

NTP 115: Toma de muestras de cloro



Standard sampling method for Chlorine
Norme d'échantillonnage pour le chlore

Las NTP son guías de buenas prácticas. Sus indicaciones no son obligatorias salvo que estén recogidas en una disposición normativa vigente. A efectos de valorar la pertinencia de las recomendaciones contenidas en una NTP concreta es conveniente tener en cuenta su fecha de edición.

Redactor:

Antonio Martí Veciana
Ldo. en Ciencias Químicas

CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y ASISTENCIA TÉCNICA - BARCELONA

Esta norma para la toma de muestras de cloro -en donde se utiliza como soporte de captación a una solución absorbente- se completa con la norma general para la toma de muestras de contaminantes con impingers (NTP nº 22.82).

Objetivo

Establecer la metodología correspondiente a la toma, transporte y conservación de muestras de cloro.

Indicar el fundamento del método analítico, su campo de aplicación y sus limitaciones.

Fundamento método analítico

Un volumen de aire conocido se borbotea a través de una solución ácida de yoduro potásico.

El cloro presente, oxida al yoduro potásico y libera una cantidad estequiométrica de yodo.

La coloración del yodo liberado en la solución absorbente, se mide con un espectrofotómetro UV-Visible o Colorímetro a 352 nm.

Campo de aplicación

Abarca el área de la higiene industrial en lo que respecta a la captación y posterior determinación de cloro.

Permite determinar concentraciones de cloro entre 0,25 y 3,5 mg/m³ (0,1 - 1,1 ppm), para una muestra de 15 litros de aire.

El límite de detección estimado es de 0,09 mg/m³ de cloro, para el volumen de muestreo indicado.

Inconvenientes y limitaciones

Otros oxidantes, tales como: ozono, dióxido de cloro, óxido de nitrógeno, etc., también liberan yodo de la solución absorbente (interferencia positiva).

Sin embargo, no es frecuente que estos gases oxidantes se presenten en los ambientes de trabajo simultáneamente con el cloro, a excepción del dióxido de cloro. Estas interferencias pueden soslayarse, determinando conjuntamente el cloro y dióxido de cloro, e individualmente el dióxido de cloro.

Gases reductores, tales como: dióxido de azufre, mercaptanos, sulfuro de hidrógeno, etc., pueden reducir el yodo liberado (interferencia negativa).

Estas interferencias pueden eliminarse, borboteando el aire a través de una solución de permanganato potásico, previamente a la toma de muestra (Solución de permanganato potásico al 0,3 % (p/v) en ácido H₂SO₄ 1N).

La solución absorbente ácida es conveniente prepararla con la mínima antelación posible a la toma de muestras. El análisis de las muestras no debe demorarse más de lo imprescindible.

Trampa

Se utiliza un impinger vacío, colocado en serie con los dos impingers de captación e intercalado entre estos y la bomba, para protección de la misma.

Solución absorbente A (pH 6.8)

Se prepara disolviendo 13,6 g de fosfato monopotásico; 14,2 g de fosfato disódico anh. (ó 35,8 g de fosfato disódico dodecahidratado); y 10 g de yoduro potásico, en agua destilada, completándose hasta 1 litro.

Esta solución es estable durante varios meses, conservada en frasco de color ámbar y en nevera.

Solución absorbente B (pH 3.5)

Se prepara diluyendo 10 ml de ácido acético gracial p.a. 96%, hasta 100 ml con solución absorbente A (pH 6,8) Esta solución debe prepararse con la mínima antelación posible a la toma de muestra y guardarse en frasco ámbar, al abrigo de la luz y preferentemente en nevera, en tanto no sea utilizada.

Siempre que se le aprecie una ligera tonalidad amarilla (fácilmente detectable con un espectrofotómetro UV- Visible a 352 nm) deberá desecharse.

Solución de permanganato potásico

Se disuelven 3,2 g de permanganato potásico en ácido sulfúrico 1 N. completándose hasta 1 litro.

Condiciones de muestreo

La muestra de aire se toma a un caudal de 1 lpm.

El volumen de aire recomendado es de 15 litros (volumen máximo 30 litros).

El tiempo de muestreo no deberá sobrepasar los 30 minutos, en ningún caso.

Cuando se sospeche que la concentración de cloro es elevada; o bien se aprecie que en el transcurso de la captación la solución absorbente se colorea sustancialmente de amarillo, deberá reducirse el volumen de muestreo.

Equipo y material de muestreo

Bomba de aspiración

Bomba para muestreo personal y ambiental, cuyo caudal se mantenga dentro del valor determinado, con una exactitud de $\pm 5\%$.

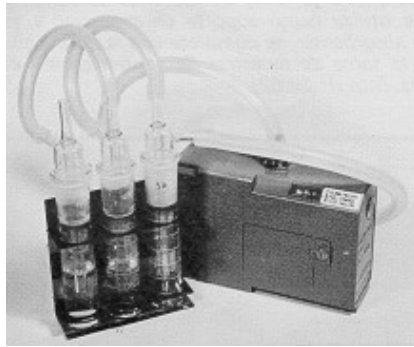
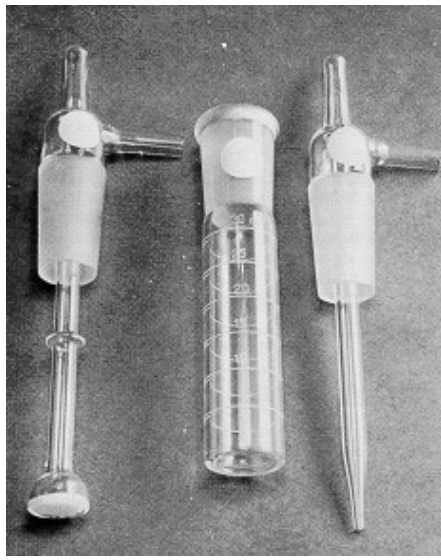
La calibración de la bomba debe realizarse con el mismo tipo de soporte o unidad de captación con el fin de que la pérdida de carga sea similar a la que se tendrá en el muestreo.

Unidad de captación

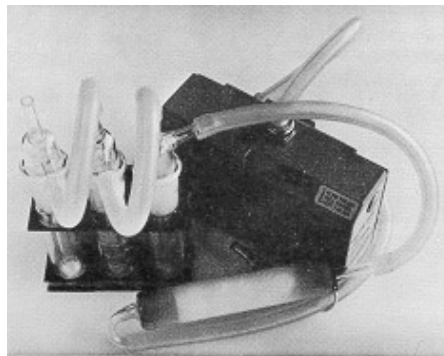
Se conectan dos impingers en serie, el primero de los cuales provisto de borboteador fritado.

En cada uno de ellos se colocan 15 ml de la solución absorbente.

En los casos en que se prevea la presencia de reductores, se colocará un borboteador previo al sistema de muestreo conteniendo 15 ml de solución de permanganato potásico.



Equipo de muestras



Toma de muestras personal

Procedimiento de muestreo

Colocar 15 ml de solución absorbente en cada uno de los dos impingers destinados al muestreo.

En los casos en que se prevea la presencia de reductores, se colocará un borbotador previo al sistema de muestreo conteniendo 15 ml de solución de permanganato potásico.

Situar los impingers y la trampa en soportes adecuados, y conectar adecuadamente sus salidas y entradas entre sí, mediante tubo flexible de silicona.

Colocar el tren de captación en la parte anterior de la cintura el operario a muestrear; fijándolo a un cinturón mediante un sistema de sujeción adecuado (pinza, funda o soporte, etc.)

Colocar la bomba de aspiración convenientemente calibrada, en la parte posterior de la cintura del operario a muestrear, fijándola al cinturón.

Conectar la bomba con la salida del tren de impingers, mediante un tubo de plástico de longitud adecuada.

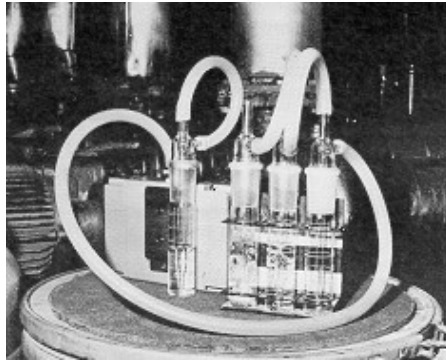
Poner la bomba en funcionamiento e iniciar la captación de la muestra. El aire a muestrear no debe pasar por ningún tubo antes de su entrada al impinger.

Vigilar, periódicamente durante la captación, que la bomba funcione correctamente. En el caso de que se aprecien anomalías o variaciones sobre el caudal inicial, volver a recalibrar la bomba o proceder a anular la muestra.

Transcurrido el tiempo de muestreo predeterminado, parar el funcionamiento de la bomba y anotar los datos siguientes: tiempo de muestreo, caudal, temperatura ambiente y presión (si no se puede averiguar la presión, se estimará la altitud de la zona).

Preparar para cada lote de muestras un "impinger blanco". Este impinger, sellado perfectamente, contendrá la misma solución absorbente y el mismo volumen que las muestras, y habrá seguido sus mismas manipulaciones, exceptuando el paso de aire a su través.

Etiquetarlos con la palabra Blanco.



Transporte y conservación

Los impingers conteniendo las muestras, así como el correspondiente blanco, se trasladarán en posición vertical con sus aberturas de entrada y salida perfectamente tapadas para evitar pérdidas y contaminaciones. Es muy importante preservarlos de la acción de la luz.

Siempre que se opte por transferir las soluciones muestra a frascos de vidrio ámbar con tapón roscado, se lavará cada impinger dos veces con 1 ó 2 ml de solución absorbente, agrupándose los lavados en sus frascos respectivos. Con el impinger Blanco se operará de idéntica forma.

Identificar cada muestra de forma clara, especificando si se trata del 1^{er} o 2^o impinger, cuando la captación haya sido en serie.

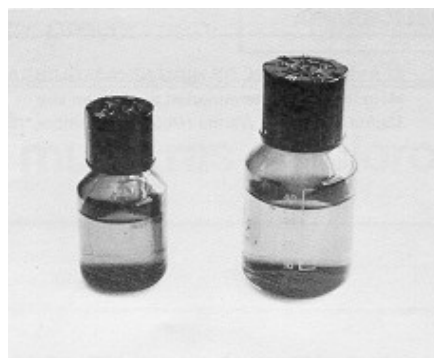
Las muestras contenidas bien en frascos o impingers, deben enviarse o transportarse en recipientes adecuados para prevenir la rotura de sus envases, así como la acción de la luz solar.

Las muestras deben remitirse al laboratorio, con la máxima rapidez posible.

Debido a la facilidad con que puede verse afectada la concentración del yodo liberado, no conviene demorar su análisis más de lo imprescindible; almacenándose en nevera en tanto no sean analizadas.

Es aconsejable que muestras y blanco se protejan de la luz (por ejemplo, con papel de aluminio o similar).

Tanto la acción de la luz como la elevación de temperatura, favorecen las pérdidas del yodo liberado en la captación del cloro (error negativo); así como la liberación espontánea de yodo en la solución absorbente (error positivo).



Bibliografía

(1) SERVICIO SOCIAL DE HIGIENE Y SEGURIDAD DEL TRABAJO

Método para la determinación de cloro en aire

Madrid. SSHISET. Norma HA-222, Diciembre, 1976.

