



1. OBJETIVO/ALCANCE

Establecer un procedimiento operativo de ensayo en los Laboratorios del Sistema SIGLA para la determinación de cloro residual libre y cloro residual total en muestras de agua de los procesos de potabilización, aguas cloradas de fuentes subterráneas y aguas en el sistema de distribución.

Se determina el contenido de cloro libre y cloro total en muestras de agua entre 0,0 y 5,0 mg/L. Para muestras fuera del rango se realiza la mínima dilución posible.

2. REFERENCIAS

- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION, WATER ENVIRONMENT FEDERATION. Standards Methods for the Examination of Water and Wastewater. 22th Edition 2012 4500-Cl G.
- HACH 2-DR/2010 SPECTROPHOTOMETER HANDBOOK, 1996.
- Procedimiento de gestión técnico PG.GL.AE.03 Control de calidad de ensayos.
- Procedimiento técnico PT.QC.XX– Actividades generales del Fisicoquímico del LC o Laboratorio Regional Ambiental, Laboratorio UUM, Laboratorio UGD.
- Instructivo de Determinación de Cloro residual libre y total rango bajo 0.0 a 2.0 mg/L Cl₂ Colorímetro HACH POCKET ITM.QC.03.01
- Instructivo de Determinación de Cloro residual libre y total rango alto 2.0 a 5.0 mg/L Cl₂ Colorímetro HACH POCKET ITM.QC.03.02
- Instructivo para la determinación de Cloro con Fotómetro pcMultidirect ITM.QC.27.01
- Determinación de Cloro residual libre con comparador LOVIBOND 2000 ITM.QC.03.03
- Determinación de Cloro residual total con comparador LOVIBOND 2000 ITM.QC.03.04
- Instructivo para determinación de Cloro con fotómetro HANNA ITM.QC.XX.YY
- Instructivo para determinación de Cloro con fotómetro OAKTON ITM.QC.03.YY
- Instructivo para determinación de Cloro con Interferencias ITM.QC.03.YY.
- Procedimiento de Gestión PG.IF.0X- Gestión de la información en el SIGLA
- Procedimiento de Gestión PG.SE.0X- Gestión de la seguridad en el SIGLA
- Manual de instrucciones Pocket Colorimeter™II HACH.
- Manual de instrucciones del Colorímetro DR 900 HACH.
- Manual de instrucciones de Espectrofotómetro DR 4000 HACH.
- Manual de instrucciones del Colorímetro OAKTON
- Ficha de datos de seguridad según 1907/2006/CE, Artículo 31. DPD total tablets Lovibond, Revisión 11.09.2007 y 14077-99 DPD Free Chlorine Reagent, Hach Revision 29.06.2005.



3. DEFINICIONES

SIGLA: Sistema Integrado de Gestión de Laboratorios.

Cloro residual: Concentración de cloro remanente expresado como mg Cl_2 / L.

Cloro Libre residual: Es la cantidad de cloro residual libre que queda en el agua formado por Cloro molecular acuoso (Cl_2), Hipoclorito y Ácido hipocloroso, en concentraciones relativas que dependen del pH y temperatura.

Cloro Total residual: Es la cantidad total de cloro disponible (libre y combinado).

Cloro combinado: Es la parte del cloro total en forma de compuestos con amoníaco y otros compuestos orgánicos. La presencia y concentraciones de estas formas combinadas dependen del pH, temperatura, concentración de cloro inicial, demanda de cloro y del tiempo de contacto.

4. RESPONSABILIDADES

El desarrollo del análisis es responsabilidad de todo muestreador o analista de los Laboratorios del SIGLA.

La verificación del análisis (supervisión técnica) es responsabilidad del Técnico, Analista Técnico (Área Fisicoquímicos), del Jefe del Laboratorio Regional y/o Regional Ambiental, Técnico o Jefe del Laboratorio (LUUM) y Técnico o Jefe del Laboratorio (UGD) o el suplente designado en cualquiera de los casos.

5. PRINCIPIOS DEL MÉTODO

El cloro residual puede estar como cloro libre o combinado. El cloro libre resulta de la hidrólisis de cloro molecular o hipoclorito agregado inicialmente, consiste en cloro molecular acuoso, ácido hipocloroso e ión hipoclorito.

El cloro combinado es la reacción de cloro libre con amoníaco y ciertos compuestos nitrogenados formando principalmente monocloraminas, dicloraminas y tricloruro de nitrógeno. La presencia y concentraciones de estas formas combinadas dependen del pH, temperatura, concentración de cloro inicial, demanda absoluta de cloro y tiempo de reacción.

El cloro libre es un fuerte agente oxidante y es inestable en aguas naturales. El pH, temperatura, salinidad y la luz solar influyen en la descomposición del cloro libre en agua. Reacciona rápidamente con varios compuestos inorgánicos y más lentamente con compuestos orgánicos oxidantes.

El cloro combinado y el cloro libre pueden estar presentes simultáneamente.



El cloro residual libre en presencia de reactivo DPD(N,N-diethyl-p-phenylenediamine) reacciona instantáneamente formándose un compuesto de color rojo que se determina colorimétricamente por comparación visual, fotométrica o espectrofotométrica.

El cloro residual total en presencia de reactivo DPD(N,N-diethyl-p-phenylenediamine) con Ioduro de Potasio reacciona desarrollando un compuesto de color rojo que se determina colorimétricamente por comparación visual, fotométrica o espectrofotométrica.

La concentración de Cloro libre o total se determina utilizando la calibración de fábrica del equipo o a partir de una curva de calibración realizada, de acuerdo a lo indicado para cada equipo, en base a soluciones estándares de Cloro o Permanganato de Potasio de concentraciones conocidas. La comparación visual se realiza utilizando discos calibrados.

También es posible diferenciar fracciones del Cloro Combinado, usando los reactivos y tiempos apropiados.

6. CONSIDERACIONES DE SEGURIDAD

- Usar lentes protectores para proteger de salpicaduras y túnica para proteger la ropa o ropa adecuada para muestreo en campo.
- No tocar con las manos el DPD o cualquier material que haya estado en contacto con el mismo.
- Descartar el envoltorio del reactivo en un lugar apropiado. Si éste es utilizado en campo, desecharlo en una bolsa para luego darle un descarte final en el Laboratorio.
- Descartar el contenido de la celda de medida dejando correr abundante agua.
- Si se realiza la determinación de Cloro con interferencias se debe gestionar la disposición de los residuos de Arsénico.

7. INTERFERENCIAS

- Color y turbidez, lo cual se compensa con el cero del fotómetro utilizando como blanco la muestra.
- Contaminantes orgánicos, agentes oxidantes fuertes, altas concentraciones de monocloraminas, Cu^{+2} , Fe^{+3} , Mn^{+7} y Mn^{+2} pueden interferir. Si se sospecha de la presencia de las especies citadas anteriormente evaluar la realización del ensayo de acuerdo al instructivo de Determinación de Cloro con Interferencias.
- Las temperaturas bajas dificultan la disolución del DPD, el sólido remanente no interfiere si se deja decantar 30 segundos con comparador de disco.
- Las concentraciones de cloro mayores a 5 mg/L de Cl_2 pueden decolorar el compuesto formado entre el DPD y el Cloro (o primero un color muy intenso que se aclara y desaparece rápidamente), por lo que se deben analizar diluciones apropiadas de las muestras. En estas condiciones además de evaluar el olor de la muestra se debería determinar Cloro con interferencias.
- Se utilizan celdas exclusivas para la determinación de cloro libre y cloro total.



- Todo el material de vidrio debe ser enjuagado exhaustivamente con agua destilada después de realizado el ensayo, ya que sólo trazas de ioduro de potasio presentes en el reactivo DPD para cloro total pueden causar el desarrollo de color de las cloraminas interfiriendo en el análisis de cloro libre. En todo momento se debe evitar la contaminación por intercambio de materiales de la determinación de cloro libre con la determinación de cloro total.

8. CONSERVACIÓN Y MANIPULACIÓN DE LAS MUESTRAS

La determinación de cloro libre se realiza en el momento de extracción de la muestra.

La determinación de cloro total se realiza in situ o en el laboratorio.

Si la determinación de cloro libre no fue determinada en campo o si se requiere, realizarla en el Laboratorio lo antes posible.

La muestra se recolecta en recipientes de vidrio o plástico, sin cámara de aire, manteniendo la muestra refrigerada preferentemente según PT.QC.XX

Realizar la determinación de cloro total lo antes posible luego de realizado el muestreo.

Evitar la agitación y exposición a la luz solar o calor.

9. MATERIALES, REACTIVOS Y EQUIPOS

- 9.1** Clorímetro "Hach Pocket Colorimeter™ II" o similar equipado de un filtro con una transmisión en el rango de 490 nm a 530 nm de longitud de onda y con un camino óptico de 1cm o mayor o comparadores visuales con discos o espectrofotómetro.
- 9.2** Celdas de vidrio o plástico adecuadas
- 9.3** Medidor de pH.
- 9.4** Reactivo en polvo o pastillas DPD para cloro libre y cloro total.
- 9.5** Agua destilada y/o deionizada.
- 9.6** Agua de dilución libre de demanda de cloro (preparada según SMEWW Ed. 20 sección 4500-Cl C.3m ó agua destilada para inyección USP)
- 9.7** Estándares adecuados al instrumento utilizado.
- 9.8** Estándares secundarios de verificación.

10. PROCEDIMIENTO ANALÍTICO

Nota 1: Leer en el sachet o la pastilla de DPD la cantidad de muestra necesaria para la determinación. Ver instructivo

Nota 2: Verificar que el sachet o la pastilla corresponde al cloro residual que se quiere determinar libre o total



Nota 3: El encendido, verificación y ajuste de los equipos usados en los Laboratorios del SIGLA y la medida de las muestras se realiza según los instructivos **ITM.QC.03.01** al **ITM.QC.03.XX**.

DETERMINACIÓN DE CLORO RESIDUAL LIBRE Y TOTAL

- a) Para el caso de los fotómetros llenar la celda de medida hasta la línea blanca (aforo) de 10 mL (o la cantidad adecuada para el equipo) con la muestra sin reactivo y colocarla en el compartimento del instrumento, tapar y hacer la corrección de cero del instrumento.
- b) Para el caso de los comparadores de disco llenar la celda de medida hasta la línea de 10 mL (aforo) (o la cantidad adecuada para el equipo) con la muestra sin reactivo y colocarla en la izquierda del comparador.
- c) Agregar el contenido de un sachet o una pastilla de reactivo DPD para 10 mL (o la cantidad adecuada para el equipo) y agitar suavemente el tiempo declarado por el fabricante para la marca de DPD utilizado. Colocar la celda en el compartimento del instrumento, tapar y realizar la lectura de acuerdo al instructivo correspondiente
- d) Registrar el resultado expresado en mg/L de cloro libre en el formulario fisicoquímico FTP.QC.01.01 (Laboratorio Central) o FTP.LM.XX.YY de acuerdo al muestreo que corresponda o en el formulario indicado para cada componente del SIGLA.
- e) Si el instrumento indica que se ha excedido el rango proceder de acuerdo a lo recomendado por el fabricante para alta concentración de cloro repitiendo la determinación.

Para concentraciones de cloro altas se agrega **dos sachets de reactivo DPD libre para 5 mL de muestra**. En caso de utilizarse curva de calibración se diluye la muestra con agua libre de demanda de cloro.

11. INFORME DE RESULTADOS/REGISTROS

- Se informan los resultados en mg/L de Cloro Libre o Cloro Total con una cifra decimal.
- Para valores de cloro menores de 0,1 mg /L se informa “ < 0,1 mg/L de Cl₂”
- Si el instrumento es HANNA el límite de cuantificación es 0.2 mg/L y se informa “ < 0,2 mg/L de Cl₂ “
- Para valores de cloro mayores a 5,0 mg/L se informa “ > 5,0 mg/L de Cl₂” en todos los casos
- Para subsistemas o sistemas con postcloración se informa el valor de cloro residual libre y total obtenido en el rango alto hasta 8,8 mg/L de Cloro con una cifra decimal.



- Se registran los resultados de las muestras en el Formulario de Análisis Fisicoquímico FTP.QC.01.01 (ver PT.QC.XX) o el formulario indicado para cada componente del SIGLA.
- El análisis finaliza con la supervisión técnica (firma y fecha en el Formulario de Análisis Fisicoquímico y la Hoja de Control o el formulario indicado para cada componente del SIGLA).
- Los registros se guardan por cinco años en el Área correspondiente en el mueble destinado a tal fin, el año en curso y en el depósito de Laboratorio en el área de guardado de documentación.

12. CONTROL DE CALIDAD/ASEGURAMIENTO DE CALIDAD

12.1 Siempre que el cloro residual libre sea <0.1 mg/L (o <0.2 mg/L si el instrumento es HANNA) debe realizarse la determinación de Cloro residual total entre otros para estimar el contenido de cloraminas.

12.2 Secuencia recomendada para evaluar realizar la determinación de Cloro con interferencias

- Realizar la “Determinación de calidad de olor-sabor “ conjuntamente con la determinación de cloro residual libre y total
- Si no se percibe olor a cloro o productos derivados de cloro en el Laboratorio es recomendable realizar la determinación de Cloro con interferencias, si es posible.

12.3 Verificar siempre que las celdas estén limpias (ausencia de coloraciones en las superficies)

12.4 Si la medida es en el Laboratorio:

- Se realiza al menos un blanco reactivo por semana, se registra en la Hoja de Control y en el gráfico de control de “Blanco de Cloro” FTM.QC.03.XX como se indica en el procedimiento técnico PT.QC.04.
- Luego de cada mantenimiento del equipo y al menos una vez al mes, se verifica el clorímetro con estándares secundarios o soluciones patrón de verificación. Cada uno de los estándares se miden tres veces en su rango respectivo y los resultados se registran en el formulario FTM.QC.03.XX. Si alguno de los valores queda por fuera del intervalo indicado en el certificado correspondiente a cada set de estándares, el equipo no puede usarse en ese rango y se recomienda su envío a revisión.

12.5 Si la medida se realiza en sitio:

- Antes de salir a muestrear se verifica el equipo de acuerdo al instructivo de uso del mismo. El resultado de la verificación o chequeo se registra en el formulario FTM.QC.03.XX Chequeo- Clorímetro.



- Al regreso se verifica nuevamente el equipo y se liberan los resultados siguiendo el procedimiento de gestión PG.AE.XX Aseguramiento de Calidad

13. NATURALEZA DE LA REVISIÓN

Primera versión armonizada.

14. ANEXO

No aplica

LA IMPRESION DEL PRESENTE DOCUMENTO GENE A UNA COPIA NO SUJETA A ACTUALIZACION