



INSTITUTO TECNOLÓGICO DE OAXACA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS PROFESIONALES

**DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA Y
BIOQUÍMICA**

TESIS

**IMPLEMENTACIÓN DE LA METODOLOGÍA PARA LA
DETERMINACIÓN DE CINCO ANIONES (FLUORUROS,
CLORUROS, NITRITOS, NITRATOS Y SULFATOS) EN
AGUAS POR EL MÉTODO DE CROMATOGRFÍA IÓNICA**

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERO QUÍMICO

PRESENTA:

KATIA SOLEDAD AGUIRRE LÓPEZ

ASESOR:

DR. LUIS JAVIER TOLEDO FLORES

COMISIÓN REVISORA:

DR. IVAN MONTALVO GARCÍA

DRA. MARIA DE JESÚS RAMÍREZ ALTAMIRANO

ING. JOSÉ LÓPEZ MATADAMAS

CAPITULO I PRELIMINARES

I.1 AGRADECIMIENTOS

“Quisiera dedicaros unos versos
Que valieran lo que vale vuestra luz
Pero no cabe en un folio el universo
Tampoco en una frase cabe mi gratitud

Han de saber que decidí no decir nombres
Por si alguno se quedaba en el tintero
Así que va por las mujeres y los hombres
Por todos aquellos que me quieren y que quiero

A mi madre, por ser las columnas de mi templo
Por enseñarme con su amor y con su ejemplo

A mis hermanos, por ser calor y abrigo
Aconsejarme cuando busco un buen amigo
Por perdonarme cuando no sé lo que digo
Y por estar siempre conmigo
Como el sol está en el trigo
Y va por ti, y por las piedras del camino

Especial dedicación pa' los amigos
Que me dan su corazón sin regateos
y solo con mirarme saben de qué pie cojeo”

Mohamed Sharif Fernández Méndez

1.2 RESUMEN

Se desarrolló un marco metodológico para la identificación de cinco aniones fluoruros, cloruros, nitritos, nitratos y sulfatos en las instalaciones del Centro Experimental y Laboratorio del Servicio Geológico Mexicano en Oaxaca. Para esto se partió de las nociones de cromatografía que conllevó a la elección de la Cromatografía de Intercambio Iónico con el propósito de determinar los grupos de aniones anteriormente mencionados en diferentes muestras de agua. Se describen los tipos de agua, además de las normas que las regulan en México y las repercusiones a la salud pública por el consumo de aguas que no se encuentren normadas para consumo humano.

ABSTRACT

A methodological framework is developed for the identification of five fluoride, chloride, nitrite, nitrate and sulfate anions in the facilities of the Experimental Center and Laboratory of the Mexican Geological Service in Oaxaca. For this part of the notions of chromatography that leads to the choice of Ion Exchange Chromatography with the purpose of determining the groups of anions previously mentioned in different water samples, the types of water. Are described, in addition to the norms that regulate them in Mexico and the repercussions to public health due to water consumption that are not regulated for human consumption.

CONTENIDO

CAPITULO I PRELIMINARES	0
I.1 AGRADECIMIENTOS	1
1.2 RESUMEN	2
CAPÍTULO II. GENERALIDADES DEL PROYECTO	6
2.1 INTRODUCCIÓN	6
2.4.1 OBJETIVO GENERAL	8
2.4.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	8
2.5 JUSTIFICACIÓN	9
CAPÍTULO III. MARCO TEÓRICO	10
3.1 CROMATOGRAFÍA	10
3.1.3 PARTES DEL EQUIPO	11
3.1.4 TIPO DE MUESTRAS	22
3.1.5 APLICACIONES.....	22
3.2 ANÁLISIS CUALITATIVO Y CUANTITATIVO DE ANIONES.....	23
3.3 TIPOS DE CROMATOGRAFÍA	24
3.3.1 CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS.....	24
3.3.2 CROMATOGRAFÍA DE ADSORCIÓN	24
3.3.3 CROMATOGRAFÍA DE PARTICIÓN	25
3.3.4 CROMATOGRAFÍA DE GASES	25
3.3.5 CROMATOGRAFÍA DE PAPEL	26
3.3.6 CROMATOGRAFÍA DE CAPA FINA.....	27
3.5 CURVAS DE CALIBRACIÓN.....	32
Figura 10. Límites de una recta de calibración.	33
3.7 REACTIVOS	35
3.8 ELUCIÓN Y CARACTERÍSTICAS DEL	36
GENERADOR DE ELUYENTES.....	36

- Un desgasificador de eluyentes Dionex que contiene un conjunto de tubos que purga el gas de la electrólisis del eluyente recién generado antes de que se dirija a la columna de separación. El desgasificador de eluyentes está incluido en la fuente de alimentación.	36
3. 9 CARACTERÍSTICAS DEL AGUA	37
3.10.1 PRETRATAMIENTO	40
3.10.2 ELIMINACIÓN DE SALES Y OTROS COMPONENTES	40
3.10.3 AGUA DESTILADA:	41
3.10.4 AGUA DESIONIZADA:.....	41
3.11 NORMAS EN MATERIA DE AGUAS.....	42
3.12 PROCEDIMIENTO DE TOMAS DE MUESTRAS DE AGUA	44
3.12.1 TIPOS DE MUESTRAS.....	44
3.12.2 MUESTRA SIMPLE.....	44
3.13.3 MUESTRA COMPUESTA	45
3.14 MICROFILTRACIÓN.....	46
3.15 TIPOS DE PAPEL FILTRO	47
3.16 TIPOS DE ANIONES	49
3.16.1 FLUORUROS.....	49
3.16.2 CLORUROS	50
3.16.3 NITRATOS	51
3.16.4 NITRITOS	52
3.17 MÉTODO DE PRUEBA ESTÁNDAR PARA ANIONES EN AGUA MEDIANTE CROMATOGRAFÍA DE IONES CON SUPRESIÓN QUÍMICA	54
CAPÍTULO V. RESULTADOS	64
5.1 RESULTADOS	64
CAPÍTULO VI. CONCLUSIONES	66
6.1. CONCLUSIONES DE PROYECTO	66
CAPÍTULO 8. FUENTES DE INFORMACIÓN	67
CAPÍTULO 9. ANEXOS	70

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura1 . Análisis del proceso.....	16
Figura 2. Cromatógrafo Dionex	18
Figura 3. Sistema del conjunto	19
Figura 4. Características del comportamiento de la bomba.....	22
Figura 5. Compartimento de la columna.....	25
Figura 6. Detector de conductividad.....	26
Figura 7. Proceso en cromatografía de adsorción.....	29
Figura 8. Cromatografía de partición.....	30
Figura 9. Cromatógrafo de gas.....	31
Figura 10. Curva de calibración.....	39
Figura 11 Cadena de trazabilidad.....	40

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Bacterias y enfermedades que provoca el agua no apta para consumo.
Tabla 2. Enfermedades causadas por diversos protozoos en aguas.
Tabla 3. Contenido de organismos resultante del examen de una muestra simple de agua.
Tabla 4. Límites permisibles de características químicas.
Tabla 5. El contenido de constituyentes radiactivos deberá ajustarse a lo establecido, los límites se expresan en Bq/l (Bequerel por litro).
Tabla 6. Contenido de constituyentes químicos, los límites de expresan en mg/l excepto cuando se indique otra unidad.
Tabla 7. Organolépticas y físicas
Tabla 8. Microbiológicas
Tabla 9, Desinfectantes.

CAPÍTULO II. GENERALIDADES DEL PROYECTO

2.1 INTRODUCCIÓN

Los procedimientos descritos en esta investigación están destinados a la metodología de cromatografía iónica, al análisis de aguas de calidades comprendidas dentro de los amplios márgenes, entre las cuales destacan el agua para el consumo humano.

El agua es importante porque constituye el componente más indispensable para la vida, y es considerada fundamental para la protección de la salud a través de su consumo como agua potable. El agua para el consumo humano no es químicamente pura, por ello debe ser tratada, y utilizada con las debidas condiciones sanitarias que se realizan en los servicios de abastecimiento, donde se le procesa y adecua para el consumo, mejorando la calidad de agua se reduce los índices de mortalidad y morbilidad por enfermedades infecciosas intestinales.

El abastecimiento de agua para uso y consumo humano con calidad adecuada es fundamental para prevenir y evitar la transmisión de enfermedades gastrointestinales y otras, para lo cual se requiere establecer límites permisibles en cuanto a sus características bacteriológicas, físicas, organolépticas, químicas y radiactivas. Con el fin de asegurar y preservar la calidad del agua en los sistemas, hasta la entrega al consumidor, se debe someter a tratamientos de potabilización.

El contenido de organismos resultante del examen de una muestra simple de agua, límites permisibles de características químicas, constituyentes químicos cuyos límites se expresan en mg/l, excepto cuando se indique otra unidad y el contenido de constituyentes radiactivos deberá ajustarse a lo establecido en la Norma Oficial Mexicana NOM-127-SSA1-1994 y la NOM-201-SSA1-2002.

Existen métodos y procedimientos para la determinación y/o regulación para el análisis de aguas para el consumo humano, la metodología que aquí emplearemos será la cromatografía iónica o de intercambio iónico, es un método que permite la separación de moléculas basada en sus propiedades de carga eléctrica. Se compone de dos fases: la fase estacionaria o intercambiador iónico, y la fase móvil. La fase estacionaria insoluble lleva en la superficie cargas electrostáticas fijas, que retienen contra iones móviles que

pueden intercambiarse por iones de la fase móvil, la cual suele ser una disolución acuosa con cantidades moderadas de metanol u otro disolvente orgánico miscible con agua que contiene especies iónicas generalmente en forma de buffer. Los iones de ésta compiten con los analitos por los sitios activos de la fase estacionaria.

El agua, pese a que es el líquido más importante en la tierra por tener una molécula que interviene en los procesos vitales de todo organismo con vida, ha sido analizada a lo largo de la historia pues para el ser humano ciertos niveles de aniones pueden provocar daños a la salud a continuación se hablará de los resultados al analizar diferentes tipos de aguas para consumo humano; sin duda los resultados tienen relación directa con la calidad del agua que consumen las personas. En el cuerpo existen muchas sustancias normales en forma de iones. Los ejemplos comunes incluyen sodio, potasio, calcio, cloruro y bicarbonato. Estas sustancias se llaman electrolitos. Un ion es una partícula cargada eléctricamente constituida por un átomo o molécula que no es eléctricamente neutro. Conceptualmente esto se puede entender como que, a partir de un estado neutro de un átomo o molécula, se han ganado o perdido electrones; este fenómeno se conoce como ionización.

La determinación simultanea de numerosos aniones en aguas de consumo humano puede realizarse mediante la cromatografía iónica los aniones que estudiaremos a continuación serán cinco (Fluoruros, Cloruros, Nitritos, Nitratos y Sulfatos), el flúor, es el más electronegativo de los elementos químicos, la presencia del fluoruro en aguas es minoritaria, así pues, la concentración de F⁻ en aguas naturales no suele superar en valor medio el mg/l. Los cloruros son especialmente abundantes en los océanos a donde acceden especialmente por disolución de depósitos minerales de sal. Los nitritos son poco estables químicamente, su presencia en el agua suele indicar contaminación de carácter fecal reciente, así bien en aguas superficiales la concentración de NO₂ no suele superar los 0.1 mg/l en cambio la presencia de nitratos en agua procede de la disolución de rocas y minerales, de la descomposición de materias vegetales y animales, de efluentes industriales y del lixiviado de tierras de labor en general, las aguas naturales de superficie no suelen contener más 10 mg/l e incluso con frecuencia no pasa de 1 mg/l. por último el ion sulfato es la forma oxidada estable del azufre, no suelen superar en agua limpia los 0.025 y 0.25 µg/l.

2.4 OBJETIVOS

2.4.1 OBJETIVO GENERAL

Desarrollar un método instrumental para la determinación de aniones en aguas por el método de cromatografía iónica

2.4.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Desarrollar un método instrumental para la determinación de fluoruros en aguas
- Desarrollar un método instrumental para la determinación de cloruros en aguas
- Desarrollar un método instrumental para la determinación de nitritos en aguas
- Desarrollar un método instrumental para la determinación de nitratos en aguas
- Desarrollar un método instrumental para la determinación de sulfuros en aguas
- Realizar pruebas con materiales de referencia certificados

2.5 JUSTIFICACIÓN

El agua desde sus fuentes naturales como manantiales, ríos, lagos, mares por mencionar algunos, pueden contener minerales contaminantes conteniendo en ella aniones y cationes. Cationes como por ejemplo, sodio, calcio, magnesio, aluminio, etc. y aniones tales como nitritos, nitratos, fluoruros, cloruros y sulfuros.

Cuando pasa por el uso municipal e industrial ambos procesos pueden ser tóxicos o dañinos para el consumo, causando enfermedades graves en el ser humano en especial por parte de los aniones como el flúor, y los nitritos. Es el elemento fundamental para la vida del hombre constituyendo entre el 59 al 66% del peso del cuerpo humano, su empleo es múltiple en las actividades del hombre. Sirve como elemento líquido primordial, se emplea en la agricultura, industria, aseo personal, minería, salud pública, etc. (DIGESA, 2007) Consumir flúor durante mucho tiempo en grandes cantidades puede ocasionar daños en los dientes y graves problemas esqueléticos mientras que los nitritos podrían provocar enfermedades como el cáncer, la diabetes, Parkinson y el Alzheimer. Por lo anterior es importante monitorear periódicamente desde sus fuentes naturales como los procesos de purificación, aguas de tratamiento

Entender la importancia del agua en el sostenimiento de la vida y al mismo tiempo, conocer someramente la ingente cantidad de medios humanos y económicos que requiere la implantación de las tecnologías que han permitido generalizar su uso y reutilización, puede contribuir de modo decisivo a sentar las bases para que en un futuro no lejano, estos recursos sean aprovechados de un modo más responsable y sostenible.

El agua, es cada vez más escasa debido a diversos factores tales como las sequías o la contaminación; factores que no sólo afectan la cantidad sino que también contribuyen a empeorar la calidad. Estos acontecimientos, unidos a otros aspectos, hacen imprescindible el tratamiento de las aguas para ser utilizadas, tanto para su uso industrial como para el uso potable.

El estudio del agua de consumo humano es importante para llevar un control de su composición, análisis de calidad química, bioquímica y microbiológica, podemos detectar miles de productos químicos en el agua, incluso en concentraciones extremadamente bajas.

CAPÍTULO III. MARCO TEÓRICO

3.1 CROMATOGRAFÍA

Cromatografía es una palabra que proviene del griego *croma*-color y *grafos*-escribir – escritura a color– que técnicamente significa la separación física de compuestos coloridos (colorantes o pigmentos) de un extracto o mezcla orgánica. El término *Cromatografía* fue nombrado por el botánico ruso Mijaíl Tswett en 1906, aunque el método data desde el año 1850 cuando Friedrich Ferdinand Runge, químico alemán, quien descubrió la cafeína, separó anilinas con un disolvente en un papel poroso: la primera cromatografía en papel. (García-Rodríguez, 2019)

La cromatografía tiene una característica que la distingue de la mayoría de los métodos físicos y químicos de separación ya que se ponen en contacto dos fases mutuamente inmiscibles. Este método se compone de dos fases la móvil y estacionaria. La muestra que es introducida en la fase móvil es transportada a lo largo de la columna que a su vez contiene una fase estacionaria. Las especies de la muestra experimentan interacciones repetidas entre la fase móvil y estacionaria, una vez que ambas fases han elegido de forma apropiada los componentes de la muestra, estos se separan gradualmente en bandas de la fase móvil. Al final del proceso los componentes separados aparecen en orden creciente de interacción con la fase estacionaria; el componente menos retardado emerge primero, el retenido más fuertemente eluye al último (APHA-AWWA-WPCF, 1992).

Los componentes adyacentes (picos) se separan cuando el pico que sale después es retardado lo suficiente impidiendo la superposición con el pico que emergió antes. Existe una gran gama de selección de materiales para las fases móvil y estacionaria esto permite separar moléculas que difieren muy poco en sus propiedades físicas y químicas (Clesceri S., 2005)

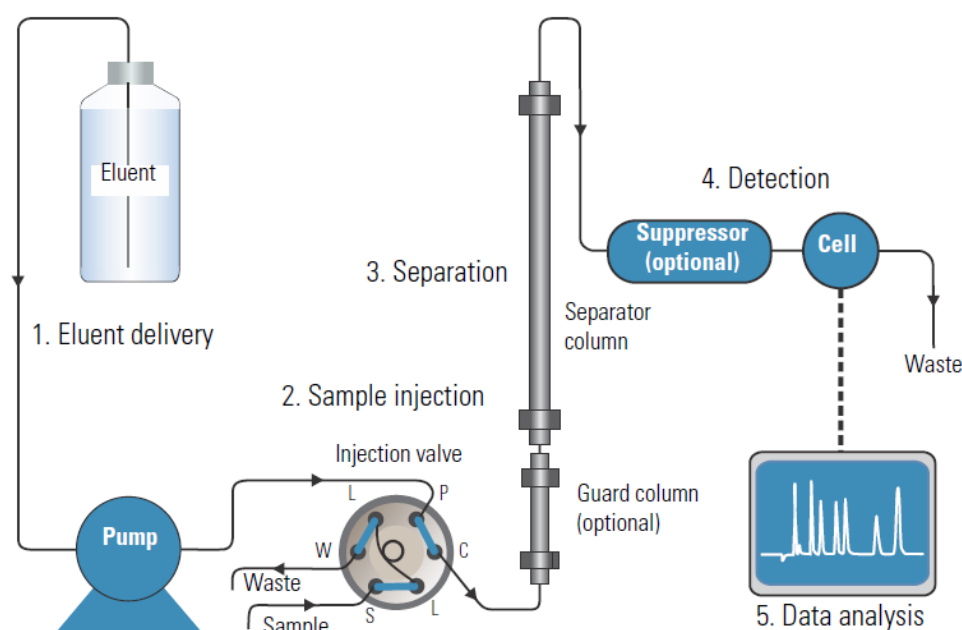
La cromatografía puede clasificarse de acuerdo al tipo de equilibrio involucrado, mismo que es gobernado por el tipo de fase estacionaria utilizada. Así la cromatografía puede ser de adsorción, partición, intercambio iónico, exclusión y afinidad. (García-Rodríguez, 2019) Por lo tanto, la definición más amplia de la cromatografía, es la separación de mezclas complejas que se basa en el principio de retención selectiva de moléculas químicamente

similares, según su masa molecular y carga iónica. Permite la identificación y cuantificación de los componentes que se separan. Según la disposición de la fase estacionaria, la cromatografía puede ser cromatografía plana, en capa fina y en columna; según la fase móvil se clasifica en cromatografía de líquidos, de gases y de fluidos supercríticos; y según la interacción entre la fase estacionaria y la fase móvil, tenemos la cromatografía de adsorción, de reparto, de intercambio iónico, de afinidad y de exclusión molecular. (APHA-AWWA-WPCF, 1992)

3.1.3 PARTES DEL EQUIPO

La figura 1. Presenta el proceso de que lleva acabo el Cromatógrafo Iónico, Dionex Integrion. En la figura puede observarse el proceso numerado cronológicamente desde el

Figure 1. Ion analysis process



proceso externo hasta el cromatograma

Figura 1 . Análisis del proceso
(Thermo Scientific, 2016)

1. Suministro de eluyente

- La bomba empuja el eluyente a través del sistema de cromatografía iónica.

2. Inyección de la muestra

- La muestra líquida se carga en la válvula de inyección manualmente o mediante un muestreo automático. Cuando se activa, la muestra se inyecta en el flujo de eluyente.
- La bomba empuja el eluyente y la muestra a través de la columna analítica (a un tubo químicamente inerte lleno de una resina polimérica). Si se instala una columna de guardia elimina los contaminantes que podrían ensuciar la columna analítica.

3. Separación

- A medida que el eluyente y la muestra son bombeados a través de la columna analítica, los iones de la muestra son separados. En el sistema HPIC de Dionex Integrion, el modo de separación se llama cromatografía de intercambio de iones. Esta se basa en la premisa de que los diferentes iones de la muestra migran a través de la columna a diferentes velocidades, dependiendo de sus interacciones con los sitios de intercambio de iones.
- En las aplicaciones de detección de conductividad, el eluyente y los iones de la muestra fluyen a través de un supresor después de salir de la columna. El supresor mejora selectivamente la detección de los iones de la muestra mientras que simultáneamente disminuye la señal y el ruido de fondo.

4. Detección

- En la detección de conductividad, una celda de conductividad mide la conductancia eléctrica de los iones de la muestra a medida que emergen del supresor.
- En la detección electroquímica, una celda amperométrica mide la corriente resultante de la oxidación o reducción de los iones de la muestra a medida que emergen de la columna.
- Para cada tipo de detección, la celda produce una señal basada en las mediciones y la transmite a un sistema de recopilación de datos

5. Análisis de datos

- El sistema de recopilación de datos identifica los iones basándose en el tiempo de retención y cuantifica cada analito integrando el área del pico o la altura del pico. Los datos son cuantificados por comparando los picos de la muestra en un cromatograma con los producidos por una solución estándar. Los resultados se muestran en un cromatograma y las concentraciones de los analitos de la solución iónica pueden ser determinadas y tabuladas automáticamente.

Detector: Una celda de conductividad eléctrica de bajo volumen, flujo continuo y compensación de temperatura equipada con un medidor capaz de leer de 0 a 1000 $\mu\text{S} / \text{cm}$ en una escala lineal.

Registrador, integrador, computadora: un dispositivo compatible con la salida del detector capaz de registrar la respuesta del detector en función del tiempo con el fin de medir la altura o el área de los picos.

Sistema de datos: se puede utilizar un integrador electrónico, como el que se utiliza con el cromatógrafo de gases y líquidos, para cuantificar el área del pico, así como la altura del pico. La altura del pico se puede usar de la misma manera que se usa la altura del pico para cuantificar los resultados.

Bucle de muestra: El bucle en la válvula de inyección que está diseñado para contener una cantidad exacta de la muestra, el tamaño más común es 100 μL . La inyección del volumen de muestra en la columna separadora está controlada por este circuito. El uso de un bucle de mayor tamaño generalmente provocará un ensanchamiento del pico y un tamaño de bucle superior a 1 ml puede provocar una sobrecarga de la columna y una respuesta lineal. El cromatograma de la Fig. 1 utiliza un bucle de muestra de 100 μL de tamaño.

Cuando se desperdician inyecciones de volumen por encima del tamaño del circuito de muestra. Se considera una buena técnica limpiar el bucle de muestra después de la inyección inyectando 2 a 3 veces el volumen del bucle de muestra.

La figura 2 muestra la vista frontal del Cromatógrafo Dionex Integrion. En la figura puede observarse el área del aluyente, el compartimiento de la bomba, compartimiento del detector y los LED's de estado, entre otros componentes.

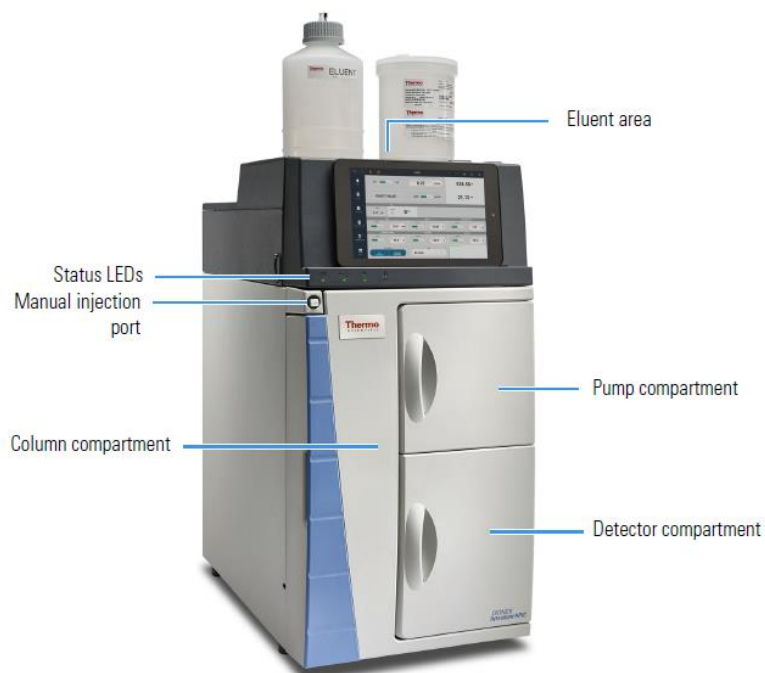


Figura 2. Vista frontal del Cromatógrafo Dionex Integrion
(Thermo Scientific, 2016)

CONFIGURACIONES ESTÁNDAR DEL SISTEMA

Todas las configuraciones estándar incluyen las siguientes características:

- Zona de eluyentes y depósito
- LEDs de estado del sistema
- Compartimiento de la bomba con la bomba analítica
- Compartimiento de columna con válvula de inyección de 6 puertos
- Compartimiento del detector con conductividad de integridad o detector electroquímico de integridad

Los componentes interiores del cromatógrafo se presentan en la figura 3. Así mismo se detallan las posiciones y funciones de cada uno de los componentes más importantes del equipo

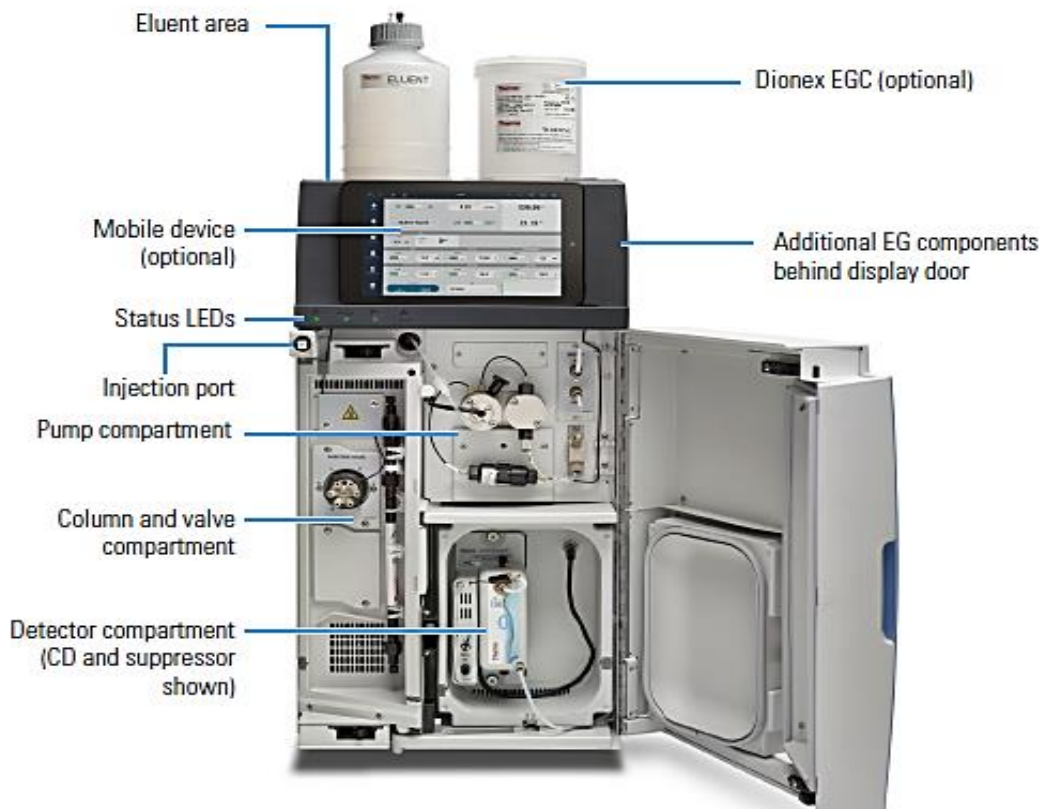


Figura 3. Componentes interiores del Cromatografo Dionex Integrion
(Thermo Fisher Scientific Inc., 2016)

LEDS DE ESTADO

-El panel frontal incluye los siguientes LEDs de estado:



El LED de alimentación está en (verde) cuando el sistema está encendido.



El LED de conexión está en (verde) cuando el sistema está conectado vía USB a un instrumento de Chromeleon.



El LED de funcionamiento está encendido (verde) cuando una secuencia de Chromeleon está en marcha.



El LED de alerta parpadea (rojo) cuando se produce un problema en el sistema. Revise el Chromeleon Instrument Audit Trail o la aplicación móvil

Lista de errores de la causa

DISPOSITIVO MÓVIL

La aplicación móvil HPIC de Dionex Integrion opcional instalada en un dispositivo móvil proporciona un frente panel de control de la Integridad Dionex. La aplicación móvil puede ser usada para ver el estado del sistema y para controlar directamente las funciones del sistema.

SISTEMA DE DATOS DE CROMATOGRAFÍA CHROMELEON 7

El sistema de datos de cromatografía Chromeleon 7 se utiliza para controlar la integridad del Dionex y para adquirir y procesar datos. Existen dos modos de control por software: control automatizado y control directo.

- Con el control automatizado, se crea una lista de comandos de control a ser ejecutados en orden cronológico.
- Con el control directo, se usan los controles de un conjunto de paneles electrónicos para emitir comandos e introducir parámetros de operación. Los comandos de control directo y los ajustes de los parámetros se ejecutan tan pronto como entran. Las pestañas individuales del conjunto de paneles electrónicos permiten acceder a funciones detalladas de estado y control para cada componente del sistema (bomba, detector, EG, etc.).

CONEXIONES DE DISPOSITIVOS ELECTROLÍTICOS

El Dionex Integrion puede ser configurado hasta con cinco conectores para el control de la electrolítica dispositivos. Cuatro conectores están en la zona del eluyente y uno en el compartimento del detector. El número de conectores disponibles depende de la opción de suministro de energía configurado en su sistema.

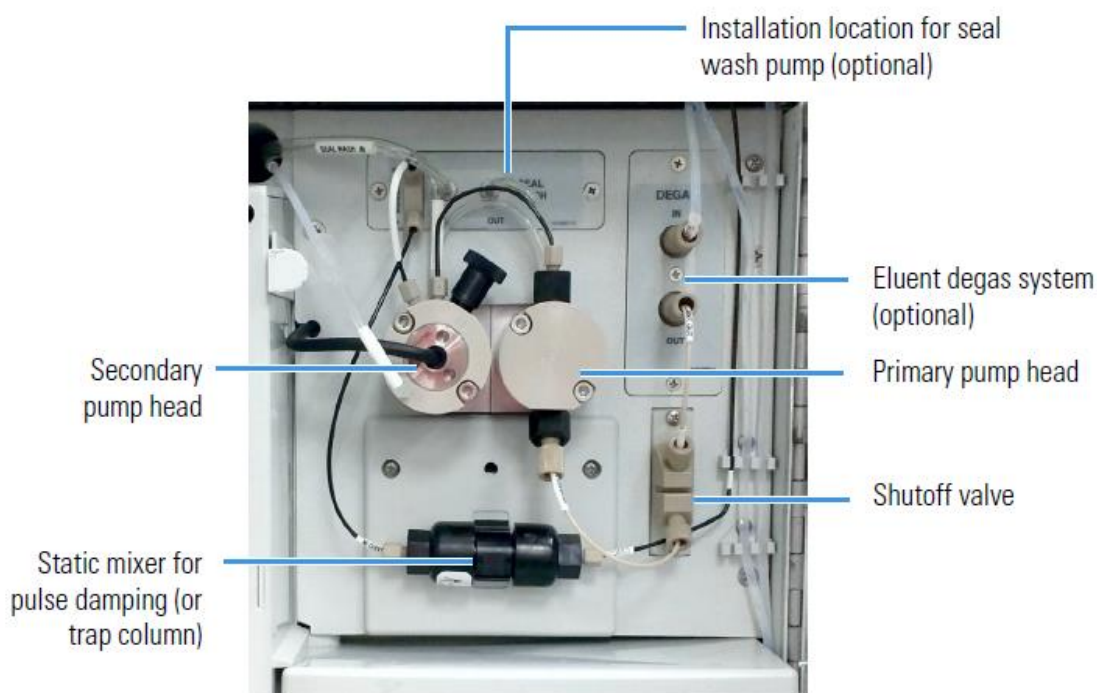
RASTREO DE DISPOSITIVOS CONSUMIBLES

Muchos de los dispositivos consumibles usados con el Dionex Integrion están equipados con una memoria chip que permite la identificación automática del dispositivo y el seguimiento de varios usos parámetros. Dependiendo de la clase de dispositivo, un sistema de comunicación por cable o un sistema de identificación por radiofrecuencia (RFID) se utiliza para rastrear la información del dispositivo. Si el RFID no está instalada en el sistema, sólo los dispositivos equipados con comunicación por cable pueden ser rastreados.

RESERVAS DE ELUYENTES

El área en la parte superior del Dionex Integrion puede contener hasta dos depósitos de 2 litros y un depósito de 4 litros, dependiendo de la configuración del sistema. Un depósito de 2 litros es típicamente instalado en la sección frontal de la bandeja, en el lado izquierdo (con un Dionex EGC instalado en el lado derecho).

Las características del compartimiento de la bomba, incluyendo, la válvula de cierre, el mezclador estático y el sistema de eliminación de gas del eluyente se muestran en la figura 4. Asimismo, se observan en la figura las cabezas de las bombas primaria y



secundaria.

Figura 4. Características del comportamiento de la bomba
(Thermo Fisher Scientific Inc., 2016)

VÁLVULA DE CIERRE

La válvula de cierre en el compartimiento de la bomba que controla el flujo del depósito de eluyente. La válvula se abre automáticamente cuando la bomba se pone en marcha y se cierra cuando la bomba se detiene. La válvula no puede ser controlada manualmente.

SISTEMA DE DEGACIFICACIÓN DE ELUYENTES

El sistema opcional de degasificación de eluyentes de baja presión proporciona una degasificación continua de eluyentes en línea.

El líquido del depósito de eluyente se dirige a la cámara de vacío de desgasificación antes de entrar en la ruta de flujo del sistema. El gas disuelto en el eluyente afecta significativamente al rendimiento de la bomba, y la desgasificación al vacío de eluyentes es una forma de asegurar un bajo nivel de gas disuelto en el eluyente.

La desgasificación ayuda a evitar que se formen burbujas (causadas por la desgasificación del eluyente) en la bomba y la célula detectora. La desgasificación de los eluyentes es especialmente importante cuando se combinan componentes no acuosos (por ejemplo, agua y acetonitrilo).

BOMBA

La bomba, es una bomba de doble pistón de baja pulsación en serie, con compresibilidad electrónica de compensación. Los componentes del flujo de la bomba son químicamente inertes, hechos con PEEK™ de alta calidad, cabezas y accesorios, sellos de polímero inerte, pistones de zafiro y válvula de retención de zafiro.

MEZCLADOR ESTÁTICO

Un mezclador estático GM-4 se instala después de la cabeza de la bomba secundaria. El mezclador funciona como amortiguador de pulso para la bomba.

COLUMNA DE TRAMPA DE ALTA PRESIÓN

Si el sistema no incluye una columna trampa de regeneración continua (Dionex CR-TC 600), se puede instalar una columna trampa de alta presión. La columna trampa se instala en lugar del mezclador estático. En este caso, la columna trampa funcionará como amortiguador de impulsos.

SISTEMA DE LAVADO DEL SELLO DE LA BOMBA

El sistema de lavado de sellos enjuaga el sello en cada cabezal de bomba. Cuando se usa un eluyente preparado manualmente, el enjuague de los sellos prolonga la vida útil de éste, evitando la cristalización del eluyente en las superficies del pistón.

El sistema consta de una bomba de lavado de sellos, un depósito que contiene solución de lavado, tubería de conexión, y una tierra eluyente. La solución de lavado suele ser

ASTM Tipo I (18 megaohmios-cm) de agua filtrada y desionizada que cumple con las especificaciones.

La solución de lavado de sellos se bombea primero el sello del cabezal de la bomba secundaria, luego al sello del cabezal de la bomba primaria, y luego se elimina.

COMPARTIMIENTO DE LA COLUMNA CALEFACTORA

El compartimiento de la columna es una cámara ambiental aislada que puede albergar una columna de separación, una válvula de inyección y una válvula auxiliar de alta presión opcional. El compartimiento protege los componentes alojados de las fluctuaciones de la temperatura ambiente.

Si se instala la opción del compartimiento de la columna calefactora, el compartimiento puede mantener una temperatura constante de 5 °C por encima de la temperatura ambiente hasta 80 °C. El compartimiento calentado también incluye un precalentador de eluyente que calienta el eluyente hasta el punto de consigna del compartimiento antes de que entre en las columnas.

La figura 5 muestra las características del compartimiento de las columnas, en este caso, con calentamiento.

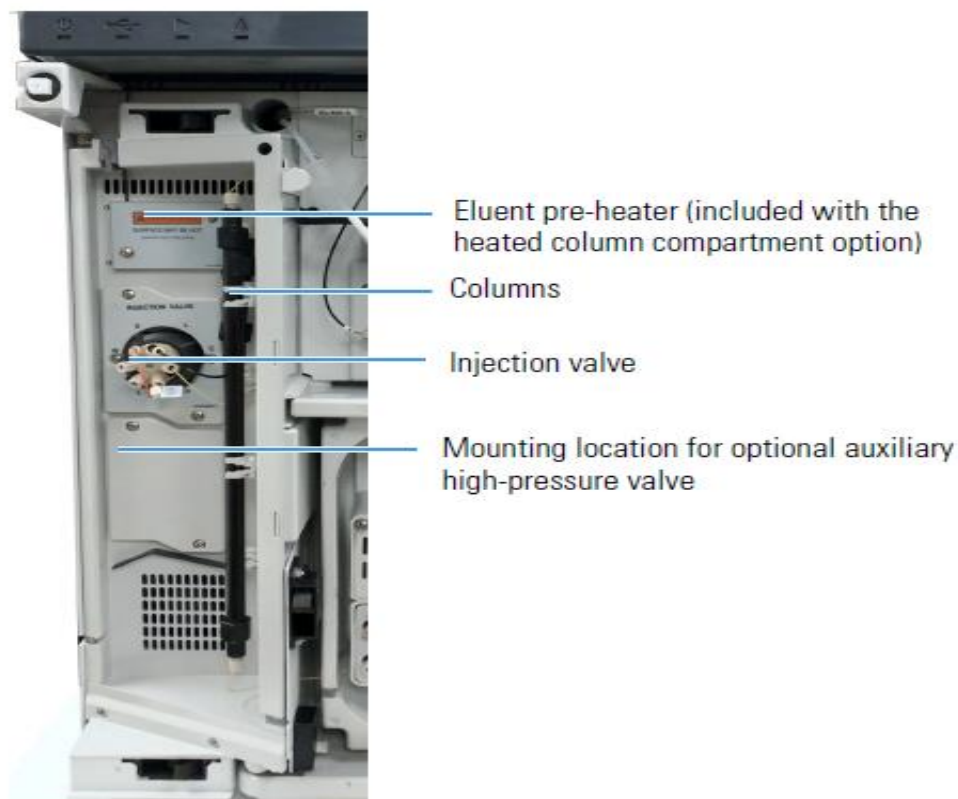


Figura 5. Características del compartimento de las columnas (columna calentada)
(Thermo Fisher Scientific Inc., 2016)

VÁLVULAS DE ALTA PRESIÓN

Hasta dos válvulas de alta presión pueden ser instaladas en el Dionex Integrion: una válvula de inyección y una válvula auxiliar opcional.

- Válvula de alta presión de 4 puertos (P/N 22153-60016), que puede ser configurada para su uso como válvula de inyección. La válvula de 4 puertos tiene un bucle de muestra interno de 0,4 L.

Los componentes del detector de conductividad se presentan en la figura 6. Así mismo se detallan las posiciones y funciones de cada uno de los componentes más importantes del equipo como; El detector de conductividad (DC) consta de una celda de conductividad calentada, y la electrónica necesaria para recolectar los datos de conductividad para enviarlos a la computadora.

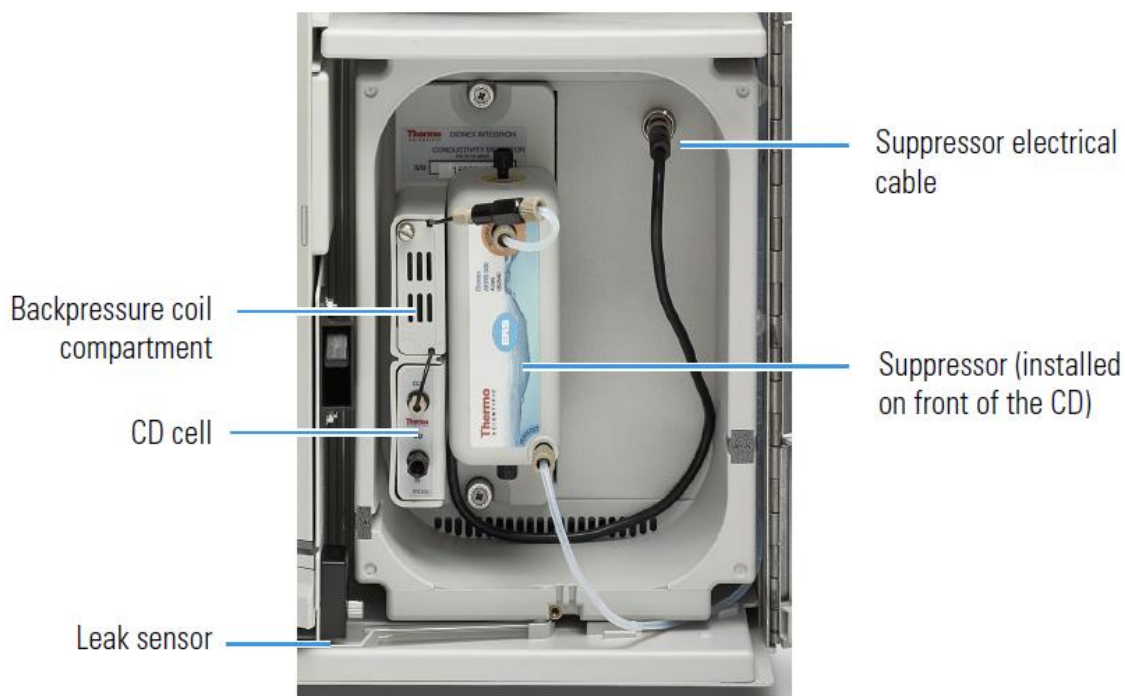


Figura 6. Detector de conductividad
(Thermo Fisher Scientific Inc., 2016)

La celda de conductividad de flujo continuo mide la conductancia eléctrica de los iones del analito a medida que pasan a través de la celda. Dos electrodos pasivados de acero inoxidable 316 están sellados permanentemente en el cuerpo celular PEEK. El diseño de la celda proporciona un barrido eficiente, volumen bajo ($<1 \mu\text{L}$) y baja dispersión.

CONTROL DE TEMPERATURA DE DC

La temperatura afecta directamente la conductividad de una solución. Por ejemplo, calefacción de laboratorio y los sistemas de aire acondicionado pueden causar un ciclo lento regular en la línea de base. Esto a su vez, puede afectar la reproducibilidad de un análisis.

Cuanto mayor sea la conductividad, más pronunciado será el efecto. Para reducir el efecto de la variación de temperatura, el cromatógrafo Dionex Integriion proporciona control de temperatura de la celda y control de temperatura opcional del detector de compartimiento. El calentador dentro de la celda regula la temperatura de la celda.

COMPENSACIÓN DE TEMPERATURA DE DC

La compensación de temperatura incorporada ayuda a minimizar los cambios en la línea base o en las alturas máximas si la temperatura de funcionamiento es diferente de la temperatura a la que se calibró la celda.

La compensación de temperatura predeterminada es 1,7% por ° C. Esto se puede restablecer entre 0% y 3,0% por ° C, dependiendo del eluyente. Si nota que la línea de base se desplaza hacia arriba cuando el aumenta la temperatura ambiente del laboratorio, el factor de compensación es demasiado bajo y debe restablecer a un valor más alto.

3.1.4 TIPO DE MUESTRAS

Aguas, suelos, alimentos, extractos, etc. (para cualquier tipo de matriz contactar con el laboratorio).

- PM <2000
- Cromatografía de intercambio iónico
- Adsorción: líquido-sólido
- Partición: líquido-líquido Cromatográfico en fase normal
- Cromatografía en fase inversa PM >2000
- Cromatografía de exclusión por tamaño

3.1.5 APLICACIONES

Esta técnica está indicada para la separación de compuestos orgánicos semivolátiles. Hidrocarburos Poliaromáticos (PAHs), Aminoácidos: OTA, Ácido Fólico, Herbicidas, Vitaminas, Acido tenuazónico, Formaldehído...etc. Rango de trabajo para muestras líquidas: $\mu\text{g L}^{-1}$ - mg L^{-1} Rango de trabajo para muestras sólidas: $\mu\text{g Kg}^{-1}$ - $\mu\text{g g}^{-1}$ (CHANG, 2010)

- Presión de vapor baja
- Compuestos iónicos
- Compuestos de peso molecular elevado

- Compuestos Termolábiles
- Se realiza en columna
- Separación por adsorción y partición
- Diversidad de técnicas en función de la muestra
- Análisis cualitativo y cuantitativo
- Separaciones analíticas y preparativas
- Análisis de mezclas “relativamente” complejas

3.2 ANÁLISIS CUALITATIVO Y CUANTITATIVO DE ANIONES

La química analítica puede ser cualitativa o cuantitativa. La química analítica cualitativa se centra en identificar la presencia o ausencia de un analito, mientras que la química cuantitativa desarrolla métodos para determinar su concentración. Uno de estos métodos cuantitativos es el análisis gravimétrico, el cual se basa en la medición de variaciones de pesos que se utilizan para calcular la cantidad de sustancia analizada. En este tipo de análisis, lo que en realidad se determina es la masa. Es conveniente diferenciar tres diferentes tipos de determinaciones gravimétricas: métodos de precipitación, métodos electro-gravimétricos y métodos de desprendimiento. (Harris, 2001)

Dentro de los métodos de desprendimiento, la determinación de humedad es típico de la determinación gravimétrica indirecta en la que por el peso de la sustancia no volatilizada se determina el porcentaje de la materia que se ha desprendido por efecto del aumento de temperatura. (Rodier, 1998)

De este modo, el agua de humedad se desprende entre 100-110 °C, y la materia que queda como residuo es el peso seco de la sustancia; por diferencia se puede calcular entonces el porcentaje de humedad inicial de la muestra.

El análisis cualitativo tiene por objeto la identificación de los componentes de una muestra. En el análisis cualitativo clásico. La identificación se consigue de forma química, mediante operaciones de separación combinadas con ensayos de

identificación. La alternativa es el análisis cualitativo instrumental en el que la identificación se realiza aplicando una técnica instrumental.

3.3 TIPOS DE CROMATOGRAFÍA

3.3.1 CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS

Cromatografía Líquida de Alta Eficacia (por sus siglas en inglés HPLC). La cromatografía líquida (HPLC), es una técnica utilizada para separar los componentes de una mezcla. Consiste en una fase estacionaria no polar (columna) y una fase móvil. La fase estacionaria es sílica que se ha tratado con RMe_2SiCl . La fase móvil actúa de portador de la muestra. La muestra en solución es inyectada en la fase móvil. Los componentes de la solución emigran de acuerdo a las interacciones no-covalentes de los compuestos con la columna. Estas interacciones químicas, determinan la separación de los contenidos en la muestra. La utilización de los diferentes detectores dependerá de la naturaleza de los compuestos a determinar.

3.3.2 CROMATOGRAFÍA DE ADSORCIÓN

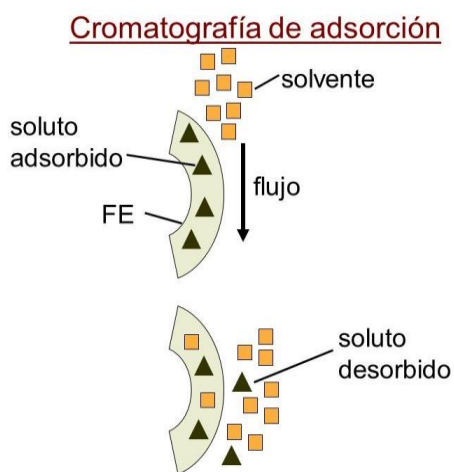


Figura 9, Cromatografía de Adsorción

La fase estacionaria es un sólido en el que los componentes de la muestra son adsorbidos. La fase móvil puede ser un líquido (cromatografía líquido-sólido) o un gas

(cromatografía gas-sólido); los componentes se distribuyen entre dos fases a través de la combinación de los procesos de adsorción y desorción. La cromatografía de capa fina (TLC) es un ejemplo especial de cromatografía por adsorción en la cual la fase estacionaria es un plano, en la forma de un soporte sólido en un plato inerte.

3.3.3 CROMATOGRAFÍA DE PARTICIÓN

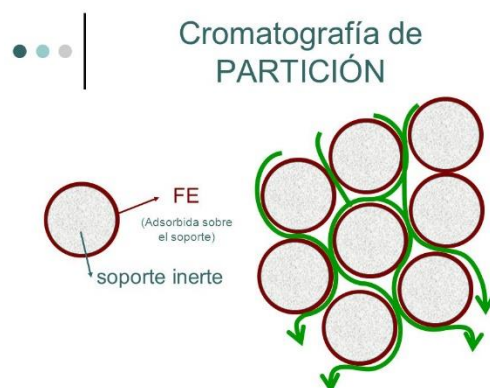


Figura 8. Cromatografía de partición

La fase estacionaria de la cromatografía de partición es un líquido soportado en un sólido inerte. La fase móvil puede ser un líquido (cromatografía de partición líquido-líquido) o un gas (cromatografía de partición gas-líquido, GLC). La cromatografía en papel es un tipo de cromatografía de partición en la cual la fase estacionaria es una capa de agua adsorbida en una hoja de papel.

3.3.4 CROMATOGRAFÍA DE GASES

Es la técnica a elegir para la separación de compuestos orgánicos e inorgánicos térmicamente estables y volátiles. La disponibilidad de detectores versátiles y específicos, y la posibilidad de acoplar el cromatógrafo de gases a un espectro de masas o a un espectrofotómetro de infrarrojo, amplían aún más la utilidad de la cromatografía de gases. Un cromatógrafo de gases consiste en varios módulos básicos ensamblados para:

- 1) Proporcionar un gasto o flujo constante del gas transportador (fase móvil).
- 2) Permitir la introducción de vapores de la muestra en la corriente de gas que fluye.
- 3) Contener la longitud apropiada de fase estacionaria.

4) Mantener la columna a la temperatura apropiada (o la secuencia del programa de temperatura)

5) Detectar los componentes de la muestra conforme el eluyente de la columna.

Sólo aprox. 20% de los compuestos conocidos permiten ser analizados por cromatografía de gases, ya sea porque son insuficientemente volátiles y no pasan a través de la columna, o porque son térmicamente inestables y se descomponen en las condiciones de separación. La cromatografía de líquidos de alto rendimiento (HPLC, de high-performance liquid chromatography) no está limitada por la volatilidad o la estabilidad térmica de la muestra. La HPLC es capaz de separar macromoléculas y especies iónicas, productos naturales lábiles, materiales poliméricos y una gran variedad de otros grupos polifuncionales de alto peso molecular. Con una fase móvil líquida interactiva, otro parámetro se encuentra disponible para la selectividad, en adición a una fase estacionaria activa. La separación cromatográfica en HPLC es el resultado de las interacciones específicas entre las moléculas de la muestra con ambas fases, móvil y estacionaria. Tales interacciones esencialmente no existen en la fase móvil para la cromatografía de gases. (Pássaro Carvalho, y otros, 2016)

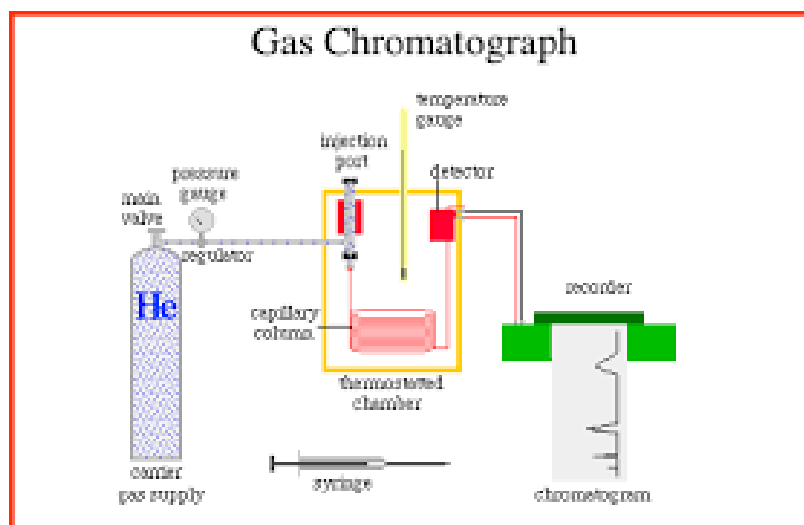


Figura 9. Cromatógrafo de gas

3.3.5 CROMATOGRAFÍA DE PAPEL

Es un método analítico utilizado para identificar y separar las mezclas que son pintadas principalmente con pigmentos fuertes. Este proceso también se puede utilizar en las escuelas de secundarias o primarias en experimentos de laboratorio con tinta. Esta

técnica ha sido sustituida en gran parte por cromatografía de capa fina, sin embargo, este método sigue siendo una eficaz herramienta de enseñanza. La cromatografía en papel bidireccional, es conocida como cromatografía bidimensional, envuelve la utilización de dos solventes y a la misma vez aplicando una rotación del papel a 90 ° entre ellos. Esto es ventajoso para lograr separar las mezclas complejas de elementos similares, un ejemplo particular es la separación de aminoácidos.

3.3.6 CROMATOGRAFÍA DE CAPA FINA

La cromatografía en capa fina (TLC) es un método de la cromatografía que es eficaz para separar elementos orgánicos. Envuelve una fase estacionaria que radica en una capa muy delgada del material absorbente, habitualmente es el óxido de aluminio, gel de sílice o la celulosa paralizada sobre una lámina puntal inerte completamente plana. La fase líquida radica en obtener una solución exacta para separar un solvente apropiado en atraída a través de una placa por acción fina, logrando separar la solución experimental.

3.3.7 CROMATOGRAFÍA DE INTERCAMBIO IÓNICO

El principio básico de la cromatografía de intercambio iónico es que las moléculas cargadas se adhieren a los intercambiadores de forma reversible de modo que dichas moléculas pueden ser asociadas o disociadas cambiando el ambiente iónico. La separación mediante intercambiadores iónicos se realiza por lo general, en dos fases: en la primera las sustancias a separar se unen al intercambiador utilizando condiciones que originan una unión fuerte y estable; a continuación, se eluye de la columna con buffers de diferentes pH o diferente fuerza iónica, compitiendo los componentes del buffer con el material por los sitios de unión. R+ A- es un intercambiador anicónico en la forma A- y B- representa a los aniones en la disolución. (APHA-AWWA-WPCF, 1992)

La separación en la cromatografía de intercambio iónico depende la adsorción reversible de moléculas de soluto cargadas, a una resina con grupos iónicos de carga opuesta. El mecanismo de separación se basa en un equilibrio de intercambio iónico. Muchos de los experimentos de intercambio iónico se llevan a cabo en cinco etapas.

La primera etapa es un equilibrio en el cual el intercambiador iónico se encuentra en las condiciones apropiadas de pH y fuerza iónica, lo que permitirá la unión de las moléculas de soluto. En este estado inicial, los grupos que se intercambiarán están asociados con

sus respectivos contra-iones (usualmente aniones o cationes simples, como cloruro o sodio).

En una segunda etapa se encuentra la aplicación de la muestra y su adsorción, en la cual las moléculas del soluto llevan a cabo el apropiado desplazamiento de carga de los contra-iones y se unen reversiblemente al gel. Las sustancias que no se unen son eluídas de la cama del intercambiador usando el buffer inicial.

En la tercera etapa, se lleva a cabo la desorción de la muestra cambiando las condiciones de elusión, al desfavorecer la formación del enlace iónico de las moléculas de la muestra y la cama del intercambiador. Esto normalmente se logra aumentando la fuerza iónica del buffer de elusión o cambiando su pH (Álvarez, y otros, 2013).

En la cuarta y quinta etapa corresponden a la remoción de sustancia no eluídas bajo las condiciones experimentales previas y regresar al equilibrio de las condiciones iniciales para la siguiente purificación. La separación de diferentes sustancias se lleva a cabo porque éstas tienen diferentes grados interacción con el intercambiador iónico debido a diferencias en sus cargas, densidades de carga y distribuciones de carga en su superficie (Danzer Klaus, 2009). Estas interacciones pueden ser controladas variando condiciones como la fuerza iónica y el pH. Las diferencias en propiedades de carga de compuestos biológicos son a menudo considerables, y tomando en cuenta que la cromatografía de intercambio iónico es capaz de separar especies con propiedades poco diferentes. Se pueden llevar a cabo separaciones por intercambio iónico en una columna, mediante un procedimiento en lote o por adsorción en cama extendida.

3.4 PROPIEDADES DE LOS INTERCAMBIADORES IÓNICOS

INTERCAMBIADORES ANIÓNICOS: Son portadores de grupos con cargas positivas que unen aniones de forma reversible. Si el grupo cargado es positivo, es un intercambiador de aniones. Los intercambiadores débilmente básicos más corrientes son los grupos aminos alifáticos o aromáticos.

INTERCAMBIADOR CATIÓNICO: Los intercambiadores catiónicos son portadores de grupos con carga negativa que unen cationes de modo reversible.

Un grupo típico que se utiliza en los intercambiadores de cationes es el grupo sulfónico (SO_3^-). Si se une un H^+ al grupo, se dice que el intercambiador se encuentra en forma

ácida y puede, por ejemplo, intercambiar un H^+ por un Na^+ o poliestireno dos H^+ por un Ca_2^+ . El grupo ácido sulfónico es un intercambiador de cationes fuertemente ácido. Otros grupos de utilización corriente son el carbonilo e hidroxilo fenólico, dos intercambiadores catiónicos débilmente ácidos (Pássaro Carvalho, y otros, 2016).

Los poli aniones y poli cationes se unen a los intercambiadores de aniones y de cationes. Sin embargo, las proteínas y los poli electrolitos (polímeros poli iónicos) que son portadores de cargas positivas y negativas pueden unirse tanto a los cambiadores de cationes como a los de aniones, dependiendo de su carga neta. La afinidad con la que un poli electrolito concreto se une a un cambiador iónico determinado depende de las identidades y de las concentraciones de los demás iones presentes en la disolución, debido a la competencia entre los diversos iones por los sitios de unión sobre el intercambiador iónico. Las afinidades de unión de los polielectrolitos portadores de grupos ácidos-base dependen también, en gran medida, del PH ya que sus cargas netas varían con dicho valor.

La matriz puede estar hecha de diferentes materiales. Los de uso más corriente son el dextrano, la celulosa, poliacrilamida, copolímeros del estireno y divinilbenceno, en los que el divinilbenceno contiene los grupos cargados y se entrecruza con las cadenas de poliestireno.

La elección entre intercambiadores fuertes o débiles está basada en el efecto del pH sobre la carga y la estabilidad (Willard, 2002). Por ejemplo, si se va a cromatografía una sustancia débilmente ácida que necesita pH muy altos o muy bajos para su ionización, se requiere un intercambiador fuerte debido que este funciona a pH extremos. No obstante, si la sustancia es lábil, es preferible la utilización de intercambiadores débiles.

Los intercambiadores débiles son también excelentes para la separación de moléculas con una carga elevada de aquellas con poca carga, debido a que los iones débilmente cargados no se unen, por lo general, al intercambiador. Permiten, asimismo, una mayor resolución de las sustancias si las diferencias de carga son muy pequeñas

Los intercambiadores de celulosa han probado ser los mejores para la purificación de moléculas grandes como proteínas y poli nucleótidos. Ello es debido a que la matriz es fibrosa, por lo que todos los grupos funcionales se encuentran en la superficie y disponibles, incluso, para las moléculas mayores.

La detección espectrofotométrica Ultravioleta-VIS, se basa en la absorción de energía electromagnética por ciertos grupos presentes en las moléculas o iones llamados cromóforos. La longitud de onda y la energía absorbida depende de los enlaces químicos dentro de la molécula o ion y son característicos de los mismos. En cromatografía iónica en detección fotométrica directa sólo los iones de la muestra que presenten grupos cromóforos podrán absorber parte de la luz que llega a la célula, originando una disminución en la intensidad del haz de luz que es directamente proporcional a la cantidad de soluto absorbente eluido. La detección UV en cromatografía iónica no es muy significativa, ya que los cationes y aniones inorgánicos y las moléculas orgánicas alifáticas carecen de grupos cromóforos, por tanto, se usa como complemento de la detección por conductividad. Una de las aplicaciones más comunes de este modo de detección es la determinación de nitritos y amonio en aguas de mar. La detección UV-VIS de estos iones minoritarios (y cromóforos) en el mar se puede conseguir eliminando la interferencia de los iones mayoritarios en este tipo de muestras: cloruro y sodio (no cromóforos). (Thermo Fisher Scientific Inc., 2016).

En cromatografía iónica, la detección espectrofotométrica Ultravioleta-VIS se suele usar más combinándola con técnicas de derivatización que transformen a los cationes/aniones NO-cromóforos en otros compuestos que sí lo sean. Ejemplos de esta técnica los tenemos en la determinación de cromo (VI) por cromatografía iónica y detección UV-VIS.

Aplicaciones

- Con detección por conductividad
- Cationes y aniones inorgánicos mayoritarios en aguas.
- Oxihaluros.
- Acetatos y haloacetatos.
- Aniones orgánicos e inorgánicos. de ácidos carboxílicos de bajo peso molecular
- Algún metal de transición.
- Amonio y aminas de bajo peso molecular (etanolaminas, metilaminas,)
- Con detección amperométrica
- Tioles, sulfuros y cianuros.
- Con detección amperométrica de pulsos
- Azúcares en zumos, mieles y vinos (monosacáridos, disacáridos) y alcoholes de azúcar (sorbitol, arabitol, inosito)

- Con detección UV-VIS:
- Nitratos y nitritos en aguas de mar (detección directa)
- Amonio en aguas de mar (derivatización + detección UV)
- Cromo (6+) (derivatización + detección UV)

Equipamiento

- Cromatógrafo iónico con supresión electroquímica y detección conductimétrica DIONEX 300.

Requisitos de las muestras (Pfaff, 2015)

- Las muestras deben entregarse adecuadamente etiquetadas, envasadas y acondicionadas para asegurar su identificación, integridad y conservación durante el transporte y garantizar la seguridad del personal que lo realiza, a poder ser en gradilla para evitar derrames de tubos.
- Las muestras se entregarán filtradas como mínimo a 0.45 µm. El servicio proporciona los filtros y su precio está incluido dentro del precio del análisis. No se analizarán muestras que no estén filtradas con estos filtros.
- La cantidad mínima necesaria para realizar el ensayo es de 12 ml.
- La conductividad máxima de la muestra será de 2.000 µS
- Las muestras que contengan materia orgánica deben ser pasadas previamente por columnas C18 de pre-tratamiento para su eliminación, para evitar contaminaciones de las columnas analíticas.
- Si los patrones son suministrados por el usuario, se entregarán preparados en agua ultra pura (18.3uS/cm), de precisar patrones o mezclas no acuosas se indicará explícitamente al responsable de la técnica, indicándolo además en el formulario de solicitud de análisis. Deben utilizarse como mínimo 5 patrones y deberán cubrir el rango de análisis de las muestras

3.5 CURVAS DE CALIBRACIÓN

La curva de calibración es un método muy utilizado en química analítica para determinar la concentración de una sustancia (analito) en una muestra desconocida, sobre todo en disoluciones. El método se basa en la relación proporcional entre la concentración y una determinada señal analítica. Conociendo esta relación, será posible conocer la concentración- señal se suele representar en una gráfica a la que se le conoce como curva de calibración o curva de calibrado.

Es la representación gráfica de una señal que se mide en función de la concentración de un analito. La calibración incluye la selección de un modelo para estimar los parámetros que permitan determinar la linealidad de esa curva y, en consecuencia, la capacidad de un método analítico para obtener resultados que sean directamente proporcionales a la concentración de un compuesto en una muestra, dentro de un determinado intervalo de trabajo.

En el procedimiento se compara una propiedad del analito con la de estándares de concentración conocida del mismo analito (o de algún otro con propiedades muy similares a éste). Para realizar la comparación se requiere utilizar métodos y equipos apropiados para la resolución del problema de acuerdo al analito que se desee determinar.

La señal analítica mantiene una relación proporcional con la concentración. Las señales más utilizadas son aquellas cuya relación con la concentración no es lineal, al menos en el rango de trabajo. Al ser una relación lineal, se puede representar mediante una recta, de ahí que este tipo específico de curva de calibración se conozca también como recta de calibración. (Danzer Klaus, 2009)

En la elaboración de una curva de calibración se puede dividir en dos pasos: La preparación de las disoluciones patrón y obtención de la función señal- concentración y una vez obtenida la curva de calibración se podrá utilizar para conocer la concentración de analito en una muestra desconocida. Veamos estos pasos aplicados a una recta de calibración.

En la preparación de patrones para elaborar una curva de calibrado se parte de disoluciones ya conocidas como disoluciones patrón (es un reactivo de concentración conocida con exactitud. Estas disoluciones desempeñan una función principal en todos

los métodos volumétricos). Se han de elaborar una curva para cubrir un rango que incluya la concentración esperada en las muestras desconocidas. Las concentraciones deben estar dentro del rango válido a utilizar, es decir, han de estar por encima del mínimo de concentración de analito cuantificable por la técnica utilizada. Este mínimo es conocido como límite cuantificable. (Den, 2015)

La mayor parte de los métodos analíticos son relativos, es decir, el contenido del analito en la muestra se obtiene a través de un patrón o estándar de referencia certificado. A partir de éste, es posible preparar una disolución de concentración exactamente conocida denominada solución madre. Luego, utilizando la solución madre, se preparan un conjunto de soluciones a distinta concentración para la obtención de una curva de calibración. En este sentido, para un análisis instrumental, por ejemplo, utilizando cromatografía, lo que se busca es obtener una respuesta instrumental proporcional a la concentración del analito

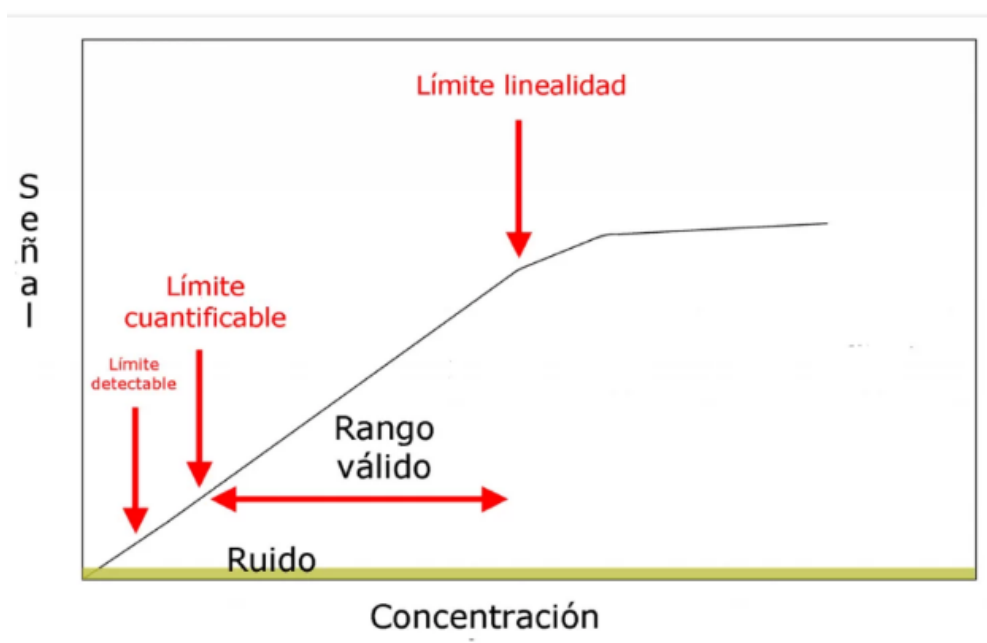


Figura 10. Límites de una recta de calibración.

3.6 TRAZABILIDAD

Durante la evaluación de la competencia técnica de los laboratorios de calibración y de ensayo, la demostración de la trazabilidad metrológica y la estimación de la incertidumbre de medida, requiere la aplicación de criterios técnicos uniformes y consistentes. Con el propósito de asegurar la uniformidad y consistencia de los criterios técnicos en la evaluación de la trazabilidad metrológica y la incertidumbre de medida, la entidad mexicana de acreditación, a. c., solicitó al Centro Nacional de Metrología que encabezara un programa de elaboración de Guías Técnicas de Trazabilidad Metrológica e Incertidumbre de Medida. Los Comités de Evaluación, a través de los Subcomités de los Laboratorios de Calibración y de Ensayo, se incorporan a este programa y su participación está orientada a transmitir sus conocimientos y experiencias técnicas en la puesta en práctica de las Políticas de Trazabilidad y de Incertidumbre establecidas por EMA, mediante el consenso de sus grupos técnicos de apoyo. En este programa, el CENAM se ocupa, entre otras actividades, de coordinar el programa de las Guías Técnicas; proponer criterios técnicos sobre la materia; validar los documentos producidos; procurar que todas las opiniones pertinentes sean apropiadamente consideradas en los documentos; apoyar la elaboración de las Guías con eventos de capacitación; asegurar la consistencia de las Guías con los documentos de referencia indicados al final de este documento. (Centro Nacional de Metrología, 2017)



Figura 11 Cadena de trazabilida

3.7 REACTIVOS

- Agua reactiva: agua destilada o desionizada, libre de aniones de interés. Agua debe contener partículas no mayores de 0,20 micras.
- Solución de eluyente: carbonato de sodio (CASRN 497-19-8) 9.0 mM. Disolver 1.91g de carbonato de sodio (Na_2CO_3) en agua reactiva y diluir a 2 L. Esta solución eluyente debe purgarse durante 10 minutos con helio antes de usarse para eliminar gases disueltos que pueden formar micro burbujas en el CI comprometer el rendimiento del sistema y afectar negativamente la integridad de los datos.
- Soluciones patrón estándar, 1000 mg / L (1 mg / ml): Las soluciones estándar pueden comprarse como soluciones certificadas o prepararse a partir de reactivo de grado ACS, sales de potasio o sodio como se enumeran a continuación, para la mayoría de los analitos.
- Fluoruro (F^-) 1000 mg / L: disolver 0.2210 g de fluoruro de sodio (NaF) en agua reactiva y diluir a 100 ml en un matraz volumétrico.
- Nitrato (NO_3^-) 1000 mg / L: disolver 0,6068 g de nitrato de sodio (NaNO_3) en agua reactiva y diluir a 100 ml en un matraz volumétrico.
- Nitrito (NO_2^-) 1000 mg / L: disolver 0.4926 g de nitrito de sodio (NaNO_2) en agua reactiva y diluir a 100 ml en un matraz volumétrico.
- Sulfato (SO_4^{2-}) 1000 mg / L: disolver 0.1814 g de sulfato de potasio (K_2SO_4) en agua reactiva y diluir a 100 ml en un matraz volumétrico.

(Pfaff, 2015)

3.8 ELUCIÓN Y CARACTERÍSTICAS DEL GENERADOR DE ELUYENTES

La muestra del generador de eluyentes (GE) se aplica al principio de la columna como una banda fina. El eluyente tiene menor afinidad por la fase estacionaria que los solutos. Los solutos avanzan por el sistema a velocidades diferentes —menores a la de la fase móvil— y se separan en bandas que eluyen al final de la columna.

El GE de la marca Dionex Integrion genera electrolíticamente un ácido-base o eluyentes de carbonato/bicarbonato en línea a partir de agua desionizada. El GE consiste en lo siguientes componentes:

- Una fuente de corriente programable de alta precisión (fuente de alimentación). Existen varias opciones disponibles de fuentes de alimentación, dependiendo del número de dispositivos electrolíticos instalados en un sistema.
- Un cartucho generador de eluyente desechable (Dionex EGC) que contiene una solución concentrada de electrolito, apropiada para el tipo de eluyente que se está generando.
- Una columna trampa regenerada continuamente que se utiliza para eliminar contaminantes extraños de la fuente de agua desionizada. Es regenerado electrolíticamente, lo que le permite funcionar durante largos períodos sin regeneración química.
- Un desgasificador de eluyentes Dionex que contiene un conjunto de tubos que purga el gas de la electrólisis del eluyente recién generado antes de que se dirija a la columna de separación. El desgasificador de eluyentes está incluido en la fuente de alimentación.

3. 9 CARACTERÍSTICAS DEL AGUA

El agua es un compuesto esencial para la vida, es la única sustancia que se encuentra sobre la tierra en los tres estados, es el componente mayoritario de los seres vivos y juega un papel fundamental en la vida del ser humano, el volumen de este en los seres humanos depende de la edad y el tipo de tejido. El contenido de ésta es superior en el hombre que en la mujer y el promedio será en torno al 65%. Este volumen de agua sirve para transportar sustancias y como regulador de la temperatura corporal.

El principal factor de riesgo para numerosas intoxicaciones e infecciones es el intercambio fisiológico del agua, siempre que ésta se encuentre alterada, mediante contaminación, en sus parámetros físicos, químicos o biológicos. Dependiendo del uso que se vaya hacer, es de máximo interés controlar analíticamente la calidad del agua. Pequeños cambios en presencia de algunas sustancias pueden variar sensiblemente las propiedades del agua. Hacerlas inservibles y hasta peligrosas para la salud.

El volumen total de agua en el planeta equivale a 1390 millones de km³ de la cual 96.5% es agua salada (océanos) cubre gran parte del planeta, el agua dulce ocupa dos terceras partes un 2.5% aproximadamente y se encuentran en las regiones polares, el resto conforma los sistemas de agua subterránea, quedando menos de 1% en agua de ríos, lagos, pantanos y agua atmosférica. (Hiriart, 2007)

Éstas son las reservas de agua en la tierra y de ellas sólo el 0.26% es directamente utilizable por la especie humana las cuales están siendo utilizadas por el ser humano de manera veloz pues el crecimiento de la población ha sido de manera exponencial dando como resultado la explotación de un recurso considerado como renovable, pero al no darle el tiempo para recuperarse ahora se empieza a transformar en no renovable.

En cierta forma podemos decir que el agua al igual que la materia no se crea ni se destruye solo se transforma, es un continuo ciclo cambiando de un estado a otro.

La cantidad de agua con la que contamos en la Tierra es constante puesto que esta se almacena en distintos sistemas acuáticos como son los lagos, pantanos, presas, ríos, acuíferos, casquetes polares, mares y océanos, si bien la cantidad de agua es constante, no lo es la forma en que se distribuye en el tiempo: es irregular a lo largo del año y también varía en diferentes años dependiendo de las condiciones climáticas globales.

Además de la distribución geográfica y temporal, la calidad del agua es otro factor a considerar, ya que una parte importante del total de agua dulce con el que contamos resulta inutilizable debido a que lo hemos modificado al contaminar los sistemas acuáticos

con una gran diversidad de sustancias como: metales, grasas, aceites, derivados de combustibles, disolventes industriales, así como miles de tipos de microorganismos.

Aun teniendo grandes cantidades de agua ésta puede no cumplir con ciertas condiciones que permitan su uso adecuado, es muy diferente un agua para uso y consumo humano que una para cultivo, generación de energía o uso industrial, lo que ha llevado a que más de 2.2 millones de personas mueran al año por enfermedades relacionadas con el uso de agua contaminada (Hiriart, 2007). Cuando hacemos referencia a la calidad del agua es necesario puntualizar qué tipo de sustancia contiene, ya sea suspendida o disuelta (sales, metales, hidrocarburos, plaguicidas), o bien de qué organismo (virus, bacterias, parásitos, etc.) se trata y a qué concentración o cantidad se encuentra.

A veces se pueden encontrar en el agua potable microorganismos causantes de enfermedades. Sin embargo, como hoy en día el agua potable es meticulosamente desinfectada, las enfermedades provocadas por microorganismos son raramente causadas por beber agua.

Las personas que nadan en las piscinas encontrarán que el agua en el que nadan está desinfectada con cloro, ozono, UV o dióxido de cloro. Pero hay personas que nadan en el exterior en aguas superficiales todos los años. Estas son las personas más susceptibles de contraer infecciones bacterianas e infecciones causadas por otros microorganismos, porque los microorganismos a menudo acaban en las Hay varias bacterias y protozoos que pueden provocar enfermedades cuando están presentes en aguas superficiales.

Las bacterias no solo pueden provocar enfermedades cuando entran en el cuerpo humano a través de los alimentos, las aguas superficiales también pueden ser una fuente importante de infecciones bacterianas. En la siguiente tabla puede ver varias bacterias que se pueden encontrar en aguas superficiales, y las enfermedades que causan cuando son ingeridas en grandes cantidades, junto con los síntomas.

Tabla 1. Bacterias y enfermedades que provoca el agua no apta para consumo.

Bacteria	Enfermedad/infección	Síntomas
<i>Aeromonas</i>	Enteritis	Diarrea muy líquida, con sangre y moco
<i>Campylobacter jejuni</i>	Campilobacteriosis	Gripe, diarrea, dolor de cabeza y estómago, fiebre, calambres y náuseas
<i>Escherichia coli</i>	Infecciones del tracto urinario, meningitis neonatal, enfermedades intestinales	Diarrea acuosa, dolores de cabeza, fiebre, uremia hemolítica, daños hepáticos
<i>Plesiomonas shigelloides</i>	Plesiomonas-infección	Náuseas, dolores de estómago y diarrea acuosa, a veces fiebre, dolores de cabeza y vómitos
<i>Salmonella typhi</i>	Fiebre tifoidea	Fiebre
<i>Salmonella</i> sp.	Salmonelosis	Mareos, calambres intestinales, vómitos, diarrea y a veces fiebre leve
<i>Streptococcus</i>	Enfermedad gastrointestinal	Dolores de estómago, diarrea y fiebre, a veces vómitos
<i>Vibrio El Tor (agua dulce)</i>	Cólera (forma leve)	Fuerte diarrea

Los protozoos se pueden acumular en ciertas partes del cuerpo, después de haber penetrado en el cuerpo humano. Las acumulaciones se llaman cistos. Debido a su naturaleza parasitaria, los protozoos pueden provocar diferentes enfermedades.

En esta tabla puede ver diversos protozoos que se pueden encontrar en aguas

superficiales, y las enfermedades que causan cuando son ingeridos en grandes cantidades, junto con los síntomas.

Tabla 2. Enfermedades causadas por diversos protozoos en aguas.

Microorganismo	Enfermedad	Síntomas
<i>Amoeba</i>	Disenteria ameboide	Fuerte diarrea, dolor de cabeza, dolor abdominal, escalofríos, fiebre; si no se trata puede causar abscesos en el hígado, perforación intestinal y muerte
<i>Cryptosporidium parvum</i>	Criptosporidiosis	Sensación de mareo, diarrea acuosa, vómitos, falta de apetito
<i>Giardia</i>	Giardiasis	Diarrea, calambres abdominales, flatulencia, eructos, fatiga
<i>Toxoplasma gondii</i>	Toxoplasmosis	Gripe, inflamación de las glándulas linfáticas En mujeres embarazadas aborto e infecciones cerebrales

3.10 TIPOS DE AGUAS

3.10.1 PRETRATAMIENTO

Agua bruta: Agua de red, de pozo, de río, etc.

Agua filtrada: eliminación de partículas, barro, turbidez

Agua declorada: eliminación del cloro

Agua descalcificada: eliminación de dureza (Calcio, Magnesio)

(AQUARA, 2014)

3.10.2 ELIMINACIÓN DE SALES Y OTROS COMPONENTES

- El agua bruta se pasa por un destilador dando como resultado AGUA ULTRAPURA TIPO I la cual tiene una conductividad de 0.056uS/cm y una resistividad de 1802 MOhm (cm).
- El agua filtrada pasa a una desionización directa dando como resultado AGUA DESIONIZADA TIPO II la cual tiene una conductividad menor a 1 uS/cm.
- Del agua decolorada u osmotizada obtenemos un agua con la eliminación del 90 – 99% de iones. (Tierro, 2014)

3.10.3 AGUA DESTILADA:

Elimina la mayor parte de los contaminantes del agua

- Se realiza con un destilador
- Elimina las sales consiguiendo una conductividad $\cong 3 \mu\text{S/cm}$
- Elimina sólidos en suspensión
- Elimina materia orgánica (deja pasar volátiles hasta 100 °C)

3.10.4 AGUA DESIONIZADA:

- Se realiza con un intercambiador de iones
- Elimina las sales

3.10.5 AGUA PURIFICADA TIPO II:

- Afinado final del agua hasta una conductividad $< 1 \mu\text{S/cm}$
- Se realiza con resina de intercambio iónico de lecho mixto
- Apta para numerosos usos industriales y de laboratorio
- Preparación de soluciones tampón, medios microbiológicos, reactivos
- Limpieza de material (lavavajillas), Autoclaves, Invernaderos
- Absorción atómica (dependiendo de la resolución)
- Cultivos hidropónicos
- Industria Química (agua purificada)
- Industria Farmacéutica y cosmética (agua purificada según USP)

3.10.6 AGUA ULTRAPURA TIPO I

- Afinado final del agua hasta una conductividad de 0.055 $\mu\text{S}/\text{cm}$
- Se realiza con resina de intercambio iónico especial
- Apta para aplicaciones muy específicas con máximo requisito de pureza

Absorción atómica / ICP

- HPLC
- Cromatografía Iónica
- GC-MS
- Biología molecular
- PCR
- Cultivos celulares
- Secuenciación de ADN

3.11 NORMAS EN MATERIA DE AGUAS

NOM-001-SEMARNAT-1996: Establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales.

NOM-002-SEMARNAT-1996: Establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas a los sistemas de alcantarillado.

NOM-003-SEMARNAT-1997: Establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reúsen en servicios al público.

NOM-004-SEMARNAT-2002: Protección ambiental. Lodos y biosólidos. Especificaciones y límites máximos permisibles de contaminantes para su aprovechamiento y disposición final.

NMX-AA-073-SCFI-2001: El ion cloruro es uno de los iones inorgánicos que se encuentran en mayor cantidad en aguas naturales, residuales y residuales tratadas, su presencia es necesaria en aguas potables. En agua potable, el sabor salado producido por la concentración de cloruros es variable. En algunas aguas conteniendo 25 mg Cl^-/L se puede detectar el sabor salado si el catión es sodio. Por otra parte, éste puede estar ausente en aguas conteniendo hasta 1g Cl^-/L cuando los cationes que predominan son calcio y magnesio.

NMX-AA-077-SCFI-2001: Los iones fluoruro se encuentran en forma natural en el agua. El fluoruro forma complejos con silicio, aluminio y boro. En muchas comunidades la fluoración N de aguas potables se utiliza para la prevención de caries dental. Sin embargo, en muchas regiones los niveles de fluoruro exceden con mucho los límites

máximos permisibles y su presencia (natural) se convierte en un problema de salud pública. La mayoría de las aguas no contienen más allá de 0.3 mg/L de fluoruros, excepto cuando se contaminan con desechos industriales o aguas negras.

NMX-AA-079-SCFI-2001: El nitrato se encuentra sólo en pequeñas cantidades en las aguas residuales domésticas, pero en el diluyente de las plantas de tratamiento biológico desnitrificante, el nitrato puede encontrarse en concentraciones de hasta 30 mg de nitrato como N/L.

El nitrato es un nutriente esencial para muchos autótrofos fotosintéticos, y en algunos casos ha sido identificado como el determinante del crecimiento de estos. Una concentración alta de nitratos es indicio de una etapa mayor de mineralización de los compuestos nitrogenados. En las aguas de algunos pozos suele encontrarse cantidades apreciables de nitratos, lo que es objetable desde el punto de vista sanitario.

NMX-AA- 84-1982: Esta Norma es aplicable a aguas naturales, residuales y estuarinas. El método iodométrico se aplica si el contenido de sulfuros es mayor de 1 mg/L; éste método se usa para aguas residuales y aguas que oxidan parcialmente el azufre y que están libres de interferencias, asimismo, para muestras que han sido das recientemente.

NMX-AA-099-SCFI-2006: El nitrógeno de nitritos rara vez aparece en concentraciones mayores a 1 mg/L aún en efluentes de plantas de tratamiento municipales. Su concentración en aguas superficiales y subterráneas es normalmente más baja de 0,1 mg/L Debido a que el nitrógeno es un nutriente esencial para organismos fotosintéticos, es importante el monitoreo y control de descargas del mismo al ambiente.

NMX-AA-127-SCFI-2006: Potabilización del agua para uso y consumo humano-Polifosfato de sodio-Especificaciones y métodos de prueba. Esta norma mexicana establece las especificaciones que debe cumplir el polifosfato de sodio utilizado para la potabilización del agua para uso y consumo humano, así como la metodología de muestreo y los métodos de prueba para determinarlas.

NOM-201-SSA1-2002: Productos y servicios. Agua y hielo para consumo humano, envasados y a granel. Esta Norma establece las características y especificaciones sanitarias que deben cumplir el agua y el hielo para consumo humano que se comercialice pre-ensado o a granel y los establecimientos que se dediquen al proceso o importación de dichos productos. (SSA, 2015)

(Agua, 2020)

(Comisión Nacional del Agua, 2016)

(Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales (SEMARNAT), 2013)

3.12 PROCEDIMIENTO DE TOMAS DE MUESTRAS DE AGUA

La recolección de las muestras depende de los procedimientos analíticos empleados y los objetivos del estudio. El objetivo del muestreo es obtener una parte representativa del material bajo estudio (agua, efluente industrial, agua residual, etc.), para lo cual se analizarán las variables fisicoquímicas de interés. El volumen de material captado se transporta hasta el lugar de almacenamiento (cuarto frío, refrigerador, nevera...), para luego ser transferido al laboratorio para el respectivo análisis, momento en el cual la muestra debe conservar las características del material original. Para lograr este objetivo se requiere que la muestra conserve las concentraciones relativas de todos los componentes presentes en el material original y que no hayan ocurrido cambios significativos en su composición antes del análisis (A. Lara, 2013).

3.12.1 TIPOS DE MUESTRAS

3.12.2 MUESTRA SIMPLE

Es aquella que es tomada en un tiempo y lugar determinado, para su análisis individual. Cuando existan varios puntos de vertido, se entenderá por muestra simple la integrada por cantidades proporcionales al caudal de cada punto.

Deberá recogerse durante la jornada de trabajo de la Unidad.

Esta muestra representa la composición del agua original para el lugar, tiempo y circunstancias particulares en las que se realizó su captación. Este tipo de muestras será el utilizado para aguas residuales cuando la autorización de vertido así lo permita o cuando se analicen aguas residuales con contaminación exclusivamente fecal. (AQUARA, 2014)

3.13.3 MUESTRA COMPUESTA

Este tipo de muestreo será el realizado para todas las muestras residuales a excepción de aquellas con contenido exclusivamente fecal o cuando la autorización de vertido así lo permita, pues la composición del agua varía significativamente a lo largo del tiempo. En la mayoría de los casos, el término “muestra compuesta” se refiere a una combinación de muestras sencillas o puntuales tomadas en el mismo sitio durante diferentes tiempos. La mayor parte de las muestras compuestas en el tiempo se emplean para observar concentraciones promedio.

Se recogerán varias muestras simples tomadas a intervalos de tiempo precisados de acuerdo con la frecuencia esperada de los cambios. Para conformarla, el volumen de cada una de las muestras simples deberá ser proporcional al caudal de la descarga en el momento de su toma, según la expresión:

$$V_i = \frac{(V)(Q_i)}{(n)(Q_p)}$$

Donde:

V_i = volumen de cada alícuota o porción de muestra,

V = volumen total a componer (pueden ser 2 L),

Q_i = caudal instantáneo de cada muestra,

Q_p = caudal promedio durante el muestreo

n = número de muestras tomadas

En caso de desconocer la frecuencia de variación de los parámetros, se establece como frecuencia estándar la siguiente: Para jornadas de un solo turno, por ejemplo, de 9 a 17 horas (8 horas): recogida de muestra cada 30 minutos durante las 8 horas, con recogidas de 125 ml, hasta completar un volumen final aproximado de 2 litros.

Cuando la composición de las fuentes varíe en el espacio más que en el tiempo, se requiere tomar las muestras en los sitios apropiados.

No se deben emplear muestras compuestas para la determinación de componentes o características sujetas a cambios significativos e inevitables durante el almacenamiento (cloro residual o pH). Es decir, las muestras compuestas en el tiempo se deben usar para determinar solamente los componentes que permanecen sin alteraciones bajo las

condiciones de toma de muestra, preservación y almacenamiento indicados en este protocolo. La toma de muestras compuestas puede realizarse de forma manual o mediante un muestreado automático. (Harris, 2001)

3.14 MICROFILTRACIÓN

La microfiltración es un proceso de filtración por medio de un medio microporosa que retiene los dolidos suspendidos de un fluido. El tamaño de poro de la membrana oscila desde 0.1 hasta 1 micras o micrones.

La microfiltración es diferente de la ósmosis inversa y la nanofiltración ya que no requiere presión.

La microfiltración es un proceso de filtración con un filtro de tamaño micrométrico (μm). Los filtros pueden ser a presión atmosférica o con un recipiente a cierta presión (máximo 25 psi), pero usualmente trabajan a bajas presiones.

Estos filtros son porosos y permiten que el agua pase a través de ellos, remueve materia orgánica, sólidos en suspensión, pequeños coloides, bacterias y turbidez. (D.Mourato, 2002) Se clasifica de la siguiente manera:

- Filtración de Partículas: de 1 a 1000 micras
- Microfiltración: de 0.1 a 1 micras
- Ultrafiltración: de 0.01 a 0.1 micras
- Nanofiltración: de 10 a 100 Å
- Ósmosis inversa: (Hiperfiltración): de 1 a 10 Å
- Recordar que 1 micra (μm) equivale a 0.0001 Å

Dependiendo del uso que tendrá el papel, su textura y diámetro será diferente. Sus componentes hacen que sea un papel lo suficientemente resistente como para permitir el paso de una solución y aislar lo insoluble, que en este caso serían las impurezas. Por lo tanto, es un papel semipermeable.

Además de ser capaz de soportar cualquier tipo de sustancia, también puede soportar altas y bajas temperaturas.

Este tipo de papel es comúnmente utilizado en laboratorios analíticos con el objetivo de destilar las sustancias líquidas y obtener una sustancia limpia separada de los restos contaminados.

3.15 TIPOS DE PAPEL FILTRO

Como se ha mencionado anteriormente, las proporciones, el tamaño y la rugosidad de los diversos papeles filtro son diferentes y esta diferencia se crea de la necesidad. Hay un tipo de filtro para cada uso. En unos casos, la elección del papel filtro que se usará se tiene que hacer en base a los componentes que se analizarán y los componentes que integran el papel filtro. En otros casos, dependerá de cuál aparato o mecanismo necesita un papel filtro para su buen funcionamiento. Algunos de los tipos más comunes de papel filtro son los siguientes:

3.15.1 PAPEL FILTRO CUALITATIVO

Este tipo de papel filtro es utilizado para realizar un análisis cualitativo, el cual sirve para identificar las partículas presentes en la solución filtrada.

Este fabricado con un 100% de celulosa y está diseñado para tolerar un pH de 0 a 12. Además, es capaz de soportar una temperatura de hasta 120 °C.

Existen 13 diferentes grados de papel filtro cualitativo. El más grande es el de grado 4 y el más pequeño es el de grado 602 h. Asimismo, existen diferentes diámetros.

3.15.2 PAPEL FILTRO CROMATOGRÁFICO

Este papel filtro es empleado por químicos para separar componentes, técnica conocida como electroforesis. También es funcional para realizar un análisis cualitativo y cuantitativo. Se caracteriza por poseer una tasa específica de flujo de agua y una rápida absorción, lo cual brinda un análisis exacto.

3.15.3 PAPEL FILTRO DE FIBRA

El papel filtro de fibra puede ser de fibra de vidrio o de fibra de cuarzo. Este rasgo le permite resistir altas temperaturas, por lo que pueden ser utilizados para análisis gravimétricos. Además, la duración del filtro será más larga y la esterilización del filtro es sencilla. Existen siete tipos diferentes de papel filtro de fibra de vidrio y una diferencia notoria entre estos tipos es el grosor. Por otra parte, el filtro de fibra de vidrio es recomendable para sustancias muy contaminadas y para sustancias difíciles de diluir. El papel de filtro de fibra de cuarzo es su gran resistencia a altos niveles de sustancias químicas, asimismo, este filtro no es afectado por la humedad, por lo que es utilizado para analizar el nivel de contaminación en el aire y en el agua.

3.15.4 PAPEL FILTRO DE AIRE

Los aires acondicionados son también invenciones humanas y estos no están exentos de necesitar un filtro. El funcionamiento de un aire consiste en proporcionar aire en diferentes temperaturas. Sin embargo, este aire es sustraído del aire en el ambiente, el cual está contaminado. Para evitar el paso de partículas impuras a un espacio cerrado, los aires están fabricados con un papel de filtro que debe tener una cantidad alta de poros y un peso específico. Igualmente, entre sus características está resistir diferentes tipos de temperaturas. Al igual que los filtros de aceite, aunque estos no sean visibles, deben ser renovados dependiendo el uso que se le dé al dispositivo.

3.16 TIPOS DE ANIONES

3.16.1 FLUORUROS

El fluoruro es el nombre que se da a un grupo de compuestos que contienen flúor, un elemento que se encuentra como mineral natural en el agua y en la tierra. También está presente en alimentos y bebidas con distintas concentraciones. Ayuda a prevenir las caries al hacer toda la superficie dental más resistente a los ácidos de las bacterias que viven en la placa de los dientes. (U.S. Geological Survey, 2010)

En la década de los años cuarenta, los científicos descubrieron que quienes vivían donde los suministros de agua potable tenían concentraciones de fluoruro en estado natural de aproximadamente 1 parte de fluoruro por 1 millón de partes de agua o más ($\geq 1,0$ ppm) tenían menos caries que las personas que vivían en lugares donde las concentraciones de fluoruro en el agua potable eran más bajas. Muchos estudios más recientes han confirmado este hallazgo (Prevention., 2016).

Posteriormente se descubrió que el fluoruro puede prevenir la caries dental e incluso revertir el proceso de deterioro de los dientes al inhibir las bacterias que producen ácidos en la boca y aumentar la remineralización; es decir, el proceso mediante el cual se “reconstruye” el esmalte dental después de haber comenzado a deteriorarse

La fluoración del agua es el proceso por el cual se agrega fluoruro al suministro de agua hasta que alcance una concentración de aproximadamente 0,7 ppm (partes por millón), o 0,7 miligramos de fluoruro por litro de agua (Kim FM, 2011). La fluorización del agua es el ajuste de los niveles de fluoruro en el suministro de agua de la comunidad con el fin de lograr el nivel óptimo para proteger la salud oral. Con solo beber agua del grifo en comunidades con suministro de agua con fluoruro, las personas se protegen de las caries. Las investigaciones de los últimos 60 años han demostrado que la fluorización del agua de la comunidad es segura y que es la medida de salud pública más efectiva para evitar las caries en adultos y niños. (National Research Council, Subcommittee on Health Effects of Ingested Fluoride. Carcinogenicity of fluoride, 1993)

3.16.2 CLORUROS

El ion cloruro es uno de los iones más difundidos en las aguas naturales. No suele ser un ion que plantee problemas de potabilidad a las aguas de consumo, aunque sí que es un indicador de contaminación de las aguas debido a la acción del hombre. Esto es así porque, aunque la concentración de cloruro en aguas naturales es muy variable pues depende de las características de los terrenos que atraviesan, dicha concentración es menor comparada con la concentración del ion en aguas residuales ya que la actividad humana incrementa necesariamente dicha concentración (Prevention., 2016). En el cuerpo humano el cloro se encuentra en forma de iones cloruro, aunque en el etiquetado de alimentos se denomine indiferentemente como cloro o cloruro ya que los cloruros son fuentes de cloro.

El cloro puede encontrarse en forma de cloro molecular (Cl_2) o en forma de iones cloruro (Cl^-) para combinarse con otros átomos de carga positiva como por ejemplo el cloruro de sodio o el cloruro de potasio.

Los iones cloruro son los electrolitos más abundantes del líquido extracelular y representación de la carga negativa de la sangre. Los niveles más elevados de cloruro se encuentran en el líquido cefalorraquídeo; además, puede hallarse en la bilis y en los jugos gástricos y pancreáticos, así como en la sangre, la piel y los dientes. Incluso los leucocitos o los glóbulos blancos de la sangre necesitan cloro para poder combatir las infecciones.

En el caso de una zona árida el aumento de cloruros en un agua se debe al lavado de los suelos producido por fuertes lluvias. En último caso, el aumento de cloruros puede deberse a la contaminación del agua por aguas residuales. (Cárdenas León, 2011)

Los contenidos en cloruros de las aguas naturales no suelen sobrepasar los 50-60 mg/l. El contenido en cloruros no suele plantear problemas de potabilidad a las aguas de consumo. Un contenido elevado de cloruros puede dañar las conducciones y estructuras metálicas y perjudicar el crecimiento vegetal.

3.16.3 NITRATOS

Es un compuesto inorgánico compuesto por un átomo de nitrógeno (N) y tres átomos de oxígeno (O); el símbolo químico del nitrato es NO_3 . El nitrato no es normalmente peligroso para la salud a menos que sea reducido a nitrito (NO_2).

El nitrato es un contaminante común que se encuentra en el agua subterránea y que puede provocar efectos nocivos si se consume en altos niveles, es inodoro e incoloro. Bajas concentraciones de nitrato son normales, pero en altas cantidades pueden contaminar el agua potable. En áreas con agua pura, como las aguas subterráneas poco profundas y que no están afectadas por las actividades humanas, las concentraciones son usualmente de menos de 2 miligramos por litro (mg/L) de nitrato. Fuentes comunes de nitrato son los fertilizantes, estiércol o compost y pozos sépticos. Cantidades excesivas de nitrato se encuentran en suelos rurales y de actividades agrícolas. El nitrato se mueve fácilmente a través del suelo llevado por el agua de lluvia y de riego hasta las aguas subterráneas. Pozos de agua para consumo humano ubicados en áreas agrícolas más vulnerables, son aquellos que han sido construidos a poca profundidad, en suelos arenosos y construidos en forma incorrecta o de mal mantenimiento. (APHA-AWWA-WPCF, 1992)

En estudios realizados en humanos y animales, no existe evidencia que los nitratos/nitritos causen cáncer. Algunos estudios han mostrado que la falta de fibra en la dieta o el hecho de incluir alimentos con niveles elevados de nitratos/nitritos (como carnes ahumadas) pueden aumentar el riesgo de padecer cáncer estomacal. Sin embargo, los estudios no han relacionado a los niveles elevados de nitratos/nitritos en el agua con cáncer del estómago.

Las consecuencias asociadas a este deterioro pueden repercutir sobre la salud de las comunidades a corto, mediano o largo plazo, de aquí la necesidad de tomar medidas a fin de disminuir la polución por los mismos. (Mantilla Morales, 2014).

3.16.4 NITRITOS

El nitrito es el radical univalente NO_2 o un compuesto que lo contenga, tal como una sal o un éster de ácido nitroso, es un compuesto químico formado básicamente por nitrógeno y oxígeno. Está de manera natural en el suelo y el agua, por lo que resulta un nutriente fundamental para muchos seres vivos.

Cuando abonamos la tierra para mejorar su rendimiento, usamos productos nitrogenados, ya sean fertilizantes minerales u orgánicos como el estiércol. A este aumento de nitratos, hay que añadirle el plus que representa el nitrógeno contenido en el agua de regadío. Por lo tanto, el nivel final de este compuesto puede ser elevado en muchas ocasiones. (APHA-AWWA-WPCF, 1992)

Con el paso del tiempo, y debido esencialmente a la acción de algunas bacterias, estos nitratos evolucionan a nitritos, iones considerados todavía mucho más tóxicos. La principal consecuencia de un exceso de nitritos es la contaminación de las aguas a todos los niveles:

- El exceso de nitritos en el agua subterránea tiene su principal origen en las filtraciones profundas que se producen cuando el sistema de regadío mueve el nitrato del suelo. Este riesgo es más elevado cuando se emplea el riego por superficie y aspersión, mientras que es mínimo en el que se aplica localizado.
- La contaminación de las aguas superficiales se produce como consecuencia de la producida en las subterráneas, que en la mayor parte de casos se vierten en los cursos de agua. Puede tener consecuencias tan serias como un exceso de vegetación y la muerte de la fauna acuática a largo plazo.

Estas grandes cantidades de nitritos en el agua pueden incidir de manera negativa en la salud de las personas. Para evitar problemas, la OMS recomienda un límite de 50 miligramos de nitrato por litro. En estas cantidades, debemos tener en cuenta siempre el aporte de los fertilizantes nitrogenados añadidos a los cultivos. (Programs, 2011)

3.16.5 SULFUROS

El sulfuro resulta de la combinación del azufre -elemento químico no metal- y otros minerales o radicales. También son clasificados como sulfuros el disulfuro de carbono y el sulfuro de hidrógeno, covalentes con el azufre. Se trata de compuestos químicos naturales, tóxicos, incoloros y odoríferos, huelen a materia orgánica descompuesta, a huevo podrido.

La presencia de sulfuros en aguas superficiales, y en general, en aguas bien oxigenadas es muy escasa.

Los sulfuros se encuentran a menudo en el agua subterránea, especialmente en manantiales calientes. Su presencia común en las aguas residuales se debe en parte a la descomposición de la materia orgánica, presente a veces en los residuos industriales, pero procedente casi siempre de la reducción bacteriana de los sulfatos. La concentración umbral para H_2S en agua limpia está comprendida entre 0.025 y 0.25 $\mu g/l$. El H_2S ataca directa e indirectamente a los metales y ha producido corrosiones graves en las conducciones de cemento por oxidarse biológicamente a H_2SO_4 en las paredes de las tuberías. (APHA-AWWA-WPCF, 1992) Desde el punto de vista analítico, se distinguen tres categorías de sulfuros en el agua y aguas residuales:

- Sulfuro total, que incluye H_2S y HS^- disuelto, así como sulfuros metálicos solubles en ácido, presentes en la materia en suspensión. S_2^{2-} es despreciable, y supone menos de 0.5% a pH 12, a menos del 0.05% a pH 11, etc. Los sulfuros de cobre y de plata son tan insolubles que no responden a las determinaciones ordinarias del sulfuro; pueden ignorarse a efectos prácticos.
- Sulfuro disuelto, que permanece tras haber eliminado los sólidos en suspensión por floculación y depósito.
- Sulfuro de hidrógeno no ionizado, que puede calcularse a partir de la concentración de sulfuro disuelto, el pH de la muestra y la cte. de ionización práctica de H_2S .

3.17 MÉTODO DE PRUEBA ESTÁNDAR PARA ANIONES EN AGUA MEDIANTE CROMATOGRAFÍA DE IONES CON SUPRESIÓN QUÍMICA

Este método de prueba cubre la determinación secuencial de fluoruro, cloruro, nitrito, nitrato y sulfato en agua mediante cromatografía iónica químicamente suprimida.

Este método de prueba es aplicable a aguas potables y residuales. Los rangos probados para este método de prueba para cada anión son los siguientes (medidos en mg / L):

Tabla 3. Los rangos probados para cada anión

Fluoruro	0.26 hasta 8.49
Cloruro	0,78 hasta 26,0
Bromuro	0,63 hasta 21,0
Nitrato-N	0,42 hasta 14,0
Sulfato	2,85 a 95,0

Se determinan concentraciones tan bajas como 0.01 mg/L dependiendo de los aniones a cuantificar. Utilizando un bucle de volumen de muestra de 50 µL y una sensibilidad de 3 µS/cm a escala completa, se pueden alcanzar los límites de detección aproximados que se muestran en la Tabla 2.

Si se requieren niveles de detección más bajos, la sensibilidad se puede mejorar utilizando un ajuste de escala más bajo (<3 µS / cm) o un circuito de inyección de muestra más grande (> 100 µL).

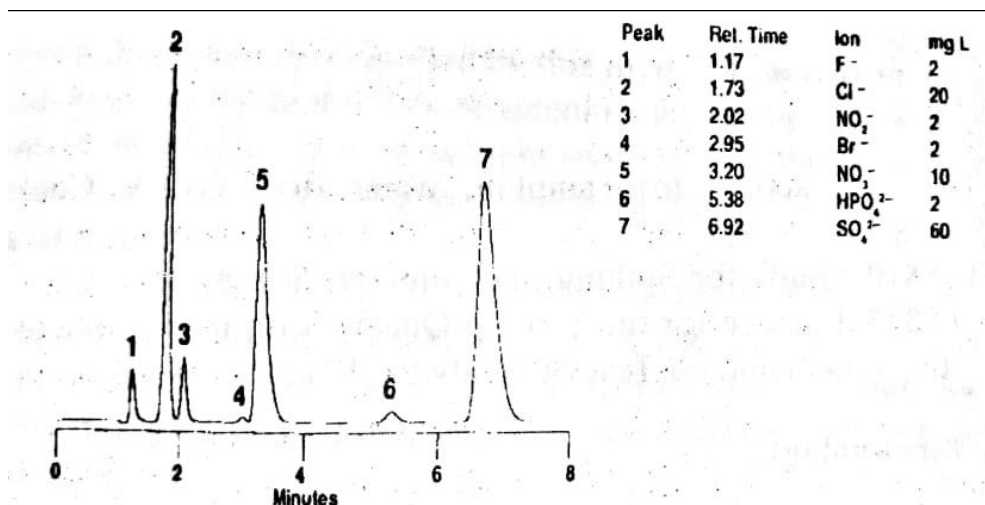


FIG. 1 Chromatogram Showing Separation Using the AS4A Column

El límite superior de este método de prueba depende de la concentración total de aniones. Estos límites pueden ampliarse mediante una dilución adecuada o mediante el uso de un volumen de inyección más pequeño.

El uso de columna separadora y eluyentes alternativos puede permitir la determinación de aniones adicionales como el formato o el citrato, pero este no es el tema de este método de prueba.

Tabla 4. Límites de detección de laboratorio individuales aproximados en agua de reactivo

<i>Analito</i>	<i>Pico</i>	<i>Tiempo de retención, min</i>	<i>MDL mg / L</i>
Fluoruro	1	1.2	0.01
Cloruro	2	1.7	0.02
Nitrito	3	2.0	0.004
Nitrato	5	3.2	0.002
Sulfato	7	6.9	0.02

Datos proporcionados por US EPA / EMSL Laboratory, Cincinnati, OH.

Columna: como se especifica en 7.14

Detector: como se especifica en 7.16

Eluyente: como se especifica en 8.3

Velocidad de bombeo: 2,0 ml / min

Bucle de muestra: 50 ml

Detector: Una celda de conductividad eléctrica de bajo volumen, flujo continuo y compensación de temperatura equipada con un medidor capaz de leer de 0 a 1000 $\mu\text{S} / \text{cm}$ en una escala lineal.

Registrador, integrador, computadora: un dispositivo compatible con la salida del detector capaz de registrar la respuesta del detector en función del tiempo con el fin de medir la altura o el área de los picos.

Sistema de datos: se puede utilizar un integrador electrónico, como el que se utiliza con el cromatógrafo de gases y líquidos, para cuantificar el área del pico, así como la altura del pico. La altura del pico se puede usar de la misma manera que se usa la altura del pico para cuantificar los resultados.

Bucle de muestra: El bucle en la válvula de inyección que está diseñado para contener una cantidad exacta de la muestra, el tamaño más común es 100 μL . La inyección del volumen de muestra en la columna separadora está controlada por este circuito. El uso de un bucle de mayor tamaño generalmente provocará un ensanchamiento del pico y un tamaño de bucle superior a 1 ml puede provocar una sobrecarga de la columna y una respuesta lineal. El cromatograma de la Fig. 1 utiliza un bucle de muestra de 100 μL de tamaño.

Cuando se desperdician inyecciones de volumen por encima del tamaño del circuito de muestra. Se considera una buena técnica limpiar el bucle de muestra después de la inyección inyectando 2 a 3 veces el volumen del bucle de muestra.

CAPÍTULO IV. DESARROLLO EXPERIMENTAL

4.1 MUESTREO Y PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

Las muestras del estudio fueron obtenidas conforme al procedimiento descrito en la Norma Oficial Mexicana NOM-014-SSA1-1993 Procedimientos sanitarios para el muestreo de agua para uso y consumo humano en sistemas de abastecimiento de agua públicos y privados. La toma de muestras se llevó a cabo en envases de plástico o vidrio de 2 L de capacidad, con tapones del mismo material de cierre hermético. Los envases se lavaron perfectamente y enjuagaron con agua desionizada. Para la toma de las muestras de las tuberías, se dejó correr el agua aproximadamente 3 min o hasta asegurarse que el agua que contenían las tuberías se había vaciado totalmente.

Para la identificación de las muestras se etiquetaron los frascos y envases con la siguiente información: Número de registro para identificar la muestra, fecha y hora de muestreo, así como la siguiente información: Identificación del punto de muestreo, temperatura ambiente y temperatura del agua, pH, cloro residual y tipo de análisis a efectuar.

Las muestras que contenían partículas suspendidas fueron filtradas a través de un filtro prelavado de 0.22 μm antes del análisis para evitar ensuciar u obstruir la resina de las columnas del equipo de cromatografía iónica.

Los puntos de muestreo se seleccionaron en los municipios de Oaxaca de Juárez, Santa Cruz Xoxocotlan, Santa Lucía del Camino, San Jacinto Amilpas, San Lorenzo Cacaotepec, todos ellos ubicados en la región de los valles centrales de Oaxaca.

4.2 REACTIVOS

Se utilizaron productos químicos de grado reactivo en todas las pruebas a menos que se indique lo contrario. Se utilizó agua grado reactivo, la cual cumplió con la especificación D 1193 tipo II de la ASTM.

Eluyente. Se disolvieron 0.2856 g de bicarbonato de sodio (1.7 mM) y 0.3816 g de carbonato de sodio (1.8 mM) en agua y se diluyó a 2 L con agua. Este eluyente no debe conservarse durante más de un mes, ya que permite el crecimiento de algas.

La solución regenerante supresora de fibra o membrana se preparó agregando 3 ml de H_2SO_4 puro a 4 L de agua.

4.3 SOLUCIONES STOCK

Solución madre de cloruro (1.00 ml = 1.00 mg de Cl^-). Se secó cloruro de sodio (NaCl) 1 h a 100 °C y se enfrió en un desecador. Se disolvieron 1.648 g de la sal seca en agua y se diluyó a 1 L con agua.

Solución madre de fluoruro (1,00 ml = 1,00 mg F^-). Se disolvieron 2.21 g de fluoruro de sodio (NaF) en agua y se diluyó a 1 L con agua.

Solución madre de nitrato: (1.00 ml = 1.00 mg de NO_3^-). Se secaron 2 g de nitrato de sodio (NaNO_3) a 105 ° C durante 48 h. Se disolvió exactamente 1.371 g de la sal seca en agua y se diluyó a 1 L con agua.

Solución madre de nitrito ((1.00 ml = 1,00 mg NO_2^-) se colocó aproximadamente 2 g de nitrito de sodio (NaNO_2) en un vaso de precipitados de 125 mL y fue secado a peso constante en un desecador que contenía H_2SO_4 concentrado. Se disolvieron 1.500 g de la sal seca en agua y diluyó a 1L con agua. Se almacenó en una botella de vidrio esterilizada. La solución se guardó en refrigerador.

Solución madre de sulfato (1.00 mL = 1000 mg SO_4^{2-}). Se secó el sulfato de sodio (NaSO_4) durante 1 h a 105 ° C y se enfrió en un desecador. Se disolvieron 1.479 g de la sal seca en agua y se diluyó a 1L con agua.

4.4 SOLUCIONES DE TRABAJO

A partir de las soluciones stock se prepararon soluciones de trabajo, las cuales fueron utilizadas para construir las curvas tipo en tres intervalos de concentración, de acuerdo con los niveles esperados de los aniones en las muestras de agua analizadas en el estudio. La tabla 2 muestra las concentraciones de los cinco aniones en las tres soluciones estándar de trabajo preparadas.

TABLA 5. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES ESTÁNDAR PARA LA CALIBRACIÓN DE CROMATÓGRAFO IÓNICO

ANIÓN	Estándar de rango alto (mg / L)	Estándar de rango intermedio (mg / L)	Estándar de rango bajo (mg / L)
Fluoruro (F ⁻)	10	1.0	0.2
Cloruros (Cl ⁻)	10	1.0	0.2
Nitrito (NO ₂ ⁻)	20	2.0	0.4
Nitratos (NO ₃ ⁻)	30	3.0	0.6
Sulfato (SO ₄ ⁻)	100	10.0	2.0

Se prepararon curvas tipo para cada anión trazando la respuesta del instrumento en unidades de conductividad contra la concentración estándar de cada solución.

Para la realización de las curvas tipo se lleva a cabo una serie de cálculos en la cual se determina las concentraciones para cada anión. Estas curvas tipo se muestran en la sección de resultados.

4.5 DETERMINACIÓN DE TIEMPOS DE RETENCIÓN

El tiempo de retención para cada anión se determinó inyectando una solución estándar que contenía solo el anión de interés y registrando el tiempo requerido para la aparición del pico en el cromatograma.

Se prepararon soluciones estándar como se muestra en la Tabla 3 en matraces volumétricos de 1L. Se registraron los tiempos en minutos para la aparición de los picos en el cromatograma.

Se prepararon curvas analíticas para cada anión de interés graficando en escala lineal la altura y área de los picos contra la concentración de las soluciones estándar de trabajo.

Tabla 6. Preparación de soluciones estándar para la determinación de los tiempos de retención.

Solución stock (1 ml = 1 mg)	Volumen de solución stock por litro de agua, mL	Concentración de aniones mg / L
Fluoruro (F ⁻)	4	4
Cloruros (Cl ⁻)	4	4
Nitrito (NO ₂ ⁻)	10	10
Nitratos (NO ₃ ⁻)	30	30
Sulfato (SO ₄ ⁻)	50	50

2.7 PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

Una vez encendido el equipo se estandarizó de acuerdo a las instrucciones del fabricante. Se seleccionó el rango del detector de acuerdo a la concentración de aniones y las diluciones realizadas a las muestras. Se equilibró el sistema bombeando eluyente a través de la columna y el detector hasta obtener una línea base estable, lo cual tomó entre 10 y 20 min.

Se cargaron entre 2 y 3 mL de muestra en el puerto de muestreo usando una jeringa. Se inyectó la muestra en la corriente de eluyente y se registró el cromatograma iónico. Se calculó la concentración de la muestra comparando la respuesta de la muestra con la curva estándar, una vez obtenido se multiplicó la respuesta por el factor de dilución apropiado. En el caso de que una muestra presente una conductividad mayor al valor más alto incluido la curva tipo, la muestra debe diluirse de manera que dicha concentración genere una conductividad de respuesta con un valor dentro de la curva tipo.

2.8 CÁLCULOS

Se compararon las alturas o áreas de los picos de los aniones obtenidos con las muestras con aquellos de las curvas de calibración para determinar la concentración de los aniones (mg/L) en las muestras. La siguiente ecuación muestra este cálculo:

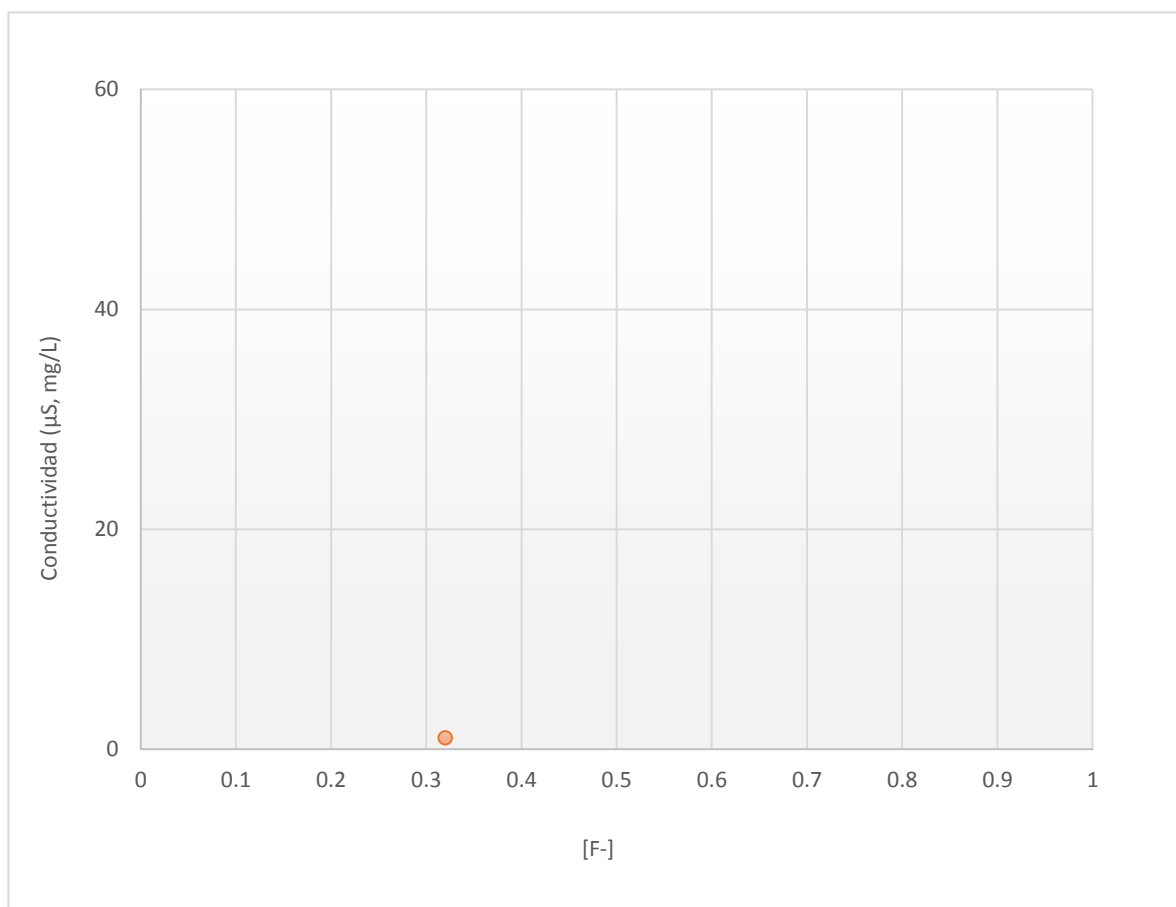
$$[\text{Anión, mg/L}] = A \times F$$

Donde:

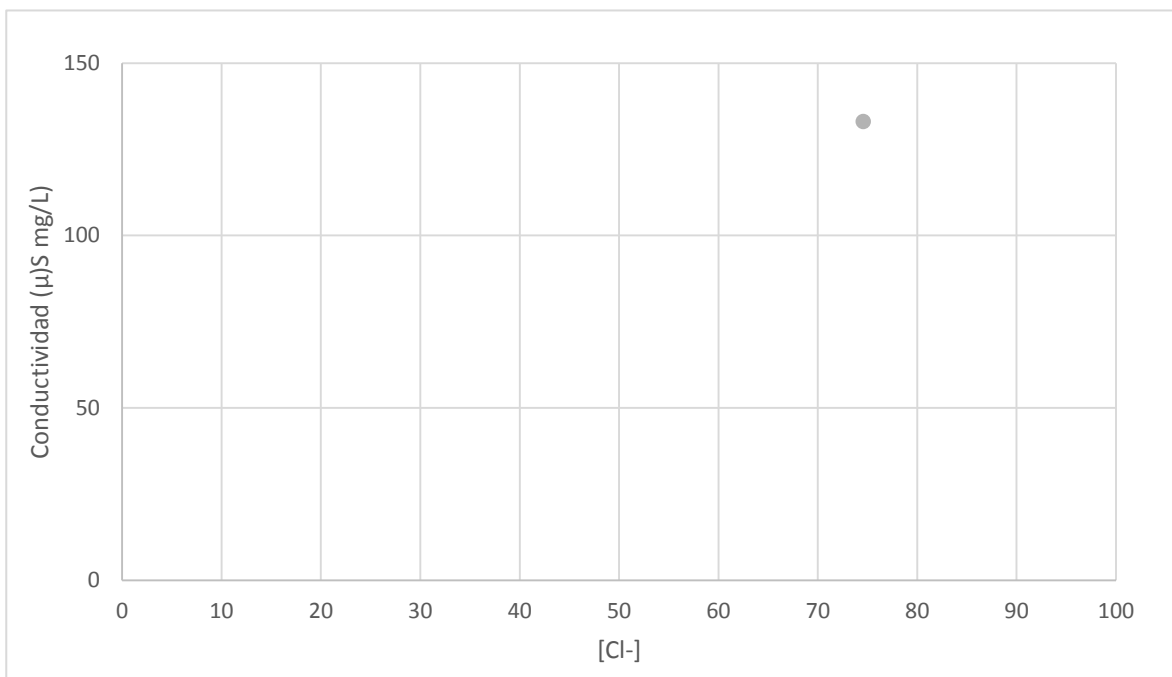
A = mg/L obtenidos por la interpolación en la curva de calibración

F = factor de dilución de la muestra

Gráfica 1. Curva tipo para la determinación de Fluoruros en aguas de consumo humano en Oaxaca de Juárez, Oaxaca



Gráfica 2. Curva tipo para la determinación de Cloruros en aguas de consumo humano en Oaxaca de Juárez, Oaxaca



Gráfica 3. Curva tipo para la determinación de Nitritos en aguas de consumo humano en Oaxaca de Juárez, Oaxaca

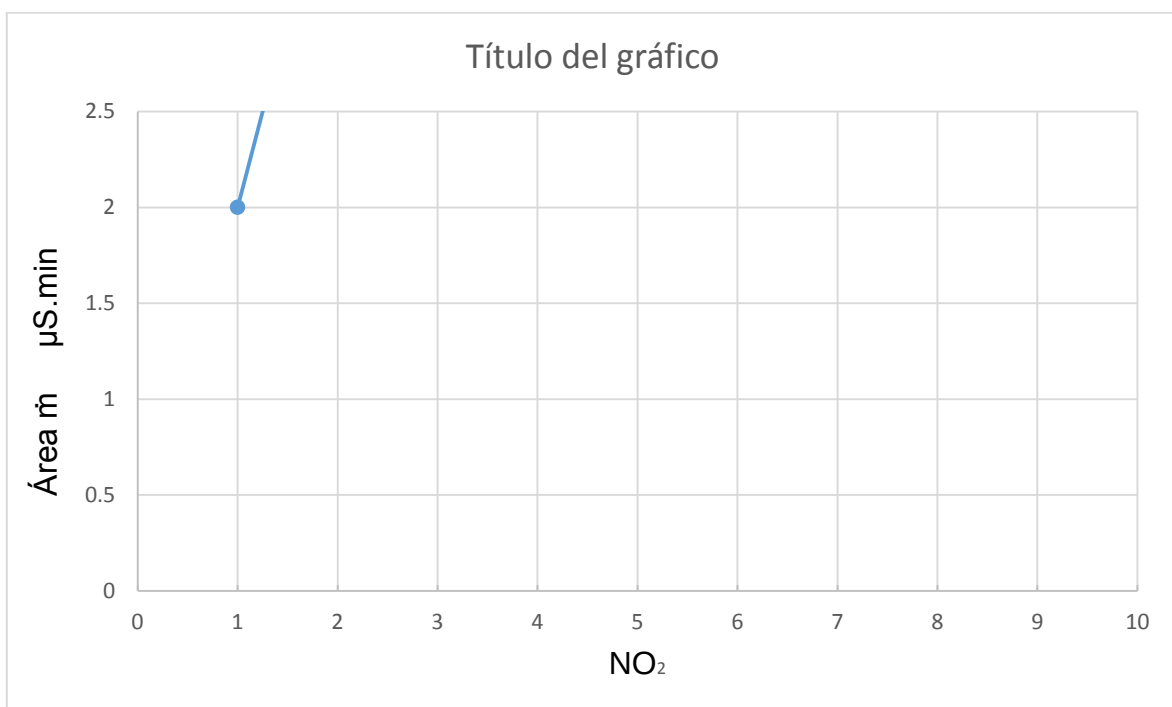


Tabla 3. Curva tipo para la determinación de Nitratos en aguas de consumo humano en Oaxaca de Juárez, Oaxaca

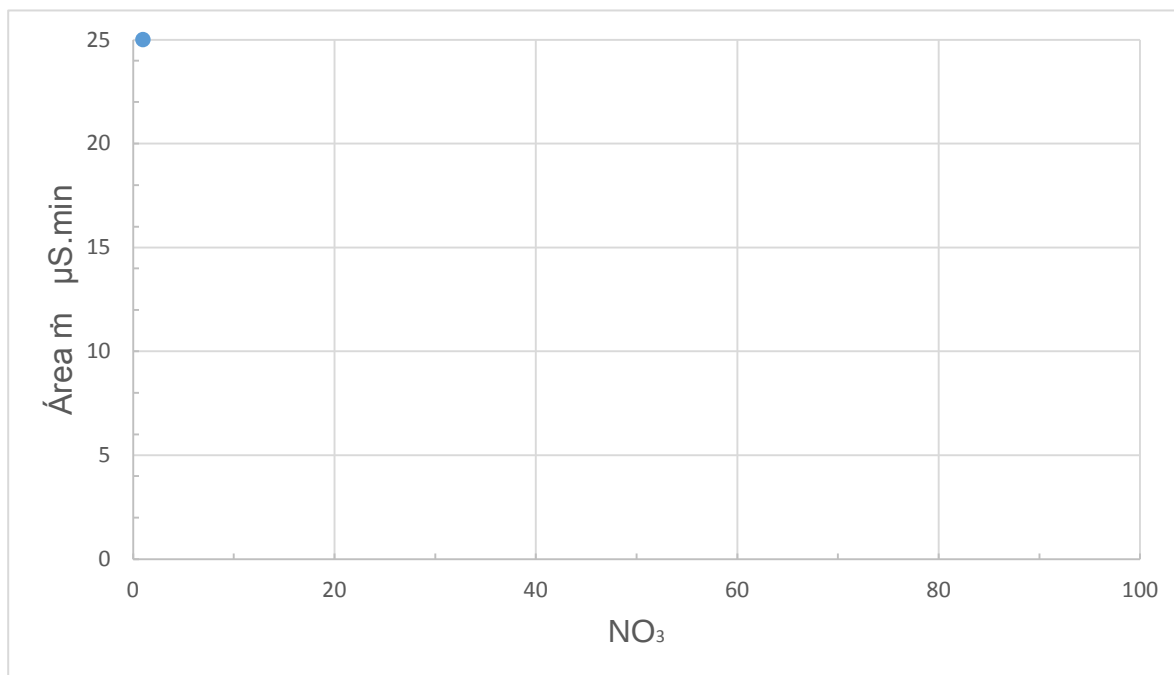
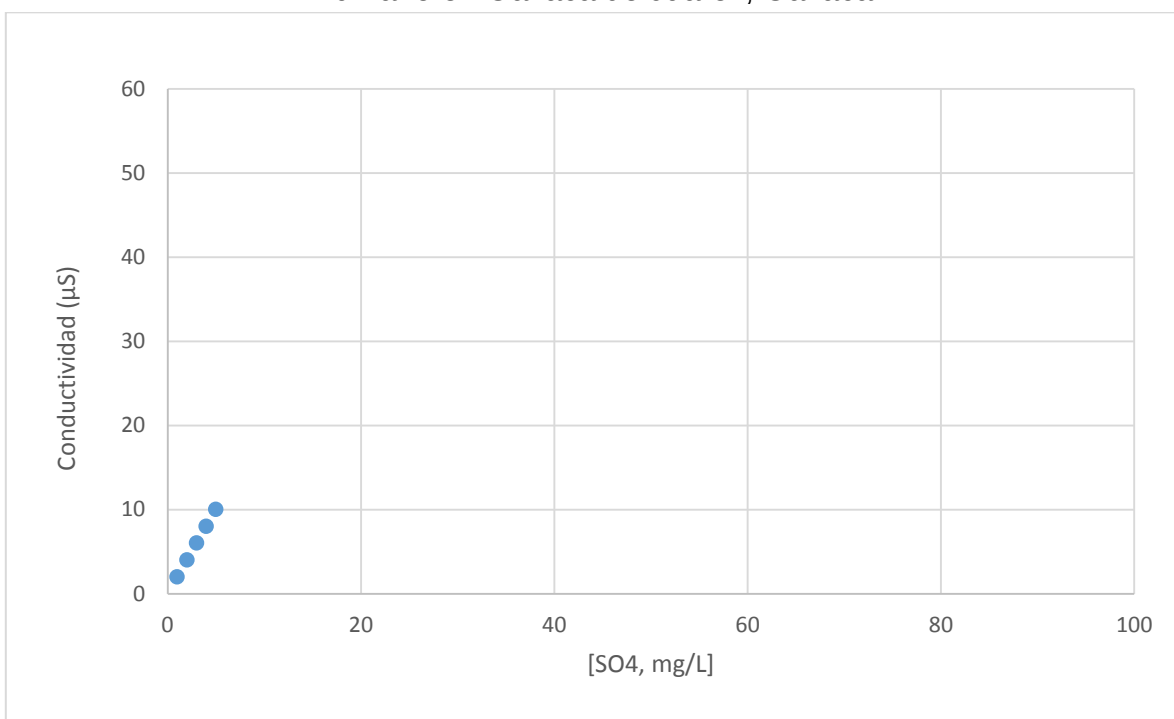


Tabla 3. Curva tipo para la determinación de Sulfatos en aguas de consumo humano en Oaxaca de Juárez, Oaxaca



CAPÍTULO V. RESULTADOS

5.1 RESULTADOS

Dentro del periodo que comprende a la realización de la Residencia Profesional, se llevó un proceso de aprendizaje que dio como resultado la adquisición de conocimiento para el correcto uso del cromatógrafo de intercambio iónico, atendiendo además los problemas que conlleva su utilización, como la existencia de burbujas en la manguera de la primer columna de agua desionizada (tipo II); la mala calibración y a su vez abarcó el estudio del software Chromeleon 7 de Dionex Integrion HPIC System, un sistema de datos de cromatografía que permite el control, procesamiento y gestión de datos; para la correcta interpretación se elaboraron curvas de calibración, soluciones patrón o blancos, además de la preparación de muestras antes de introducirse en el equipo de cromatografía iónica.

Tabla 7. Contenido de aniones en el agua de la red municipal de Oaxaca de Juárez, Febrero 2020

Anión	Concentración (mg/L)				
	Sitio 1	Sitio 2	Sitio 3	Sitio 4	Sitio 5
Fluoruros	xx.xx	yy.yy	aa.aa		
Cloruros					
Nitritos					
Nitratos					
Sulfatos					

Tabla 8. Contenido de aniones en el agua de la red municipal de Oaxaca de Juárez, Abril 2020

Anión	Concentración (mg/L)				
	Sitio 1	Sitio 2	Sitio 3	Sitio 4	Sitio 5
Fluoruros					
Cloruros					
Nitritos					
Nitratos					
Sulfatos					

Tabla 9. Contenido de aniones en el agua de la red municipal de Oaxaca de Juárez, Junio 2020

Anión	Concentración (mg/L)				
	Sitio 1	Sitio 2	Sitio 3	Sitio 4	Sitio 5
Fluoruros					
Cloruros					
Nitritos					
Nitratos					
Sulfatos					

CAPÍTULO VI. CONCLUSIONES

6.1. CONCLUSIONES DE PROYECTO

Dentro de los análisis que conlleva el estudio de la composición del agua para determinar lo fluoruros, cloruros, nitritos, nitratos y sulfatos, el conocimiento obtenido llevó a la identificación de los mismos además del uso del equipo para esta tarea, esto, a su vez dio lugar a la comprensión e interpretación de los datos para su posterior análisis.

El uso de la Cromatografía de Intercambio Iónico es de vital importancia dentro de procesos químicos industriales para la obtención de resultados fiables dentro de la identificación de los componentes de aguas, está permita aprobar o llevar a cabo procesos que tengan como fin que se encuentren dentro de parámetros establecidos por la Norma Oficial Mexicana de acuerdo al uso que se disponga de las mismas.

La actividad de investigación derivó en el conocimiento de los efectos adversos que puede tener el uso y consumo de aguas no normadas para fines comerciales, industriales y en particular para el consumo humano, como el exceso de aniones dentro las mismas conlleva a corto, mediano y largo plazo a problemas de salud en particular y dentro de la salud pública.

Esto lleva a considerar la importancia de los servicios prestados por el Estado Mexicano a través de instituciones como el Servicio Geológico Mexicano para la industria que dispone de los cuerpos de agua para las variadas actividades que las mismas llevan dentro del territorio nacional.

CAPÍTULO 8. FUENTES DE INFORMACIÓN

- A. Lara, G. (01 de Octubre de 2013). *www3.uacj.mx*. Recuperado el 27 de Febrero de 2020, de <http://www3.uacj.mx/IIT/CICTA/Documents/Procesos/Compilaci%C3%B3n%20de%20recetas%20qu%C3%ADmicas.pdf>
- Agua, C. N. (02 de Marzo de 2020). *Gobierno de México* . Obtenido de <https://www.gob.mx/conagua/acciones-y-programas/normas-mexicanas-83266>
- Álvarez, Constanzo, Díaz Zegarra, Gerez, Hollman, Hurtado, . . . Strack. (26 de Septiembre de 2013). *Cromatografía de Intercambio Iónico*. Recuperado el 03 de Marzo de 2020
- APHA-AWWA-WPCF. (1992). *MÉTODOS NORMALIZADOS Para el análisis de aguas potables y residuales* (17 ed.). Madrid, España: Diaz de Santos. Recuperado el 28 de Febrero de 2020
- AQUARA. (2014). *AQUARA TRATAMIENTO DE AGUA Y AGUAS RESIDUALES* . Obtenido de [aquara.com.pe: https://www.aquara.com.pe/productos/microfiltracion](https://www.aquara.com.pe/productos/microfiltracion)
- Cárdenas León, J. A. (2011). *Calidad del agua*. Colombia: Facultad de medio ambiente y recursos naturales, Universidad Distrital Francisco José de Caldas, Colombia.
- Catalán Lafuente, J. (1990). *Química del Agua* (2da ed.). Madrid: Bellisco.
- Centro Nacional de Metrología. (28 de Enero de 2017). *amyd.quimica.unam.mx*. Recuperado el 12 de Marzo de 2020, de https://amyd.quimica.unam.mx/pluginfile.php/9583/mod_resource/content/1/Trazabilidad.pdf
- CHANG, R. (2010). *Ingeniería química* (10a ed.). México D.F: Mc. Graw Hill.
- Comisión Nacional del Agua. (23 de Mayo de 2016). *Gobierno de México*. Recuperado el 02 de Marzo de 2020, de <https://www.gob.mx/conagua/acciones-y-programas/normas-mexicanas-83266>

- D.Mourato, P. (17 de Enero de 2002). *MICROFILTRACIÓN Y NANOFILTRACIÓN EN EL ÁREA DE AGUA POTABLE*. Recuperado el 11 de Marzo de 2020, de <http://www.elaguapotable.com/MICROFILTRACI%C3%93N%20Y%20NANOFILTRACI%C3%93N%20EN%20EL%20%C3%81REA%20DE%20AGUA%20POTABLE.pdf>
- Danzer Klaus, C. L. (2009). Guidelines for Calibration in Analytical Chemistry. Part I. Fundamentals and Single Component Calibration, IUPAC Pure & Appl. Chem.
- Den, B. (20 de Junio de 2015). *Biochemistry Den*. Recuperado el 05 de Marzo de 2020, de <https://www.biochemden.com/ion-exchange-chromatography/>
- Harris, D. C. (2001). *Análisis Químico Cuantitativo*. España: Reverte.
- Hiriart, M. M. (22 de Mayo de 2007). El agua como recurso. *¿cómo ves?*, 3. Recuperado el 18 de Marzo de 2020, de <http://www.comoves.unam.mx/assets/revista/54/el-agua-como-recurso.pdf>
- Kim FM, H. C. (2011). An assessment of bone fluoride and osteosarcoma. *Journal of Dental Research*, 10.
- Mantilla Morales, D. (26 de Marzo de 2014). *Instituto Mexicano de Tecnología del Agua (IMTA)*. Recuperado el 26 de Febrero de 2020
- National Research Council, Subcommittee on Health Effects of Ingested Fluoride. Carcinogenicity of fluoride. (1993). *Health Effects of Ingested Fluoride*. Washington, DC: National Academy Press.
- Pássaro Carvalho, C. P., Román Páez, M. A., Cordona Bermúdez, L. M., Muñoz Echeverri, L. M., David, G. D., Quiceno Rico, J. M., & Rojas Bedoya, L. C. (20 de Diciembre de 2016). *GUÍA SOBRE PRINCIPIOS BÁSICOS DE CROMATOGRAFÍA Y SUS APLICACIONES*. Recuperado el 26 de Febrero de 2020, de Servicio Nacional de Aprendizaje- SENA.
- Pfaff, J. D. (05 de Junio de 2015). METHOD 300.0 DETERMINATION OF INORGANIC ANIONS BY ION CHROMATOGRAPHY. En J. D. Pfaff, *METHOD 300.0 DETERMINATION OF INORGANIC ANIONS BY ION CHROMATOGRAPHY* (pág. 28). U.S. CINCINNATI, OHIO : United States

- Environmental Protection Agency | US EPA. Recuperado el 24 de Febrero de 2020, de Method 300.0 Determination of Inorganic Anions by Ion Chromatography: www.epa.gov
- Prevention., C. f. (Noviembre de 2016). Public Health Service, report on fluoride benefits and risks. *PubMed*.
- Programs, C. t. (2011). *Programs, Ad Hoc Subcommittee on Fluoride*. U.S.A.: Public Health Service, Department of Health and Human Services.
- Rodier, J. (1998). *Análisis de las aguas : aguas naturales, aguas residuales, agua de mar: química, fisicoquímica, bacteriología, biología*. Barcelona: Omega.
- Scientific, T. (2016). *Dionex Integrion HPIC*. United States: Thermo Scientific.
- Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales (SEMARNAT). (30 de Agosto de 2013). *CONAGUA*. Obtenido de <http://www.conagua.gob.mx/CONAGUA07/Publicaciones/Publicaciones/SGAA-15-13.pdf>
- Thermo Fisher Scientific Inc. (Agosto de 2016). *Thermo Scientific*. Recuperado el 26 de Febrero de 2020, de Dionex Integrion HPIC.
- Tierro, A. (13 de Noviembre de 2014). *Wasserlab*. Recuperado el 25 de Febrero de 2020
- U.S. Geological Survey. (2010). *Water Fluoridation Statistics*. U.S.A.: the U.S. Geological Survey.
- Willard, H. (2002). Instrumental Methods of Analysis, Wadsworth, Inc. Handbooks of Amersham Pharmacia Biotech: Ion Exchange Chromatography, Affinity Chromatography, Hydrophobic Interaction Chromatography, Reversed Phase Chromatography, Sweden. *G.E. Healthcare*, 168. Obtenido de <https://cdn.gelifesciences.com/dmm3bwsv3/AssetStream.aspx?mediaformatid=10061&destinationid=10016&assetid=14026>

CAPÍTULO 9. ANEXOS

TABLA 6. Norma oficial mexicana 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" Contenido de constituyentes químicos, los límites se expresan en mg/L, excepto cuando se indique otra unidad.

ANIÓN	LIMITE PERMISIBLE mg/L
Cloruros (como Cl ⁻)	250.00
Fluoruros (como F ⁻)	1.50
Nitratos (como NO ₃ ⁻)	10.00
Nitritos (como NO ₂ ⁻)	0.05
Sulfatos (como SO ₄ ⁻)	400.00

Rango de 1 a 10 ppm pero cuando metes 15

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se presentan en primer término las 5 curvas tipo obtenidas para la cuantificación de los 5 aniones presentes en las aguas estudiadas en esta investigación. Posteriormente se incluyen los cuadros de resultados de las determinaciones realizadas en los meses A B y C. Estas determinaciones fueron realizadas por triplicado con la finalidad de registrar la precisión de la técnica analítica empleada

CURVAS TIPO

La gráfica N presenta la curva tipo para la determinación de Fluoruros en aguas. Como puede observarse el intervalo de concentraciones fue de 0 a 1 mg/L. La ecuación de la curva fue con un coeficiente de determinación de 0.9999 (INSERTAR CURVA)

Repetir esto por los 5 aniones

CONCENTRACIÓN DE ANIONES EN LAS AGUAS ESTUDIADAS DE LA ZONA CONURVADA DE OAXACA

La tabla N muestra los niveles de fluoruros, nitritos, nitratos, Cloruros y Sulfatos cuantificados en el agua para consumo humano distribuida en las redes municipales de Oaxaca de Juárez, Xoxocotlan, Santa Lucia de camino, San Jacinto Amilpas, para el mes de febrero de 2020

(INSERTAR TABLA)

Las concentraciones de fluoruro del agua potable variaron desde xxxx en el municipio de Xoxo hasta yyy en el municipio de Oax de Juárez. Ésta amplia (mínima) variación puede atribuirse a que los pozos de alimentación de las redes de agua potable de estos municipios se encuentran relativamente próximas. Así mismo algunos estudios (ref) han mostrado que existen mantos freáticos comunes para estos lugares.

Es importante observar que las concentraciones de xxx en 3 de los 4 municipios son bastante semejantes sin embargo en el caso del municipio zzz este valor aumenta significativamente. Aparentemente estos valores se deban a la abundancia de sales carbonatadas en los suelos de los cuales se alimentan los acuíferos que son aprovechados para el abastecimiento de agua en este municipio. Un estudio semejante realizado en el estado de Sinaloa realizado en fechas recientes encontró valores muy semejantes para los 5 aniones utilizando la misma técnica analítica (López 2018).