

Nota: Esta Norma fue modificada de Norma Oficial Mexicana a Norma Mexicana, de acuerdo al Decreto publicado en el Diario Oficial de la Federación de fecha 6 de Noviembre de 1992.

NORMA MEXICANA NMX-AA-100-1987,
CALIDAD DEL AGUA-DETERMINACION DE CLORO TOTAL-
METODO IODOMETRICO

PREFACIO

En la elaboración de la presente norma participaron las siguientes instituciones:

- SECRETARIA DE DESARROLLO URBANO Y ECOLOGIA.
Instituto SEDUE.
- SECRETARIA DE SALUD.
- SECRETARIA DE AGRICULTURA Y RECURSOS HIDRAULICOS.
- SECRETARIA DE MARINA.
Dirección General de Oceanografía Naval.
- SECRETARIA DE PROGRAMACION Y PRESUPUESTO.
Dirección General de Geografía.
- DEPARTAMENTO DEL DISTRITO FEDERAL.
Dirección General de Reordenación Urbana y Protección Ecológica.
Laboratorio Central de Control.
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO.
Facultad de Química.
- PETROLEOS MEXICANOS.
- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DEL HIERRO Y DEL ACERO.
- ASOCIACION MEXICANA CONTRA LA CONTAMINACION DEL AGUA Y EL AMBIENTE.
- CELANESE MEXICANA, S.A.
- MERCK MEXICO, S.A.

0.- INTRODUCCION

El tratamiento por cloración del agua sirve principalmente para destruir los microorganismos que pueden ocasionar daños a la salud. El cloro actúa oxidando la materia orgánica. Un beneficio secundario es mejorar la calidad del agua, como resultado de la reacción del cloro con amoníaco, fierro, manganeso, sulfuro y algunos compuestos orgánicos.

El cloruro puede producir efectos adversos como el de intensificar el sabor y olor característico de fenoles y otros compuestos orgánicos, la formación de compuestos organoclorados que son potencialmente carcinógenos y la formación de cloraminas que producen efectos nocivos a la vida acuática, entre otros.

1.- OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Mexicana establece un método iodométrico para la determinación de cloro total en agua potable, cruda y tratada.

El método es aplicable a concentraciones de cloro de 0.7 a 15 mg/L.

2.- REFERENCIAS

Esta norma se complementa con las siguientes Normas Oficiales Mexicanas vigentes:

NOM-Z-1	Sistema Internacional de Unidades (SI)
NMX-BB-14	Clasificación y tamaños nominales para utensilios de vidrio usados en laboratorios.
NMX-AA-3	Aguas residuales - Muestreo
NMX-AA-89	Protección al Ambiente - Calidad del Agua - Vocabulario-Parte I.

3.- PRINCIPIO

El cloro en solución ácida oxida el ion ioduro a yodo, el cual se titula con una solución patrón de tiosulfato de sodio empleando como indicador almidón. La titulación se lleva a cabo a un pH menor de 4, porque la reacción no es estequiométrica a pH neutro debido a la oxidación parcial del tiosulfato a sulfato.

4.- INTERFERENCIAS

Causan interferencias positivas las formas oxidadas de manganeso, agentes oxidantes y agentes reductores como sulfuros orgánicos.

La titulación a pH neutro minimiza el efecto interferente de iones férricos y nitritos pero la titulación ácida es preferible, ya que algunas formas de cloro combinado no reaccionan a pH 7. Se emplea ácido acético en la titulación; el ácido sulfúrico incrementa las interferencias y nunca debe emplearse ácido clorhídrico.

5.- MATERIAL

Material común de laboratorio.

6.- REACTIVOS

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra especificación. Cuando se hable de agua debe entenderse como agua destilada exenta de cloro.

6.1 Ácido acético concentrado (glacial).

6.2 Yoduro de potasio (KI).

6.3 Solución indicadora de almidón.

Disolver 0.5 g de almidón agregándolo lentamente y con agitación en 100 cm³ de agua hirviendo. Preservar con 125 mg de ácido salicílico, 400 mg de cloruro de zinc o una combinación de 400 mg de propionato de sodio y 200 mg de azida de sodio.

6.4 Solución patrón de tiosulfato de sodio 0.1N.

Disolver 25 g de tiosulfato de sodio ($\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2 \text{O}$) y aforar a 1000 cm³ con agua hervida fría y estandarizar con una solución de dicromato de potasio ($\text{K}_2 \text{Cr}_2 \text{O}_7$) después de 2 semanas de almacenamiento. Este almacenamiento es necesario para permitir la oxidación de cualquier ion bisulfito presente. Adicionar 1 cm³ de cloroformo (CHCl_3) con el fin de minimizar la acción bacteriana.

Valorar el tiosulfato de sodio 0.1N por el siguiente método:

Método de dicromato.

Solución patrón de dicromato de potasio 0.100N.

Disolver 4.904 g de $\text{K}_2 \text{Cr}_2 \text{O}_7$ anhidro calidad patrón primario en agua y aforar a 1000 cm³. Almacenar en frasco de vidrio ámbar con tapón esmerilado.

A 80 cm³ de agua añadir, agitando constantemente, 1 cm³ de ácido sulfúrico concentrado (resbalándolo por las paredes del matraz), 10 cm³ de K₂Cr₂O₇ 0.100N y 1 g de KI. Mantener durante 6 min en la obscuridad y titular con Na₂S₂O₃ 0.1N hasta un color amarillo paja; añadir 1 cm³ de solución indicadora de almidón y continuar la titulación hasta el vire del color azul a verde tenue.

$$\text{Normalidad Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{1}{\text{cm}^3 \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ consumidos}}$$

6.5 Solución patrón de tiosulfato de sodio 0.01 N o 0.025N.

De la solución patrón de tiosulfato de sodio 0.01N, tomar 100 cm³ y aforar a 1000 cm³ con agua. Titular la solución por el método mencionado en 6.4 usando dicromato de potasio 0.010N ó 0.025N. Esta solución debe ser valorada diariamente.

NOTA: Soluciones patrón 0.0100N y 0.0250N, son equivalentes respectivamente a 354.5 µg y 886.3 µg de Cl como Cl₂ en 1 cm³.

6.6 Solución de iodo 0.1N.

Disolver 40 g de KI en 25 cm³ de agua; añadir 13 g de iodo resublimado y agitar hasta disolver. Transferir a un matraz volumétrico de 1 L y aforar. Estandarizar la solución como sigue:

Transferir exactamente de 40 a 50 cm³ de solución patrón de tiosulfato 0.1N a un matraz, y titular con solución de iodo 0.1N utilizando solución de almidón como indicador.

Alternativamente, preparar directamente la solución patrón de iodo 0.1000N, pesando 12.69 g de estándar primario de iodo resublimado. Debido a que pueden ocurrir pérdidas por la volatilidad de I₂ tanto del sólido como de la solución, transferir inmediatamente el sólido a la disolución de KI como se especifica anteriormente. No dejar nunca la solución en recipientes abiertos durante períodos prolongados.

6.7 Solución patrón de iodo 0.282N.

Disolver en un matraz volumétrico de 1 L 25 g de KI con un poco de agua y añadir la cantidad suficiente de solución de iodo 0.1N estandarizada para obtener una solución 0.0282N y aforar a 1 L con agua. Para un trabajo preciso, es conveniente estandarizar diariamente de acuerdo con lo indicado en el inciso 6.6, utilizando de 5 a 10 cm³ de Na₂S₂O₃. Almacenar en frascos ámbar o en la obscuridad; proteger la solución de la luz directa en todo momento y evitar todo contacto con hule.

7.- MUESTREO Y ALMACENAMIENTO

El cloro en solución acuosa es inestable y el contenido de cloro de la muestra decrece rápidamente. La exposición de las muestras a la luz o la agitación fuerte disminuyen la cantidad de cloro. Las muestras pueden almacenarse por un período máximo de 2 h.

8.- PROCEDIMIENTO

8.1 Volumen de muestra.

Seleccionar un volumen de muestra de tal manera que gaste entre 0.2 y 20 cm³ de tiosulfato 0.01N. Se recomienda usar 100 cm³ de muestra.

8.2 Preparación de la muestra.

En un matraz Erlenmeyer poner el volumen de muestra seleccionado. Agregar cm³ de ácido acético para obtener un pH menor de 4; agregar aproximadamente 1 cm³ de KI al 10%; agitar la muestra y ponerla en la oscuridad por un período de 5 min.

8.3 Titulación.

Titular directamente con Na₂ S₂ O₃ 0.025N ó 0.01N a un color amarillo paja. Añadir en ese momento 1 cm³ de la solución indicadora de almidón y titular hasta que el color azul formado desaparezca.

8.4 Titulación del blanco.

Para corrección de resultados por impurezas, agentes oxidantes o reductores, tomar un volumen de agua igual al de la muestra y seguir el mismo procedimiento de 8.1 a 8.3. Titular como se indica en 8.4.1 u 8.4.2 de acuerdo al color desarrollado.

8.4.1 Si se desarrolla un color azul, titular con Na₂ S₂ O₃ 0.01N ó 0.025N hasta la desaparición del color.

8.4.2 Si no hay desarrollo del color azul, titular con una solución de iodo 0.0282N hasta que el color azul aparezca y continuar la titulación con Na₂ S₂ O₃ 0.01N ó 0.025N, anotando la diferencia.

9.- CALCULOS

Para soluciones patrón de cloro:

$$\text{mg Cl como Cl}_2 \text{ /cm}^3 = \frac{(A - |B|) \times N \times 35.45}{\text{cm}^3 \text{ de muestra}}$$

Para determinación de cloro total en muestras de agua:

$$\text{mg Cl como Cl}_2 \text{ /L} = \frac{(A - |B|) \times N \times 35450}{\text{cm}^3 \text{ de muestra}}$$

donde:

A = volumen de Na₂ S₂ O₃ gastado en la muestra (cm³)

|B| = valor absoluto del volumen de Na₂ S₂ O₃ gastado en el blanco (cm³).

N = Normalidad del Na₂ S₂ O₃.

10.- BIBLIOGRAFIA

- STANDARD METHODS FOR THE EXAMINATION OF WATER AND WASTEWATER. 16 th edition. APHA-AWWA-WPCF.

- NOM-Z-13

GUIA PARA LA REDACCION, ESTRUCTURACION Y PRESENTACION DE LAS NORMAS OFICIALES MEXICANAS.

11.- CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta Norma concuerda parcialmente con la norma internacional ISO/DI/7393/3 - Water Analysis - Determination of free chlorine and total chlorine - Part 3: Iodometric titration method for the determination of total chloride.