN-03	Versión 01
Instructivo de Cloro Combinado, Residual y Total SM 4500-CI F Titulación ferrosa DPD	Páginas 13 de 13	

En el caso de que la monocloramina esté presente con NCl_3 , se incluirá en N, en cuyo caso se obtendrá NCl_3 a partir de 2 (N-B).

El dióxido de cloro, si está presente, se incluye en A en la medida de una quinta parte de su contenido total de cloro.

En el procedimiento simplificado para cloro libre y combinado, solo se requieren A (Cl libre) y C (Cl total). Obtenga cloro combinado de C-A.

El resultado obtenido en el procedimiento simplificado de cloro total corresponde a C.

Registro el resultado en el formato STLABFO-29 "Registro de Resultados Primarios"

5.2. PRECISIÓN Y SESGO

Los estudios publicados dan los resultados de nueve métodos utilizados para analizar muestras de agua sintética sin interferencias.

6. REGISTROS

STLABFO-14 "Estandarización de Soluciones"

STLABFO-16 "Gráficos de control"

STLABFO-29 "Registro de Resultados Primarios"

7. ANEXOS

7.1. REFERENCIAS

- Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association. Version vigente. Washington, DC.
- NTC-ISO/IEC 17025 Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibración. Última versión.