

Sustitución de kits importados utilizados en el control de contenido de cloro residual en aguas de lavado

Fabro, M.⁽¹⁾; Hajduczyk, J.⁽¹⁾; Speranza, J.⁽¹⁾

⁽¹⁾INTI-Lácteos División Rafaela

Introducción

Con el cambio de las condiciones de convertibilidad de la moneda nacional hacia el año 2002, muchos insumos que las empresas lácteas importaban a un precio relativamente accesible, se tornaron onerosos y en muchos casos imposibles de conseguir. Tal fue el caso de varios kits analíticos los que sufrieron un aumento del precio de más de 300%. A esto se sumó en muchas situaciones, el cierre de la importación por la negativa por parte de los habituales países proveedores.

Un ejemplo fueron los kits analíticos de una reconocida marca estadounidense para el análisis rápido de cloro residual en agua, utilizado por las industrias lácteas para controlar el correcto clorado de las aguas de lavado de determinados equipos.

El cloro es el desinfectante de mayor uso debido a su bajo costo, a su fácil comercialización, y a que tiene sobre el agua efecto residual. El cloro residual es el cloro presente en agua como ácido hipocloroso (HOCl) e iones hipoclorito (OCl).

La determinación del contenido de cloro residual, tanto libre como combinado, es de interés para evaluar la eficacia de la limpieza y evitar exceso de concentración que genere corrosión o algún otro efecto no deseado.

La determinación de cloro puede hacerse mediante:

- Clorómetros. Test rápido colorimétrico cuantitativo. Con patrones estables entre 0 y 1 ppm de cloro residual. Método de la otolidina
- Test rápido de cloro mediante juegos de reactivos con escala de colores. Contenidos de cloro entre 0,1 y 1,5 ppm
- Método iodométrico para la determinación del contenido de cloro activo en concentraciones elevadas, superiores a 1 mg/l.
- Determinación volumétrica mediante el reactivo N,

N-dietil-p-fenilendiamonio, DPD. Adecuado para concentraciones de "cloro activo libre" entre 0,1 y 4 mg/l o ppm.

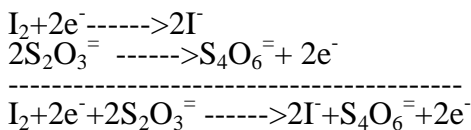
El objetivo del trabajo fue desarrollar y validar un kit (conjunto de reactivos fáciles de utilizar) que sea capaz de determinar en forma rápida y sencilla, la concentración de cloro residual en aguas de lavado, utilizando para lograrlo, la comparación con un kit importado y conocimientos teóricos de las reacciones químicas involucradas, de modo que supla al importado y ponerlo a disposición con un precio más bajo y tiempos de entrega menores.

Metodología / Descripción Experimental

El comienzo del trabajo consistió en el estudio de las reacciones que son el fundamento del análisis de cloro residual en agua, las metodologías tradicionales y las que forman parte de kits rápidos de testeo.

En principio se eligió la metodología base: método iodométrico y los reactivos a utilizar: yoduro de potasio y tiosulfato, además de un ácido estabilizante de la reacción.

El cloro residual oxida el yoduro a I₂ y luego el tiosulfato se oxida volviendo a reducir al I⁻



Posteriormente se seleccionó, según el mayor interés por parte de algunos potenciales clientes, la concentración de cloro en el agua a controlar. Se fijaron las concentraciones y masas adecuadas de reactivos para un agua de una concentración aproximada de 180 ppm de cloro residual, que es habitual para las aguas de lavado de membranas

de los procesos de ultrafiltración en las plantas lácteas.

Por comparación con el importado se eligió utilizar un frasco donde se mezclen la muestra de agua y los reactivos de la primera redox (el yoduro de potasio y el ácido estabilizante) con un fuerte desarrollo de color, y posteriormente agregar en forma de gotas el reactivo neutralizante que participe de la segunda redox: la solución de tiosulfato de sodio hasta que la solución se torne incolora.

Se evaluaron las posibilidades de combinación de reactivos previas al ensayo y se tomaron como criterios de elección a igualdad de resultados analíticos, aquella versión que tenga mayor practicidad para el operador de planta.

Un desafío fue encontrar en el mercado, goteros de volúmenes de gota constante y que dicho volumen fuese adecuado en cuanto a practicidad en la operatoria y en el cálculo.

Se definió luego la concentración de la solución titulante de modo que sea bajo el número de gotas a dispensar, que no genere una incertidumbre debido a la gota superior a 10 ppm y que genere un cálculo sencillo.

Se hizo un primer chequeo de verificación.

Finalmente se eligieron los envases, se estudiaron y definieron formas de conservación de la luz, forma final de presentación, etc.

Con el kit en su presentación final se realizó una nueva serie de determinaciones para su validación.

Resultados

Se desarrolló un kit denominado en su momento KIT INTI –CITIL, que sirvió para determinar en forma sencilla la concentración de cloro residual en aguas de concentración entre 120 y 250 ppm.

El kit consistió en:

— Envase de plástico de capacidad 50 ml con tapa plástica a rosca, identificado con una pequeña etiqueta con la leyenda: FRASCO DE MEZCLA, conteniendo la cantidad exacta de yoduro de Potasio (IK) necesaria para la reacción y del ácido estabilizador (una unidad por cada determinación), protegidos por una funda de papel de aluminio de la luz, la cual se extrae al momento del análisis.

— Envase de vidrio color caramelo provisto de gotero, identificado con una pequeña etiqueta con la leyenda: TIOSULFATO, conteniendo la solución de Tiosulfato de sodio con una concentración de 0,0246 N (calculado para aproximadamente 100 determinaciones).

— Tubo de plástico con una capacidad de 5 +/- 0,3 ml para medir el agua a analizar, identificado con una pequeña etiqueta con la leyenda: TUBO DE MEDIDA, común para todas las determinaciones con dos enjuagues con el agua a analizar.

Para la selección del gotero se evaluó el volumen medio a través de la media de una serie de 11 gotas en condiciones normales de uso y su repetibilidad a través de la desviación estándar de la serie. Los valores obtenidos fueron los siguientes: media de volumen: 0,0502 ml y desviación estándar: 0,0033 ml. El gotero seleccionado tuvo como ventaja que la gota era igual a la mitad de la gota del kit importado. Esto redujo la incertidumbre del método debido a la gota a la mitad: de 10 ppm a 5 ppm.

Para la validación analítica se realizaron durante el proceso de desarrollo 10 determinaciones comparativamente entre el método de referencia volumétrico y el kit en desarrollo, siendo la diferencia de promedios inferior a 10 ppm, aunque la incertidumbre del resultado utilizando el kit era muy superior.

Ya desarrollado el kit se realizó para su validación una nueva tanda de 10 determinaciones comparativas de cloro activo residual usando el kit importado, el kit preparado por INTI-Lácteas División Rafaela y la metodología de referencia, no encontrándose diferencias superiores a 10 ppm entre las medias, y una repetibilidad expresada como desvío estándar para el kit desarrollado inferior a 10 ppm .

Conclusiones

Con el desarrollo de estos kits se respondió a una necesidad de la industria en un momento de coyuntura.

Los kits sirvieron para determinar la concentración de cloro residual del agua utilizada para la limpieza de las membranas de ultrafiltración en las plantas lácteas. Este control es especialmente crítico porque una concentración de 180 ppm es óptima en cuanto a eficacia de la limpieza y evita exceso de concentración que genere corrosión temprana en las membranas.

No se presentaron inconvenientes en su utilización fundamentalmente por su simplicidad en el uso. Además fueron entregados a los clientes con la técnica operatoria correspondiente y en algún caso hubo una capacitación sobre el uso, en el propio laboratorio del cliente.

La cantidad aproximada de kits entregados fue de 500 unidades en distintas tandas de entrega.

Referencias

[1] APHA American Public Health Association., American Water Works Association Water Pollution Control Federation "Standard Methods for examination of water and waste water",1992

[2] I. M. Kolthoff, E. B. Sandell, E. J. Meehan, "Análisis Químico Cuantitativo" 5º Ed, Buenos Aires, 1979

[3] R. V. Vásquez, "Estabilidad de la solución de hipoclorito generado por electrólisis". Memorias del XXVII Congreso Interamericano de Ingeniería Sanitaria y Ambiental. Porto Alegre Brasil,2000.

[4] Subsecretaria de Regulacion y fomento sanitario Direccion General De Salud Ambiental Diario Oficial Normas Oficiales Mexicanas. " Agua para uso y consumo humano",Méjico 1996.

Para mayor información contactarse con:

Mabel Fabro mfabro@inti.gov.ar