



CALIDAD DEL AGUA - DETERMINACIÓN DE CLORO LIBRE Y CLORO TOTAL - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-108-1992)

WATER QUALITY - DETERMINATION OF FREE AND TOTAL CHLORINE - TEST METHOD

0 INTRODUCCIÓN

La cloración de aguas se utiliza para destruir o desactivar a los microorganismos causantes de enfermedades. El tratamiento en aguas potables mejora la calidad del agua por reacción del cloro con el amoníaco, hierro, manganeso, sulfuros y algunas sustancias orgánicas; sin embargo también puede producir efectos adversos. El color y olor característico de Fenoles y otros compuestos orgánicos presentes en el agua puede intensificarse además de formar compuestos carcinogénicos.

El cloro aplicado al agua sufre diversas reacciones para producir cloro libre que consiste en cloro molecular acuoso, ácido hipocloroso e ion hipoclorito. A su vez el cloro libre es capaz de reaccionar fácilmente con el amoníaco y ciertos compuestos de nitrógeno formando cloro combinado produciendo monocloramias, dicloroaminas y tricloruro de nitrógeno (compuestos potencialmente cancerígenos). La concentración y presencia de las especies de cloro libre y combinado depende de la temperatura, pH, proporción Cl_2/N y tiempo de reacción. Tanto el cloro libre como el combinado pueden presentarse simultáneamente en el agua. En aguas naturales, tratadas y residuales tratadas es posible determinar la concentración de cloro libre, cloro combinado y cloro total, en el caso de cloro combinado es posible hacer una diferenciación entre monocloramias, dicloroaminas y tricloruro de nitrógeno. En aguas residuales no se suele establecer diferenciación entre cloro libre y cloro combinado, debido a que la cloración de aguas residuales raramente alcanza el nivel suficiente para producir cloro libre.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el procedimiento para la determinación en laboratorio de cloro libre y total en concentraciones mayores de 18 mg de Cl_2/L .

2 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de esta norma se deben consultar las siguientes norma mexicanas vigentes

NMX-AA-003-1980	Aguas residuales - Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 25 de marzo de 1980.
NMX-AA-014-1980	Cuerpos receptores - Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 5 de septiembre de 1980.

3 PRINCIPIO DEL MÉTODO

El principio de este método se basa en la reacción instantánea entre el cloro libre con el N,N-dietil-p-fenilendiamina (DFD) en ausencia de iones yoduro, reacciona en su forma reducida para producir el DFD oxidado de color rojo, el cual se vuelve a reducir valorando con sulfato ferroso amoniacal hasta que el color rojo desaparece. La adición posterior de yoduro de potasio actúa catalíticamente produciendo la liberación de cloro de las cloraminas el cual vuelve a ser valorado en el sistema DFD/Fe(II). La adición se realiza de manera gradual para poder determinar las fracciones correspondientes a mono, dicloraminas y tricloruro de nitrógeno. Cuando no se desee ninguna diferenciación entre las especies de Cloro es posible realizar una simplificación del método determinando cloro total.

4 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta norma se establecen las siguientes definiciones:

4.1 Aguas naturales

Se define como agua natural el agua cruda, subterránea, de lluvia, de tormenta, residual y superficial.

4.2 Aguas residuales

Las aguas de composición variada provenientes de las descargas de usos municipales, industriales, comerciales, agrícolas, pecuarias, domésticos y similares, así como la mezcla de ellas.

4.3 Bitácora

Cuaderno de laboratorio debidamente foliado e identificado, en el cual los analistas anotan todos los datos de los procedimientos que siguen en el análisis de una muestra, así como todas las informaciones pertinentes y relevantes a su trabajo en el laboratorio. Es a partir de dichas bitácoras que los inspectores pueden reconstruir el proceso de análisis de una muestra tiempo después de que se llevó a cabo.

4.4 Blanco analítico o de reactivos

Agua reactivo o matriz equivalente que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos disolventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra problema.

4.5 Calibración

Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento o sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada y los valores correspondientes de la magnitud, realizados por los patrones, efectuando una corrección del instrumento de medición para llevarlo a las condiciones iniciales de funcionamiento.

4.6 Cloraminas

Derivados de amonio por sustitución de uno, dos o tres átomos de hidrógeno con átomos de cloro (monocloraminas NH_2Cl , dicloraminas NHCl_2 y tricloruro de nitrógeno NCl_3) y todos los derivados de compuestos orgánicos nitrogenados, determinados por el método descrito en el procedimiento presente.

4.7 Cloro combinado

Es la fracción de cloro total presente en forma de cloraminas y cloraminas orgánicas.

4.8 Cloro libre

Es el cloro presente en forma de ácido hipocloroso (HOCl), ion hipoclorito (OCl^-) y cloro molecular disuelto.

4.9 Cloro residual

Este término se refiere al cloro presente en agua, cuando ha sido adicionado durante el proceso de cloración.

4.10 Cloro total

Es el cloro presente en formas libre y combinada.

4.11 Descarga

Acción de verter, infiltrar, depositar o inyectar aguas residuales a un cuerpo receptor en forma continua, intermitente o fortuita, cuando éste es un bien del dominio público de la Nación.

4.12 Desviación estándar experimental

Para una serie de n mediciones del mismo mensurando, es la magnitud s que caracteriza la dispersión de los resultados, dado por la fórmula:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

En donde x_i es el resultado de la i -ésima medición y $\bar{x}$ es la media aritmética de los n resultados considerados.

4.13 Disolución estándar

Disolución de concentración conocida preparada a partir de un patrón primario.

4.14 Disolución madre

Corresponde a la disolución de máxima concentración en un análisis. Es a partir de esta disolución que se preparan las disoluciones de trabajo.

4.15 Material de referencia

Material o sustancia en el cual uno o mas valores de sus propiedades son suficientemente homogéneas y bien definidas, para ser utilizadas para la calibración de aparatos, la evaluación de un método de medición, o para asignar valores a los

materiales.

4.16 Material de referencia certificado

Material de referencia, acompañado de un certificado, en el cual uno o más valores de las propiedades están certificados por un procedimiento que establece la trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la cual se expresan los valores de la propiedad, y en el que cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel declarado de confianza.

4.17 Medición

Conjunto de operaciones que tiene por objeto determinar el valor de una magnitud.

4.18 Mensurando

Magnitud particular sujeta a medición.

4.19 Muestra compuesta

La que resulta de mezclar un número de muestras simples. Para conformar la muestra compuesta, el volumen de cada una de las muestras simples debe ser proporcional al caudal de la descarga en el momento de su toma.

4.20 Muestra simple

La que se tome en el punto de descarga, de manera continua, en día normal de operación que refleje cuantitativa y cualitativamente el o los procesos más representativos de las actividades que generan la descarga, durante el tiempo necesario para completar cuando menos, un volumen suficiente para que se lleven a cabo los análisis necesarios para conocer su composición, aforando el caudal descargado en el sitio y en el momento de muestreo.

4.21 Parámetro

Variable que se utiliza como referencia para determinar la calidad del agua.

4.22 Patrón (de medición)

Material de referencia, instrumento de medición, medida materializada o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad o uno o más valores de una magnitud para utilizarse como referencia.

4.23 Patrón nacional (de medición)

Patrón reconocido por una decisión nacional en un país, que sirve de base para

asignar valores a otros patrones de la magnitud concerniente.

4.24 Patrón primario

Patrón que es designado o reconocido ampliamente como un patrón que tiene las más altas cualidades metrológicas y cuyo valor es aceptado sin referencia a otros patrones de la misma magnitud.

4.25 Patrón secundario

Patrón cuyo valor es establecido por comparación con un patrón primario de la misma magnitud.

4.26 Patrón de referencia

Patrón, en general de la más alta calidad metrológica disponible en un lugar dado, o en una organización determinada del cual se derivan las mediciones realizadas en dicho lugar.

4.27 Patrón de trabajo

Patrón que es usado rutinariamente para calibrar o controlar las medidas materializadas, instrumentos de medición o los materiales de referencia.

4.28 Precisión

Es el grado de concordancia entre resultados analíticos individuales cuando el procedimiento analítico se aplica repetidamente a diferentes alícuotas o porciones de una muestra homogénea. Usualmente se expresa en términos del intervalo de confianza o incertidumbre:

$$x = \bar{x} \pm t_{\alpha/2} \frac{s}{\sqrt{n}}$$

donde:

$\bar{x}$	es la media calculada a partir de un mínimo de tres mediciones independientes;
$t_{\alpha/2}$	es el valor de la t de Student para un nivel de significancia del 95 %;
s	es la desviación estándar de la muestra;
n	es el número de réplicas, y
x	es el resultado que incluye el intervalo de confianza.

4.29 Trazabilidad

Propiedad del resultado de una medición o del valor de un patrón por la cual pueda ser relacionado a referencias determinadas, generalmente patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones teniendo todas las incertidumbres determinadas.

4.30 Verificación de la calibración

Una verificación periódica de que no han cambiado las condiciones del instrumento en una forma significativa.

5 EQUIPOS Y MATERIALES

5.1 Equipos

5.1.1 Parrilla de agitación magnética

5.1.2 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg

5.2 Materiales

Todo el material volumétrico utilizado en este método debe ser de clase A con certificado, o en su caso debe estar calibrado.

5.2.1 Bureta graduada de 25 mL de capacidad

5.2.2 Barra magnética

5.2.3 Matraces Erlenmeyer

6 REACTIVOS Y PATRONES

Todos los productos químicos usados en este método deben ser grado reactivo analítico, a menos que se indique otro grado.

Agua: Debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características: a) Resistividad, megohm-cm a 25°C: 0,2 mín; b) Conductividad, $\mu\text{S/cm}$ a 25°C: 5,0 Máx. y c) pH: 5,0 a 8,0.

6.1 Fosfato dibásico de sodio anhidro (Na_2HPO_4)

- 6.2 Fosfato monobásico de potasio anhidro (KH_2PO_4)
- 6.3 Sal disódica del ácido etilendiamin tetra-acético dihidratado (EDTA)
- 6.4 Cloruro de mercurio (HgCl_2)
- 6.5 Oxalato de N,N-dietil-p-fenilendiamina (Oxalato de DFD). Pueden emplearse también el sulfato pentahidratado de DFD y sulfato anhidro de DFD.
- 6.6 Sulfato ferroso amoniacal hexahidratado (SFA) [$\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]
- 6.7 Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4)
- 6.8 Ácido fosfórico concentrado (H_3PO_4)
- 6.9 Difenilaminsulfonato de bario [$(\text{C}_6\text{HSNCH}_2\text{H}_4\text{-4SO}_3)_2\text{Ba}$]
- 6.10 Yoduro de potasio (KI)
- 6.11 Dicromato de potasio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)
- 6.12 Glicina
- 6.13 Tioacetamida (CH_3CSNH_2)
- 6.14 Arsenito de sodio (NaAsO_2)
- 6.15 Disolución amortiguadora de fosfatos. Pesar aproximadamente y con precisión 24 g de fosfato dibásico de sodio anhidro (ver inciso 6.1) y 46 g de fosfato monobásico de potasio anhidro (ver inciso 6.2) y disolver en agua. Pesar aproximadamente y con precisión 800 mg de EDTA (ver inciso 6.3) y mezclar con 100 mL de agua, añadir esta disolución a la anterior. Aforar a 1 L con agua y añadir 20 mg de cloruro de mercurio (ver inciso 6.4) para prevenir la formación de mohos y la interferencia en la prueba de cloro libre causada por cualquier cantidad traza de yoduro en los reactivos. Utilizar agua como se indica en el inciso 6.21
- 6.16 Disolución indicadora N,N-dietil-p-fenilendiamina (DFD). Pesar aproximadamente y con precisión 1 g de oxalato de DFD ó 1,5 g de sulfato de DFD pentahidratado ó 1,1 g de sulfato de DFD anhidro (ver inciso 6.5) y diluir en agua libre de Cloro (ver inciso 6.21) que contenga 8 mL de ácido sulfúrico (1:3) y 200 mg de EDTA. Aforar esta disolución a 1 L, guardar en

un frasco ámbar de vidrio tapado en la obscuridad y desechar cuando la disolución se decolore. Periódicamente revisar la disolución blanco por UV-Vis y desechar cuando la absorbancia a una longitud de onda de 515 nm exceda 0,002 unidades de absorbancia/cm de celda.

- 6.17 Disolución estándar de titulación de sulfato ferroso amoniacal (SFA). Pesar aproximadamente y con precisión 1,106 g de sulfato ferroso amoniacal (ver inciso 6.6) y diluir en agua que contenga 1 mL de ácido sulfúrico (1:3) y aforar hasta 1 L con agua hervida y enfriada. Este patrón puede ser utilizado durante un mes y su valor de titulación se puede revisar con dicromato de potasio. Para ello, añadir 10 mL de ácido sulfúrico (1:5), 5 mL de ácido fosfórico concentrado (ver inciso 6.8) y 2 mL del indicador difenilaminsulfonato de Bario (0,1%) (ver inciso 6.20) a 100 mL de muestra de sulfato ferroso amoniacal y titular con dicromato de potasio 0,1 N (ver inciso 6.19) hasta obtener un color violeta que permanezca durante 30 s.

La disolución de sulfato ferroso amoniacal titulada equivale a 100 μg Cl como Cl_2 por 1,00 mL de disolución.

- 6.18 Disolución de yoduro de potasio (0,5% peso por volumen). Pesar aproximadamente y con precisión 500 mg de yoduro de potasio (ver inciso 6.10) aforar a 100 mL, con agua. Almacenar en un frasco ámbar tapado, preferiblemente en refrigeración. Desechar la disolución cuando cambie a color amarillo.
- 6.19 Disolución de dicromato de potasio (0,1 N). Pesar aproximadamente y con precisión 0,735 g de dicromato de potasio (ver inciso 6.11) y diluir en 1 L de agua para obtener una disolución 0,1 N.
- 6.20 Disolución indicadora de difenilaminsulfonato de bario (0,1%). Pesar aproximadamente y con precisión 0,1 g de difenilaminsulfonato de bario (ver inciso 6.9) y diluir en 100 mL de agua.
- 6.21 Agua libre de cloro. Preparar agua libre de cloro a partir de agua de buena calidad destilada o desionizada por medio de la adición de suficiente cloro para obtener una concentración de 5 mg/L de Cloro libre. Después de guardada la disolución durante dos días, esta debe tener una concentración de al menos 2 mg/L de Cloro libre; si esto no sucede desechar y obtener una de mejor calidad. Remover los residuos de Cloro en el agua colocando los envases a la luz solar o irradiándolos con una lámpara ultravioleta. Al cabo de varias horas tomar una muestra, añadir yoduro de potasio y medir el cloro total con un método colorimétrico, usando un tubo de Nessler para aumentar la sensibilidad. No utilizar esta agua hasta haber eliminado las últimas trazas de cloro libre y combinado.
- 6.22 Disolución de glicina (20%). Pesar aproximadamente y con precisión 20 g

de glicina (ácido aminoacético) (ver inciso 6.12) y diluir en agua libre de cloro (ver inciso 6.21) suficiente para obtener un volumen total de 100 mL. Guardar en refrigeración y desechar cuando se forme nebulosidad.

- 6.23 Solución de arsenito de sodio. Disolver 5,0 g de arsenito de sodio (ver inciso 6.14) en agua destilada y diluir a 1 L. Usar agua (ver inciso 6.21).
- 6.24 Solución de tioacetamida. Disolver 250 mg de tioacetamida (ver inciso 6.13) en 100 mL de agua. Conservar en refrigeración y deséchese cuando presente turbiedad.

7 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

- 7.1 Para aguas residuales o naturales el muestreo debe de realizarse de acuerdo a lo indicado en las normas mexicanas NMX-AA-003 y NMX-AA-014 (ver 2 Referencias).
- 7.2 Deben colectarse al menos 500 mL de muestra en un frasco de vidrio o polietileno.
- 7.3 El análisis de cloro residual debe de hacerse inmediatamente después de que la muestra es colectada evitando exceso de luz y agitación.
- 7.4 Las muestras no deben ser almacenadas para su posterior análisis.

8 CONTROL DE CALIDAD

- 8.1 Cada laboratorio que utilice este método debe operar un programa de control de calidad formal.
- 8.2 El laboratorio debe mantener los siguientes registros:
- Los nombres y títulos de los analistas que ejecutaron los análisis y el encargado de control de calidad que verificó los análisis, y
 - Las bitácoras manuscritas del analista y del equipo en los que se contengan los siguientes datos:
 - a) Identificación de la muestra;
 - b) Fecha del análisis;
 - c) Procedimiento cronológico utilizado;
 - d) Cantidad de muestra utilizada;
 - e) Número de muestras de control de calidad analizadas;
 - f) Trazabilidad de las calibraciones de los instrumentos de medición;

- g) Evidencia de la aceptación o rechazo de los resultados, y
- h) Además el laboratorio debe mantener la información original reportada por los equipos en disquetes o en otros respaldos de información.

De tal manera que permita a un evaluador externo reconstruir cada determinación mediante el seguimiento de la información desde la recepción de la muestra hasta el resultado final.

- 8.3 El material volumétrico utilizado debe ser clase A. Cada vez que se adquiera nuevo material volumétrico debe de realizarse la verificación de la calibración tomando una muestra representativa del lote adquirido.

9 CALIBRACIÓN

Se debe contar con un registro de verificación de la calibración de los equipos y materiales siguientes:

- 9.1 Material volumétrico
- 9.2 Balanza analítica.

10 PROCEDIMIENTO

- 10.1 Cloro libre o cloramina. Tomar 5 mL de disolución amortiguadora de fosfatos (ver inciso 6.15) y 5 mL de la disolución indicadora de DFD (ver inciso 6.16) o 500 mg de polvo de DFD en un matraz de titulación y mezclar. Adicionar 100 mL de la muestra o muestra diluida y mezclar. Deben mezclarse los reactivos antes de adicionar la muestra, como se indica, de lo contrario la reacción no se lleva a cabo.
 - 10.1.1 Cloro libre. Titular rápidamente con la disolución patrón de titulación de sulfato ferroso amoniacal (ver inciso 6.17) hasta la desaparición del color rojo. Registrar el volumen consumido (Lectura A).
 - 10.1.2 Monocloramina. Adicionar a la disolución resultante indicada en el inciso 10.1.1 una pequeña cantidad de yoduro de potasio (alrededor de 0,5 mg) ó 0,1 mL (2 gotas) de la disolución de yoduro de potasio (ver inciso 6.18) y mezclar. Continuar titulando hasta que el color rojo vuelva a desaparecer. Registrar el volumen consumido (Lectura B).
 - 10.1.3 Dicloramina. A la disolución resultante del inciso 10.1.2 adicionar nuevamente alrededor de 1 g de yoduro de potasio y mezclar hasta

disolver. Dejar reposar por 2 min y continuar titulando hasta que el color rojo desaparezca. Registrar el volumen consumido (Lectura C). Para concentraciones de dicloramina mayores a 1 mg/L. dejar reposar durante 2 min más, si el retroceso del color indica que la reacción es incompleta. Cuando no se esperan concentraciones altas de dicloramina, utilizar la mitad de la cantidad de yoduro de potasio especificada.

10.1.4 Método simplificado para cloro libre y combinado o cloro total. Omitir el procedimiento indicado en el inciso 10.1.2 para obtener la monocloramina y dicloramina juntas como cloro combinado. Para obtener el cloro total en una lectura, añadir todo el yoduro de potasio al comienzo, con las cantidades establecidas de disolución amortiguadora y disolución indicadora de DFD y titular después de 2 min de reposo.

10.2 Tricloruro de nitrógeno. Poner una pequeña cantidad de yoduro de potasio (alrededor de 0,5 mg o 0,1 mL de solución) en un matraz de titulación. Añadir 100 mL de la muestra y mezclar. Adicionar el contenido a un segundo matraz que contenga 5 mL de disolución amortiguadora de fosfatos (ver inciso 6.15) y 5 mL de la disolución indicadora de DFD (ver inciso 6.16) o 500 mg de polvo de DFD. Titular rápidamente con la disolución patrón de sulfato ferroso amoniacal (ver inciso 6.17) hasta que el color rojo desaparezca. Registrar el volumen consumido (Lectura N).

10.3 Cloro libre en presencia de bromo o yodo. Determinar el cloro libre como se indica en el inciso 10.1.1. A una segunda muestra de 100 mL añadir 1 mL de la disolución de glicina (ver inciso 6.22) antes de añadir al DFD y la disolución amortiguadora. Titular de acuerdo a lo indicado en el inciso 10.1.1. Restar la segunda lectura de la primera para obtener la lectura A.

11 CÁLCULOS

11.1 Para una muestra de 100 mL, 1,00 mL de la disolución patrón de titulación de Sulfato Ferroso Amoniacal (ver inciso 6.17) = 1,00 mg Cl como Cl_2/L .

Lecturas	NCl_3 ausente	NCl_3 presente
A	Cl libre	Cl libre
B - A	NH_2Cl	NH_2Cl
C - B	NHCl_2	$\text{NHCl}_2 + \text{NCl}_3$

N	-	Cl libre + NCl_3
$2(N - A)$	-	NCl_3
$C - N$	-	NHCl_2

- 11.2 En el caso de que se encuentre monoclaramina presente con NCl_3 , se debe incluir en N, en cuyo caso se debe obtener NCl_3 a partir de $2(N - B)$.
- 11.3 Si se detecta la presencia de dióxido de cloro (ClO_2), se debe incluir en la lectura A hasta una quinta parte de su contenido total de cloro.
- 11.4 En el procedimiento simplificado para cloro libre y combinado, sólo se precisan A (Cloro libre) y C (Cloro total). El cloro combinado se obtiene a partir de $C - A$.
- 11.5 El resultado obtenido en el método simplificado para cloro total corresponde a C.
- 11.6 Todos los valores obtenidos de control de calidad deben reportarse junto con los resultados del análisis.
- 11.7 Reporte los resultados en mg Cl como Cl_2/L con la precisión correspondiente.

12 INTERFERENCIAS

- 12.1 El dióxido de cloro (ClO_2) aparece con el cloro libre, en la proporción de hasta una quinta parte de su contenido total de cloro. Puede obtenerse una respuesta completa de ClO_2 , correspondiente a su contenido total de cloro, si la muestra se acidifica primero en presencia del ion yoduro y subsecuentemente se lleva a un pH aproximadamente neutro por adición de Bicarbonato.
- 12.2 El bromo, bromamina y yodo reaccionan con la disolución indicadora de DFD y aparece con el cloro libre. Si se adiciona la disolución de glicina antes de la determinación del cloro libre, éste se convierte en formas no reactivas, quedando nuevamente el bromo y yodo para la reacción con la disolución de DFD. La resta de estos residuos de la medición residual sin glicina permite la diferenciación de cloro libre de bromo y yodo.
- 12.3 La interferencia más significativa encontrada en el agua es el manganeso

oxidado. Para corregir esta interferencia se debe poner 5 mL de disolución amortiguadora y 0,5 mL de disolución de arsenito de sodio en el matraz de titulación, añadir 100 mL de muestra y mezclar. Añadir 5 mL de la solución indicadora DFD mezclar y titular con titulante SAF hasta que desaparezca el color rojo, debe restar este valor a la lectura A obtenida como se describe en 10.1.1 de este método o de la lectura del cloro total obtenida por el método simplificado. Como alternativa se puede usar tioacetamida 0,25 % añadiendo 0,5 mL a cada 100 mL de muestra.

- 12.4 Hay interferencias por cobre en concentraciones mayores a 10 mg Cu/L, esto se evita adicionando EDTA a los reactivos. El cromato en concentraciones mayores a 2 mg/L también causa interferencia, añadir cloruro de bario para enmascarar esta interferencia por precipitación.
- 12.5 Dado que se utilizan altas concentraciones de yoduro para medir el cloro combinado y las trazas de yoduro incrementan notablemente la interferencia de cloramina durante las mediciones de cloro libre, evitar la contaminación de yoduro lavando el material de vidrio entre cada muestra o usando material separado.
- 12.6 Control del pH. Para obtener resultados precisos, es esencial tener cuidado en el control del pH. Un pH apropiado es aquel que está entre 6,2 a 6,5 dado que el cambio brusco de la coloración permite una mejor apreciación del punto final de la titulación. Un pH demasiado bajo en el primer paso tiende a hacer que la monocloramina aparezca en el paso de cloro libre y la dicloramina en el paso de monocloramina. Un pH demasiado alto causa que el Oxígeno disuelto aporte color.
- 12.7 Control de la temperatura. En todos los métodos de diferenciación de cloro libre y las cloraminas, las temperaturas altas incrementan la tendencia de las cloraminas a reaccionar y dirigir un incremento aparente de los resultados de cloro libre. Las temperaturas altas incrementan también la desaparición del color.

13 SEGURIDAD

- 13.1 No ha sido determinada la carcinogenicidad de todos los reactivos, por lo que cada sustancia química debe tratarse como peligro potencial a la salud. La exposición a estas sustancias debe reducirse al menor nivel posible. Se sugiere que el laboratorio realice inspecciones de higiene ocupacional de cada reactivo a los que pueda estar expuesto el analista y que dichos resultados estén a su disposición.
- 13.2 El cloruro de mercurio es tóxico, por lo que se debe evitar su ingestión.

- 13.3 El oxalato de DFD es tóxico, por lo que se debe evitar su ingestión.
- 13.4 La tioacetamida es un presunto agente cancerígeno, así que su manipulación debe realizarse con extremo cuidado, evitando al máximo su inhalación, ingestión y contacto con la piel y mucosas.

14 MANEJO DE RESIDUOS

- 14.1 Es responsabilidad del laboratorio cumplir con todos los reglamentos federales, estatales y locales, referente al manejo de residuos, particularmente las reglas de identificación, almacenamiento y disposición de residuos peligrosos.
- 14.2 Cada laboratorio debe de contemplar dentro de su programa de control de calidad el destino final de los residuos generados durante las determinaciones.
- 14.3 Todas las muestras que cumplan con la norma de descarga al sistema de alcantarillado pueden ser descargadas en el mismo.

15 BIBLIOGRAFÍA

- | | |
|-------------------|---|
| NOM-001-ECOL-1996 | Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 6 de enero de 1997. |
| NOM-008-SCFI-1993 | Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de octubre de 1993. |
| NOM-127-SSA1-1994 | Salud ambiental - Agua para uso y consumo humano - Límites permisibles de calidad y tratamientos a que debe someterse el agua para su potabilización, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 22 de noviembre de 2000. |
| NMX-AA-089/1-1986 | Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 1. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 15 de julio de 1986. |

- NMX-AA-115-SCFI-2001 Análisis de agua - Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 17 de abril de 2001.
- NMX-AA-116-SCFI-2001 Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 17 de abril de 2001.
- ISO 7393/1-1985 (E) "Determination of free chlorine and total chlorine" International Organization for Standardization, 2nd edition, Switzerland, 1990.
- 4500-CI F "Método titulométrico de la DFD ferrosa", Métodos Normalizados Para el Análisis de Aguas Potables y Residuales, American Public Health Association, USA, 17a. Edición 1989.
- Método 334.4 "Chlorine, Total Residual (Titrimetric, DFD-FAS)" Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes, Environmental Protection Agency (EPA). USA, Environmental Monitoring as Supporting Laboratory, Office of Research and Development, Cincinnati, March 1983.

16 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

**MÉXICO D.F., A
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS**

MIGUEL AGUILAR ROMO



NMX-AA-108-SCFI-2001
17/17

JADS/AFO/DLR/MRG

NMX-AA-108-SCFI-2001

**CALIDAD DEL AGUA - DETERMINACIÓN DE CLORO LIBRE Y
CLORO TOTAL - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-
AA-108-1992)**

**WATER QUALITY - DETERMINATION OF FREE AND TOTAL
CHLORINE - TEST METHOD**

P R E F A C I O

En la elaboración de la presente norma mexicana participaron las siguientes empresas e instituciones:

- CASA ROCAS, S.A. DE C.V.
- CENTRO DE SERVICIOS QUÍMICOS DE AGUASCALIENTES
- CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA
- COMISIÓN ESTATAL DE AGUA Y SANEAMIENTO
- COMISIÓN FEDERAL DE ELECTRICIDAD
- COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE
- CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES
- FISHER SCIENTIFIC MEXICANA, S.A. DE C.V.
- GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
Dirección General de Construcción y Operación Hidráulica;
Dirección General de Normatividad y Apoyo Técnico.
- INSTITUTO MEXICANO DEL PETRÓLEO
- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA

- INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
Escuela Nacional de Ciencias Biológicas.
- INSTITUTO TECNOLÓGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES
Campus Monterrey.
- LABORATORIO DE ECOLOGÍA INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE PEMEX PERFORACIÓN Y MANTENIMIENTO DE
POZOS
- LABORATORIO DE QUÍMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO QUÍMICO INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIOS ABC QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS, S.A. DE
C.V.
- MERCK- MÉXICO, S.A. DE C.V.
- NOVAMANN, S.A. DE C.V.
Laboratorio Control Químico.
- PERKIN ELMER DE MÉXICO, S.A. DE C.V.
- PETROQUÍMICA CANGREJERA, S.A. DE C.V.
- PETROQUÍMICA MORELOS, S.A. DE C.V.

- PETROQUÍMICA PAJARITOS, S.A. DE C.V.
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- SECRETARÍA DE MEDIO AMBIENTE Y RECURSOS NATURALES
Instituto Mexicano de Tecnología del Agua.
- SECRETARÍA DE SALUD
- SERVICIOS AMBIENTALES MULTIPLES E INGENIERÍA, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE INGENIERÍA Y CONSULTORÍA AMBIENTAL, S.A. DE C.V.
- SISTEMA INTERMUNICIPAL DE AGUA POTABLE Y ALCANTARILLADO
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
Unidad Azcapotzalco.
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
Facultad de Química;
Instituto de Geofísica;
Instituto de Ingeniería.
- VARIAN, S.A. DE C.V.

ÍNDICE DEL CONTENIDO

0	Introducción	1
1	Objetivo y campo de aplicación	2
2	Referencias	2
3	Principio del método	2
4	Definiciones	2
5	Equipo y materiales	7
6	Reactivos y patrones	8
7	Recolección, preservación y almacenamiento de muestras	10
8	Control de calidad	11
9	Calibración	11
10	Procedimiento	12
11	Cálculos	13
12	Interferencias	14
13	Seguridad	15
14	Manejo de residuos	15
15	Bibliografía	16
16	Concordancia con normas internacionales	17