



## **Cloro Residual Método Yodimétrico.**

### **Principio del Método.**

El cloro residual liberará yodo de una solución de Yoduro de Potasio (KI) a un pH de 8 o menor. El Yodo liberado se titula con una solución de Tiosulfato de Sodio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) utilizando almidón como indicador. La titulación se realiza a pH de 3 a 4 debido a que la reacción no es estequiométrica a pHs neutros por la oxidación parcial del Tiosulfato a sulfato.

### **Procedimiento.**

a. Volumen de muestra: Seleccione un volumen de muestra que requiera no más de 20 ml de 0,01 N  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  y no menos de 0,2 ml para el punto final de la titulación. Para un rango de cloro de 1 a 10 mg/L, usar 500 ml de muestra; encima de 10 mg / L, utilice muestra proporcionalmente menor.

b. Preparación para la titulación: Coloque 5 ml de ácido acético (o lo suficiente para reducir el pH entre 3.0 y 4.0), en un matraz. Añada aproximadamente 1 g de KI con una espátula. Vierta la muestra en el matraz y agite en una parrilla con agitador magnético.

c. Titulación: Realice la valoración lejos de la luz directa del sol. Añada lentamente 0.01 N de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  con una bureta hasta que el color amarillo del yodo liberado casi desaparezca, después añada 1 ml de solución indicadora de almidón y titular hasta que el color azul desaparezca.

### **Cálculos.**

Calcule la concentración de cloro residual total mediante la siguiente fórmula:

$$\text{mg/L de Cl}_2 = A \times N \times 35450 / (\text{mL de Muestra})$$

Dónde:

A= mL de titulante para muestra

N= Normalidad de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .



## EXCELQUIMICA INDUSTRIAL, S. A. DE C. V.

**Interferencias.** Las formas oxidadas del Manganese y otros agentes oxidantes interfieren. Agentes reductores tales como sulfuros orgánicos también interfieren. Use únicamente ácido acético para la titulación acida.

**Cantidad mínima detectable.** La concentración mínima detectable se aproxima a los 40µg/L de  $Cl_2$  si se emplea el Tiosulfato a una concentración de 0.01 N con una muestra de 1000mL, no se pueden determinar concentraciones debajo de 1 mg/L por este método usando almidón como indicador.

### **Reactivos.**

- ácido acético conc. (glacial).
- yoduro de potasio, KI, cristales.
- Tiosulfato de sodio estándar, 0.1 N: disolver 25 g de  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  en 1 litro agua destilada recién hervida y estandarizar contra Biyodato de potasio o Dicromato de Potasio después de por lo menos 2 semanas de almacenamiento. Este almacenamiento inicial es necesario para permitir la oxidación de cualquier ion bisulfito presente. Utilice agua destilada hervida y añadir unos pocos mililitros de cloroformo ( $CHCl_3$ ) para minimizar la descomposición bacteriana.

Estandarice  $Na_2S_2O_3$  0,1 N por uno de los siguientes métodos:

1) Método del Yodato: Disuelva en agua destilada 3.249g de Biyodato de Potasio anhidro,  $KH(IO_3)_2$ , calidad de estándar primario, o 3.567g de  $KIO_3$  secado a  $103 \pm 2^\circ C$  durante 1 h, y diluir hasta 1000 ml para producir una solución 0.10 N. Guarde en un frasco de vidrio con tapón esmerilado.

A 80 ml de agua destilada, añadir, con agitación constante, 1 ml de  $H_2SO_4$  conc, 10.00 ml 0.10N  $KH(IO_3)_2$ , y 1 grano de KI. Valorar inmediatamente con  $Na_2S_2O_3$  0,1 N hasta que el color amarillo del yodo liberado casi desaparezca. Añada 1 ml de solución de indicador de almidón y proseguir la valoración hasta que el color azul formado desaparezca.

2) Método de Dicromato: Disolver 4.904g Dicromato de Potasio anhidro,  $K_2Cr_2O_7$ , de calidad estándar primario, en agua destilada y diluir hasta 1000 ml para producir una solución 0.1000N. Guarde en un frasco de vidrio con tapón esmerilado.



## EXCELQUIMICA INDUSTRIAL, S. A. DE C. V.

Proceda como en el método de yodato, con las siguientes excepciones: Sustituya 10.00ml 0.1000N  $K_2Cr_2O_7$  para yodato y permita reposar la mezcla de reacción por 6 minutos en oscuridad antes de la titulación con  $Na_2S_2O_3$  0.1 N.

Normalidad  $Na_2S_2O_3 = 1/ml Na_2S_2O_3$  consumido.

- Solución estándar de Tiosulfato de Sodio, 0.01N: Mejore la estabilidad de  $Na_2S_2O_3$  0.01 N mediante la dilución con agua destilada recién hervida de la solución 0.1 N preparada como se indica líneas arriba. Añada 4 g de Borato de Sodio y 10 mg de solución de yoduro mercúrico por litro de solución preparada. Para resultados de precisos, normalizar esta solución diariamente de acuerdo con las indicaciones dadas anteriormente, utilizando 0,01 N o 0.025N de Yodato o  $K_2Cr_2O_7$ . Use un volumen suficiente de estas soluciones para que la dilución final no sea mayor que 1 a 4.
- Solución Indicadora de almidón: A 5g de almidón soluble, agregue un poco de agua fría y muele en un mortero hasta obtener una pasta fina. Vierta la mezcla en 1 litro de agua destilada hirviendo, agite y deje reposar durante la noche. Utilice el sobrenadante claro. Conserve con 1,25 g de ácido salicílico, 4 g de cloruro de zinc, o una combinación de 4 g de Propionato de Sodio y 2 g de azida de sodio por litro de solución de almidón.