



| | | |
|--|-----------------------------|----------------------|
| SERVICIUDAD E.S.P. | Código STLABIN-04 | Versión 01 |
| Instructivo de Cloruros SM 4500-Cl A-B Método Argentométrico | Página 1 de 8 | |

1. OBJETIVO

Establecer el instructivo para la determinación de cloruros para muestras de agua cruda y tratada en los laboratorios de la planta de tratamiento de agua de Serviciudad ESP.

2. ALCANCE Y RESPONSABLES

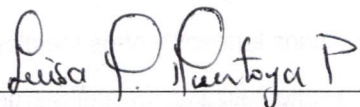

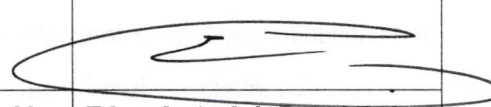
Este instructivo aplica para muestras de agua cruda y tratada en el Laboratorio de Control de Calidad de Agua en la planta de tratamiento de agua de Serviciudad ESP.

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

El cloruro, en forma de iones de cloruro (Cl⁻), es uno de los principales aniones inorgánicos en agua y aguas residuales. El sabor salado producido por las concentraciones de cloruro es variable y

| 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 Ruiz Subgerente Técnico y operativo |
| Fecha: 2024-01-20 | Fecha: 2024-01-25 | Fecha: 2024-01-27 |



| | | |
|--|-----------------------------|----------------------|
| SERVICIUDAD E.S.P. | Código STLABIN-04 | Versión 01 |
| Instructivo de Cloruros SM 4500-CI A-B Método Argentométrico | Página 2 de 8 | |

depende de la composición química del agua. Algunas aguas que contienen 250 mg de Cl⁻/L pueden tener un sabor salado detectable si el catión es de sodio. Por otro lado, el sabor salado típico puede estar ausente en aguas que contienen hasta 1000 mg/L cuando los cationes de predominantes son calcio y magnesio.

La concentración de cloruro es mayor en aguas residuales que en agua cruda porque el cloruro de sodio (NaCl) es compuesto común de la dieta y pasa sin cambios a través del sistema digestivo. A lo largo de la costa del mar, el cloruro puede estar presente en altas concentraciones debido a la fuga de agua salada en el sistema de alcantarillado. También puede aumentarse mediante procesos industriales.

Un alto contenido de cloruro puede dañar las estructuras metálicas, así como las plantas en crecimiento.

4.1. SELECCIÓN DEL MÉTODO

Se presentan seis métodos para la determinación de cloruro. Debido a que los dos primeros son similares en muchos aspectos, la selección es en gran medida una cuestión de preferencia de cada laboratorio. El método argentométrico (SM 4500-CI **B**) es adecuado para aguas relativamente claras cuando el cloruro se presenta entre 0,15 a 10 mg de Cl⁻ en la fracción valorada. El punto final del método de nitrato mercurico (SM 4500-CI **C**) es más fácil de detectar. El método potenciométrico (SM 4500-CI **D**) es adecuado para muestras coloreadas o turbias en las que los puntos finales indicados por el color pueden ser difíciles de observar. El método potenciométrico se puede utilizar sin el paso de pretratamiento para muestras que contienen iones férricos (si no están presentes en una cantidad mayor que la concentración de cloruro), crómico, fosfato, iones ferrosos y otros metales pesados. El método de ferricianuro (SM 4500-CI **E**) es una técnica automatizada. El análisis de inyección de flujo (SM 4500-CI **G**), utiliza una tecnología colorimétrica automatizada y es útil para analizar un gran número de muestras. Determinar preferentemente el cloruro por cromatografía iónica (Sección SM 4110). El cloruro también se puede determinar mediante el método de



| | | |
|--|-----------------------------|----------------------|
| SERVICIUDAD E.S.P. | Código STLABIN-04 | Versión 01 |
| Instructivo de Cloruros SM 4500-Cl A-B Método Argentométrico | Página 3 de 8 | |

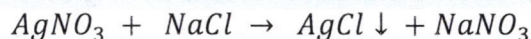
electroforesis de iones capilares (Sección SM 4140). Los métodos 4500-Cl **C** y **G** en los que se utiliza mercurio, un reactivo altamente tóxico, requieren prácticas especiales de eliminación para evitar descargas inadecuadas de aguas residuales. Siga los procedimientos reglamentarios apropiados (ver Sección SM 1090).

4.2. TOMA, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LAS MUESTRAS

Recoja muestras representativas en botellas de vidrio o plástico limpias y químicamente resistentes. La porción de muestra máxima requerida es de 100 mL. No es necesario ningún conservante especial si la muestra se va a almacenar

4.3. PRINCIPIO DEL MÉTODO

En una solución neutra o ligeramente alcalina, el cromato de potasio puede indicar el punto final de la valoración del cloruro con nitrato de plata. El cloruro de plata se precipita cuantitativamente antes de que se forme el cromato de plata rojo.



4.4. INTERFERENCIAS

Las sustancias en cantidades que normalmente se encuentran en el agua potable no interfieren. El bromuro, yoduro y cianuro se registran como concentraciones equivalentes de cloruro. Los iones sulfuro, tiosulfato y sulfito interfieren, pero pueden eliminarse mediante tratamiento con peróxido de hidrógeno. El ortofosfato en exceso de 25 mg/L interfiere precipitando como fosfato de plata. El hierro en exceso de 10 mg/L interfiere enmascarando el criterio de valoración.



| | | |
|--|-----------------------------|----------------------|
| SERVICIUDAD E.S.P. | Código STLABIN-04 | Versión 01 |
| Instructivo de Cloruros SM 4500-Cl A-B Método Argentométrico | Página 4 de 8 | |

4.5. CONTROL DE CALIDAD

Demostración inicial de la capacidad (DIC): Cada analista en el laboratorio debe realizarlo al menos una vez antes de analizar cualquier muestra para demostrar el dominio en la realización del método y la obtención de resultados aceptables para cada analito. El DIC también se usa para demostrar que las modificaciones de un laboratorio a un método producirán resultados tan precisos y exactos como los producidos por el método de referencia. Como mínimo, incluya un blanco de reactivo y al menos cuatro BFL en una concentración entre uno y cuatro veces el límite de reporte del método (MLR/LMR).

Verificación de la Estandarización: Estandarizar el nitrato 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".

Precisión y sesgo: Una muestra sintética que contiene 241 mg de Cl/L, 108 mg de Ca/L, 82 mg Mg/L; 3,1 mg K/L, 19,9 mg Na/L, 1,1 mg NO₃-N/L, 0,25 mg NO₂-N/L, 259 mg SO₄²⁻/L y 42,5 mg de alcalinidad total/L (contribuido por NaHCO₃) en agua destilada, fue analizada en 41 laboratorios por el método argentométrico, con una desviación estándar relativa del 4,2% y un error relativo de 1,7%.

4.6. 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 la disposición final con empresa externa.



| | | |
|--|-----------------------------|----------------------|
| SERVICIUDAD E.S.P. | Código STLABIN-04 | Versión 01 |
| Instructivo de Cloruros SM 4500-Cl A-B Método Argentométrico | Página 5 de 8 | |

4.7. EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS

4.7.1. EQUIPOS Y MATERIALES

Para esta metodología se puede utilizar una bureta digital o bureta de vidrio de 50 mL, erlenmeyer de 250 mL. Para la preparación de soluciones se utiliza una balanza analítica.

4.7.2. REACTIVOS Y ESTÁNDARES

- **Solución indicadora de cromato de potasio:** Disolver 50 g $KCrO_4$ en un poco de agua destilada. Añadir solución de $AgNO_3$ hasta que se forme un precipitado rojo definido. Deje reposar 12 h, filtre y diluya a 1 L con agua destilada.
- **Valorante estándar de nitrato de plata, 0.0141M (0.0141N):** Disolver 2,395 g de $AgNO_3$ en agua destilada y diluir a 1000 mL. Estandarizar contra NaCl por el procedimiento descrito a continuación. Almacenar en una botella marrón.
- **Cloruro de sodio estándar, 0.0141M (0.0141N):** Disolver 824 mg de NaCl (secado a 140 °C) en agua destilada y diluir a 1000 mL.
1 mL equivale a 500 μ g Cl.
- **Reactivos especiales para la eliminación de interferencias**
 - a) **Suspensión de hidróxido de aluminio:** Disolver 125 g de sulfato de aluminio y potasio ($AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$) o sulfato de aluminio y amonio ($AlNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$), en 1 L de agua destilada. Calentar a 60°C y adicionar 55 mL de hidróxido de amonio concentrado (NH_4OH) lentamente con agitación. Deje reposar aproximadamente 1 h, transfiera a un recipiente grande y lave el precipitado con adiciones sucesivas, mezclando a fondo y decantado con agua destilada, hasta que esté libre de cloruros. Cuando está recién preparado, la suspensión ocupa un volumen aproximado de 1L.



| | | |
|--|-----------------------------|----------------------|
| SERVICIUDAD E.S.P. | Código STLABIN-04 | Versión 01 |
| Instructivo de Cloruros SM 4500-CI A-B Método Argentométrico | Página 6 de 8 | |

- b) *Solución indicadora de fenolftaleína.*
- c) *Hidróxido de sodio (NaOH), IN.*
- d) *ácido sulfúrico (H₂SO₄), IN.*
- e) *Peróxido de hidrógeno (H₂O₂), 30%.*

5. DESARROLLO

5.1. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Utilice una muestra de 100 mL o una porción adecuada diluida a 100 mL en un erlenmeyer. Si la muestra presenta un valor de color alto, agregue 3 mL de la suspensión de Al(OH)₃, mezcle, deje reposar y filtre.

Si hay sulfuro, sulfito o tiosulfato, añada 1 ml de H₂O₂ y agite durante 1 min.

5.2. VALORACIÓN

Valorar directamente las muestras en el rango de pH de 7 a 10. Ajuste el pH de la muestra a 7 a 10 con H₂SO₄ o NaOH si no está en este rango. Para el ajuste, utilice preferiblemente un medidor de pH con un electrodo de referencia sin cloruro. (Si sólo hay un electrodo de tipo cloruro disponible, determine la cantidad de ácido o álcali necesaria para ajustar y deseche esta porción de muestra. Tratar una porción separada con ácido o álcali requerido y continúe con el análisis.) Añadir 1 mL de solución indicadora KCrO₄ y homogenice. Valore con el valorante AgNO₃ estándar a un punto final de color amarillo rosáceo. Sea coherente en el reconocimiento del punto final. Aplique la fórmula para calcular la concentración y repórtela en los formatos correspondientes.

Nota: Analice los controles de calidad correspondientes al método y registre los resultados en el formato STLABFO-16 "Gráficos de control"



| | | |
|--|-----------------------------|----------------------|
| SERVICIUDAD E.S.P. | Código STLABIN-04 | Versión 01 |
| Instructivo de Cloruros SM 4500-Cl A-B Método Argentométrico | Página 7 de 8 | |

5.3. ESTANDARIZACIÓN DE NITRATO DE PLATA

Medir volumétricamente por triplicado 10 mL de la solución de estándar de cloruro de sodio 0.0141 N. Estandarice con AgNO_3 , y registre los volúmenes consumidos en el formato STLABFO-14 Estandarización de Soluciones. Proceda de la misma manera para establecer el valor de un blanco del reactivo. Una muestra blanco, requiere entre 0,2 a 0,3 mL habitualmente. Calcule la normalidad, envase y rotule.

5.4. CÁLCULOS Y EXPRESION RESULTADOS

5.4.1. CÁLCULO PARA LAS MUESTRAS

$$mg \frac{Cl^-}{L} = \frac{(A - B) \times N \times 35450}{mL \text{ muestra}}$$

Dónde:

A = volumen de gastado de AgNO_3 en mL para la muestra

B = volumen de gastado de AgNO_3 en mL para blanco

N = Normalidad de AgNO_3

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

5.4.2. CÁLCULO PARA LA NORMALIDAD DEL AgNO_3

$$N = \frac{mg \text{ Cl}^- / L \times A}{(B - C) \times 35350}$$

A = Volumen de NaCl 0.0141

B = Volumen gastado de AgNO_3 para el NaCl

C = Volumen gastado de AgNO_3 para el blanco



| | | |
|--|-----------------------------|----------------------|
| SERVICIUDAD E.S.P. | Código STLABIN-04 | Versión 01 |
| Instructivo de Cloruros SM 4500-Cl A-B Método Argentométrico | Página 8 de 8 | |

Tener en cuenta en la ecuación anterior se debe calcular primero este valor:

$$mg \text{ NaCl/L} = (mg \frac{Cl^-}{L}) \times 1,65$$

6. REGISTROS

STLABFO-16 "Gráficos de control"

STLABFO-14 "Estandarización de Soluciones"

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.