

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA



DETERMINACIÓN DE LA CALIDAD DEL AGUA OBTENIDA POR EL PROCESO
DE DESMINERALIZACIÓN EN LA FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA DE LA
UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

TRABAJO DE GRADUACIÓN PRESENTADO POR
GRANADOS QUINTEROS EDWIN ISRAEL
GRANADOS QUINTEROS SILVIA CAROLINA
UMANZOR VELÁSQUEZ NELLY ISABEL

PARA OPTAR AL GRADO DE
LICENCIATURA EN QUÍMICA Y FARMACIA

MAYO 2004

San Salvador, El Salvador, Centroamérica



©2004, DERECHOS RESERVADOS

Prohibida la reproducción total o parcial de este documento,
sin la autorización escrita de la Universidad de El Salvador

<http://virtual.ues.edu.sv/>

SISTEMA BIBLIOTECARIO, UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

RECTORA:

Dra. MARIA ISABEL RODRIGUEZ

SECRETARIA GENERAL:

Lic. LIDIA MARGARITA MUÑOZ VELA

FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA

DECANO:

Lic. SALVADOR CASTILLO AREVALO

SECRETARIA:

MSc. MIRIAM RAMOS DE AGUILAR

COMITÉ DE TRABAJOS DE GRADUACIÓN

COORDINADOR GENERAL DE TRABAJO DE GRADUACIÓN:

Lic. MARIA CONCEPCION ODETTE RAUDA ACEVEDO

COORDINADORA DE ÁREA DE CONTROL DE CALIDAD DE PRODUCTOS FARMACEUTICOS, COSMETICOS Y VETERINARIOS:

MSc. ROCIO RUANO DE SANDOVAL

COORDINADORA DE ÁREA DE GESTIÓN AMBIENTAL, CALIDAD AMBIENTAL:

Lic. CECILIA HAYDEE GALLARDO DE VELÁSQUEZ

DOCENTE DIRECTOR:

Lic. RENE ANTONIO RODRIGUEZ SORIANO

AGRADECIMIENTOS

A DIOS TODOPODEROSO, por habernos guiado en nuestras vidas y permitido finalizar nuestro anhelado sueño.

Lic. René Antonio Rodríguez Soriano, por su asesoría durante todo el desarrollo de nuestro trabajo de investigación, por su paciencia, disposición, consejos y por la confianza depositada.

Comité de Procesos de Graduación, por orientarnos a través de sus evaluaciones a un mejor desarrollo de nuestro trabajo.

Licenciados Arturo García Mazzini, Milagro de Flores, Zoila de Alarcón, María Emilia Platero, Nancy González e Ing. Sergio Maravilla, por su colaboración y aporte en la parte experimental de nuestro trabajo de graduación.

Ing. Gustavo Nery Iraheta, por compartir sus conocimientos y experiencia para la realización de nuestro trabajo.

Laboratoristas de la Facultad de Química y Farmacia, Alex, Víctor, Jaime, Miguel, Luis Alonso, Juan Pablo, Mario, Ricardo, por su valiosa colaboración y disponibilidad.

Personal de Biblioteca, especialmente a Lic. Dora Rodríguez por su colaboración incondicional.

Laboratorio Geoquímico (La Geo), por facilitarnos su colaboración en la realización de los análisis.

Israel, Carolina y Nelly.

DEDICATORIA

A DIOS TODOPODEROSO, por darme la vida, sabiduría, y alcanzar mí mas anhelado sueño.

A MIS PADRES, Israel, Silvia, y Adelita por darme todo el apoyo moral, consejos y cariño. Los quiero mucho.

A MI HERMANO, Giovanny por todo el cariño, apoyo, humildad y por estar siempre a mi lado, gracias.

A MI HERMANA, Carolina por tu cariño incondicional, consejo, comprensión, y por estar siempre a mi lado.

A MI ABUELO, Adan Colato por todo el cariño que me brindaste, ternura, comprensión cuando mas lo necesitaba; aunque ya no estés conmigo siempre serás mi inspiración para lograr todo mis ideales, te extraño mucho.

A MIS TIOS, Rey, Ulises, Mirian, por todo el apoyo incondicional que me brindan siempre.

A MIS COMPAÑERAS DE TESIS, Carolina y Nelly por su comprensión, paciencia, dedicación, y empeño para realizar este trabajo, gracias.

A MIS AMIGOS, Atilio, Alfredo, Geovanny, Wilfredo, Jaime, Carlos, Pablo, Grisel, Sandra, por compartir todas las alegrías y tristeza, gracias por su amistad sincera.

Israel Granados Quinteros.

DEDICATORIA

A DIOS TODOPODEROSO, ya que el siempre esta conmigo en los momentos buenos y malos, por ser siempre mi compañero, mi guía, mi confidente y darme esa fuerza para seguir adelante y acompañarme en toda la etapa de mi vida, gracias padre.

A MIS PADRES, Israel Granados y Silvia de Granados, a ellos principalmente dedico el éxito de mi carrera por estar siempre a mi lado, por su confianza, paciencia y dedicación.

A MIS HERMANOS, Israel y Giovanni, por estar siempre a mi lado, y por ser una pieza fundamental en el transcurso de mi carrera.

A MI ABUELA, por haber sido como una madre, cuidarme, apoyarme durante toda mi vida.

A MIS TIOS, por haber sido fuente de inspiración para finalizar mi carrera.

A MIS COMPAÑEROS DE TESIS, Israel y Nelly por ser mis amigos y compañeros incondicional, gracias por que sin su apoyo no hubiésemos logrado esta meta. Que Dios los bendiga.

A MIS AMIGOS, Sandra, Eneida, Marlucy, Grisel, Cecy, Yanira, Berna, Georgina, Vicky, Atilio, Giovanni, Hector, William, Alfredo, Carlos, Eliseo, René, Edwar, gracias por compartir, y apoyarme en todo el transcurso de mi carrera.

GRACIAS, aquellas personas que colaboraron el el desarrollo de mi carrera.

Carolina Granados Quinteros.

DEDICATORIA

A DIOS TODOPODEROSO, por estar a mi lado; ser mi guía, mi amigo ya que sin el no hubiera sido posible lograr este éxito.

A MIS PADRES, Emerita y Víctor, por su entrega y sacrificio para la culminación de esta carrera. Gracias por su paciencia, apoyo y enseñarme que siempre se puede salir adelante de no dejarme caer ante las adversidades. Los quiero mucho.

A MIS HERMANOS, Arely, Iris, Manuel por su paciencia, tolerancia, apoyo y mantenerse siempre a mi lado en los momentos mas difícil.

A MI FAMILIA, por estar siempre a mi lado.

A MIS COMPAÑEROS DE CRUZ ROJA, Blanca Leticia, Juan Ernesto, Saúl, Manuel, Roberto, Herberth, por su apoyo incondicional.

A MIS COMPAÑEROS DE TESIS, por depositar plena confianza en el trabajo, que con entrega y sacrificio logramos alcanzar este éxito.

A MIS AMIGOS, Cecy, Irene, Sandra, Georgina, Berna, Claudia, Giovanni, Atilio, Eliseo, René, Marlucy, Alfredo, Verónica, Horacio por su apoyo incondicional.

Y a todas aquellas persona que de una u otra forma colaboraron de forma incondicional en el transcurso de mi carrera, gracias.

Nelly Umanzor Velásquez.

INDICE

<u>CONTENIDO</u>	<u>PAGINA</u>
INTRODUCCION	xix
OBJETIVOS	21
CAPITULO I	
1.0 Marco Teórico	23
1.1 Generalidades del Agua	23
1.1.1 Estructura del Agua	23
1.1.2 Propiedades Físico-Químicas del Agua	25
1.1.3 Ionización del Agua	27
1.2 Parámetros de Calidad del Agua	29
1.2.1 Parámetros Físicos	29
1.2.2 Parámetros Químicos	33
1.3 Intercambio Iónico	44
1.3.1 Membranas de Intercambio Iónico	47
1.3.2 Parámetros Característicos de los Intercambios Iónicos	50
1.3.3 Reacción de Intercambio Iónico	52
1.3.4 Etapas del Proceso de Intercambio Iónico en Columnas	54
1.3.5 Modo de Operación en el Intercambio Iónico en Columnas	57
1.4 Etapas del proceso de desmineralización del agua	58

1.5	Tipos de Resina	66
1.5.1	Resina Catiónica Fuertes	67
1.5.2	Resina Catiónica Débil	68
1.5.3	Resina Aniónica Fuerte	68
1.5.4	Resina Aniónica Débil	69
1.6	Calidad del Agua	69
CAPITULO II		
2.0	Diseño Metodológico	74
2.1	Investigación Bibliográfica	74
2.2	Investigación de Campo	74
2.3	Investigación de Laboratorio	75
2.3.1	Tipo de Estudio	75
2.3.2.	Universo	75
2.3.3	Muestreo	75
2.3.4	Muestra	75
2.3.5	Recolección de Muestra	76
2.4	Equipo Material y Reactivos	77
2.5	Parte Experimental	77
CAPITULO III		
3.0	Resultados	93
CAPITULO IV		
4.0	Discusión de Resultados	122

CAPITULO V

5.0 Conclusiones	128
------------------	-----

CAPITULO VI

6.0 Recomendaciones	131
---------------------	-----

Bibliografía

Glosario

Anexos

INDICE DE FIGURAS

No.

1.	Electronegatividad de la Molécula del Agua.	23
2.	Comportamiento Dipolo.	24
3.	Enlace de Puente De Hidrógeno.	24
4.	Molécula Polar.	25
5.	Capa de Solvatación.	25
6.	Capilaridad.	26
7.	Disociación del Agua.	27
8.	Tabla de pH.	29
9.	Membrana de Intercambio Iónico.	48
10.	Conductor Eléctrico.	48
11.	Cationes Móviles abandonando la resina para pasar al agua pura (situación imposible).	49
12.	Cationes Móviles abandonando la resina para pasar a una disolución que contiene electrolitos (situación posible).	49
13.	Sitios activos de la Resina.	52
14.	Proceso de Difusión.	53
15.	Regeneración equicorriente.	57
16.	Regeneración Contracorriente.	58

INDICE DE TABLAS

1.	Valores de Conductividad de algunas Muestras de Agua.	32
2.	Clasificación de la Dureza.	35
3.	Promedio de la Alcalinidad.	93
4.	Promedio de Cloruros.	94
5.	Promedios de Conductividad.	95
6.	Promedio de Dureza.	96
7.	Promedio de Hierro.	97
8.	Promedio de pH.	98
9.	Promedio de Sílice.	99
10.	Promedio de Sólidos Totales.	100
11.	Grado de representatividad de la media aritmética, para distintos Coeficientes de Variabilidad.	107
12.	Coeficientes de Variación de los resultados obtenidos de Alcalinidad.	108
13.	Coeficientes de Variación de los resultados obtenidos de Cloruros.	109
14.	Coeficientes de Variación de los resultados obtenidos de Conductividad.	110
15.	Coeficientes de Variación de los resultados obtenidos de Dureza.	111
16.	Coeficientes de Variación de los resultados obtenidos de Hierro.	112
17.	Coeficientes de Variación de los resultados obtenidos de pH.	113
18.	Coeficientes de Variación de los resultados obtenidos de Sílice.	114
19.	Coeficientes de Variación de los resultados obtenidos de Sólidos Totales.	115

INDICE DE GRAFICAS

1.	Promedio de Alcalinidad.	94
2.	Promedio de Cloruros.	95
3.	Promedio de Conductividad.	96
4.	Promedio de Dureza.	97
5.	Promedio de Hierro.	98
6.	Promedio de pH.	99
7.	Promedio de Sílice.	100
8.	Promedio de Sólidos Totales.	101

INDICE DE ANEXOS

- Anexo 1: Lista de Material, Equipo y Reactivos.
- Anexo 2: Preparación de Reactivos.
- Anexo 3: Valores Permitidos por Norma Salvadoreña Obligatoria para la Calidad del Agua Potable.
- Anexo 4: Procedimientos para la toma y envío de muestras de Agua Potable.
- Anexo 5: Recipientes para Muestreo y Preservación de Muestras.
- Anexo 6: Puntos de Toma de Muestras del Equipo Desmineralizador del Agua de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.
- Anexo 7: Etiqueta de Identificación de las Muestras.
- Anexo 8: Fotografías del Equipo Desmineralizador.
- Anexo 9: Diagrama de Flujo del Proceso de Desmineralizador del Agua de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.
- Anexo 10: Vista en Planta del Equipo Desmineralizador del Agua de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.
- Anexo 11: Diagrama de Panel de Control del Equipo Desmineralizador del Agua de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.
- Anexo 12: Especificaciones del agua para reactivos.
- Anexo 13: Apartados de Pruebas de Hierro y Sílice.
- Anexo 14: Resultados obtenidos de los Análisis Realizados durante el mes de Julio a Septiembre.

NOMENCLATURA QUÍMICA Y ABREVIATURAS

NOMENCLATURA QUIMICA

Ácido Carbónico	H_2CO_3
Ácido clorhídrico	HCl
Ácido silícico	H_4SiO_4
Ácido sulfhídrico	H_2S
Ácido Sulfúrico	H_2SO_4
Amoniaco	NH_3
Bióxido de carbono	CO_2
Carbonato de calcio	CaCO_3
Carbonato de sodio	Na_2CO_3
Cloro	Cl_2
Cloruro de calcio	CaCl_2
Cloruro de sodio	NaCl
Hidróxido de magnesio	$\text{Mg}(\text{OH})_2$
Hidróxido de sodio	NaOH
Ión bicarbonato	CO_3H^-
Ión calcio	Ca^{+2}
Ión carbonato	CO_3^{-2}
Ión Cloruro	Cl^-
Ión férrico	Fe^{+3}
Ión ferroso	Fe^{+2}
Ión fosfato	PO_4^{-3}
Ión hidrógeno	H^+
Ión hierro	Fe^{+2}
Ión magnesio	Mg^{+2}
Ión nitrato	NO_3^-

continuación

Lón potasio	K^+
Lón sodio	Na^+
Lón sulfato	SO_4^{-2}
Lón oxidrilo	OH^-
Ozono	O_3
Platino cobalto	Pt-Co
Sílice	SiO₂
Sulfato de calcio	CaSO₄
Sulfato de sodio	Na₂SO₄
Trióxido de hierro	Fe(OH)₃

ABREVIATURAS

Ácido etilendiaminotetracético	EDTA
Dureza de calcio	THCa
Dureza de magnesio	THMg
Partes por millón	ppm
Título hidrotimétrico	TH

I. INTRODUCCION

El agua, considerada como el líquido de la vida, es la sustancia más abundante de la Biosfera, donde la encontramos en sus tres estados (líquido, sólido y gaseoso).

Por sus propiedades como disolvente y su utilización en diversos procesos industriales, el agua acostumbra tener muchas impurezas y contaminantes. Las sales metálicas se disuelven en ella, separándose en iones cuya presencia puede ser indeseable para los usos habituales.

Además el creciente interés por la calidad del agua, permite establecer tratamientos eficaces que eviten el deterioro de ésta. Entre todos los tratamientos posibles el intercambio iónico es una opción a considerar.

El intercambio iónico es una reacción química reversible, que tiene lugar cuando un ión de una disolución se intercambia por otro ión de igual signo que se encuentra unido a una partícula sólida inmóvil¹¹.

Estos iones están presentes por lo general en concentraciones relativamente bajas y permiten que el agua conduzca electricidad. Algunas veces se conocen como electrolitos.

El problema específico de esta investigación está enfocado a analizar la calidad del agua obtenida del equipo desmineralizador de la Facultad de Química y Farmacia cuya función principal recae en la elaboración de reactivos, análisis de muestras, prácticas de laboratorio, limpiezas de equipo, lavado de cristalería y venta externa, entre otros.

Este trabajo de investigación permitirá establecer procedimientos, condiciones y mantenimiento que debe de poseer el equipo desmineralizador del agua.

Realizando análisis del agua, antes, durante y después del proceso de desmineralización de este líquido, entre ellos pruebas de alcalinidad, cloruros, conductividad, dureza, sílice, pH, hierro y sólidos totales, para la obtención de resultados que determinen su calidad.

Por lo tanto el interés de este trabajo se hace con el fin de establecer una documentación que permita ofrecer una información fiable y tangible sobre la calidad de agua que se obtiene del equipo desmineralizador del agua en la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.

Con lo que se beneficiarán docentes, estudiantes de la Facultad de Química y Farmacia y otras Facultades de la Universidad de El Salvador en el desarrollo de las diferentes prácticas de laboratorios, análisis.

II. OBJETIVOS

1. OBJETIVO GENERAL

Determinar la calidad del agua obtenida por el proceso de desmineralización en la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.

2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- 2.1. Realizar los análisis Físico – Químico (pH, conductividad, alcalinidad, dureza, cloruros, hierro, sílice y sólidos totales) a muestras de agua tomada antes, durante y después del proceso de desmineralización.
- 2.2. Determinar las condiciones actuales del funcionamiento del equipo desmineralizador del agua.
- 2.3. Establecer los valores óptimos del equipo desmineralizador de agua de la Facultad de Química y Farmacia.
- 2.4. Proponer los procedimientos para el uso y mantenimiento adecuado del equipo desmineralizador de agua.

CAPITULO I
MARCO TEÓRICO

1.0. MARCO TEÓRICO

1.1. Generalidades del Agua

El agua es un líquido transparente insípido e inodoro que resulta de la combinación de dos moléculas de hidrógeno por una de oxígeno, su fórmula es H_2O , que en estado puro es incoloro e insípido² con un punto de congelación de 0° y su punto de ebullición es de 100° . El agua alcanza su densidad máxima a una temperatura de 4° y se expande al congelarse².

1.1.1. Estructura del Agua

La molécula del agua está formada por dos átomos de hidrógeno unidos a un átomo de oxígeno por medio de dos enlaces covalentes, la disposición tetraédrica de los orbitales Sp^3 del oxígeno determina un ángulo entre los enlaces H-O-H aproximadamente de 104.5° , además el oxígeno es más electronegativo que el hidrógeno y atrae con más fuerza a los electrones de cada enlace² (Fig.1)

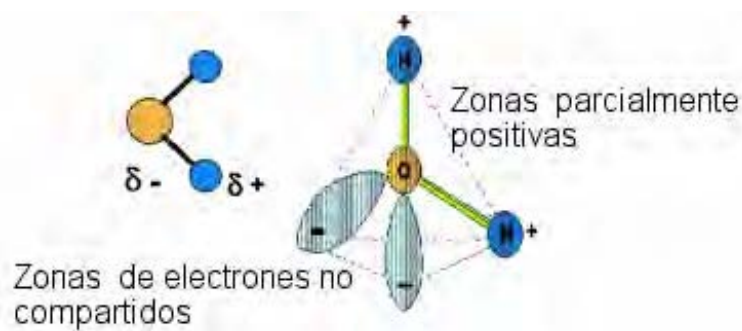


Figura 1. Electronegatividad de la molécula del agua

El resultado es que la molécula de agua, aunque tiene una carga total neutra (igual número de protones que de electrones), presenta una distribución asimétrica de sus

electrones, lo que la convierte en una molécula polar, alrededor del oxígeno se concentra una densidad de carga negativa, mientras que los núcleos de hidrogeno quedan desnudos, desprovistos parcialmente de sus electrones y manifiestan, por tanto una densidad de carga positiva, por eso en la práctica la molécula de agua se comporta como un dipolo ², (Fig. 2)

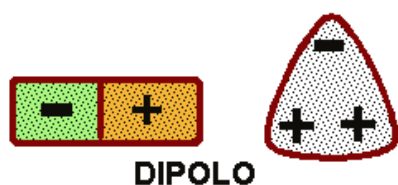


Figura 2. Comportamiento Dipolo

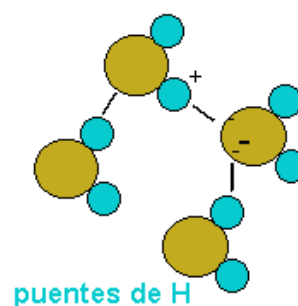


Figura 3. Enlace Puente de Hidrógeno

Así se establecen interacciones dipolo-dipolo entre las propias moléculas de agua, formándose enlaces o puentes de hidrógeno (Fig. 3), la carga parcial negativa del oxígeno de una molécula ejerce atracción electrostática sobre las cargas parciales positivas de los átomos de hidrógeno de otras moléculas adyacentes.

Aunque son uniones débiles, el hecho de que alrededor de otra molécula de agua se dispongan otras cuatro moléculas unidas por puentes de hidrógenos permite que se forme en el agua (líquida o sólida) una estructura de tipo reticular responsable en gran parte de su comportamiento anómalo y de la peculiaridad de sus propiedades físico-químicas².

1.1. 2. *Propiedades Físico-Químicas Del Agua*

a. **Acción Disolvente**

El agua es un líquido que más sustancias disuelve, por eso decimos que es el disolvente universal. Esta propiedad se debe a su capacidad para formar puentes de hidrógeno con otras sustancias que pueden presentar grupos polares o cargas iónicas (alcoholes, azúcares con grupos R-OH, aminoácidos y proteínas con grupos que presentan cargas positiva y negativa), lo que da lugar a disoluciones moleculares (Fig. 4). También las moléculas de agua pueden disolver a sustancias salinas que se disocian formando disoluciones iónicas. Los iones de las sales son atraídos por los dipolos del agua, quedando atrapados y recubiertos de moléculas de agua en forma de iones hidratados o solvatados² (Fig. 5).

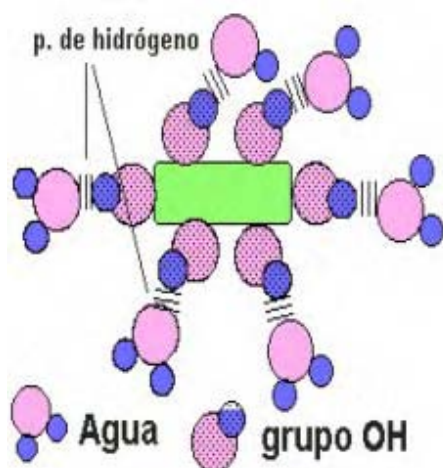


Figura 4. Molécula polar

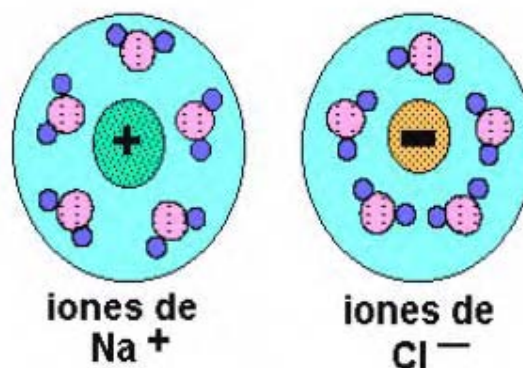


Figura 5. Capa de Solvatación

b. Fuerza de Cohesión entre sus Moléculas

Los puentes de hidrógeno mantienen las moléculas de agua fuertemente unidas, formando una estructura compacta que le convierte en un líquido casi incomprensible.

c. Elevada Fuerza de Adhesión

Esta fuerza está relacionada con los puentes de hidrógeno que se establecen entre las moléculas de agua y otras moléculas polares y es responsable, junto con la cohesión del fenómeno llamado capilaridad. Cuando se introduce un capilar en un recipiente con agua, esta asciende por un capilar como si trepase agarrándose por las paredes, hasta alcanzar un nivel superior al del recipiente, donde la presión que ejerce la columna de agua, se equilibra con la presión capilar. A este fenómeno se debe en parte la ascensión de la sabia bruta desde las raíces hasta las hojas, a través de los vasos leñosos² (Fig. 6)

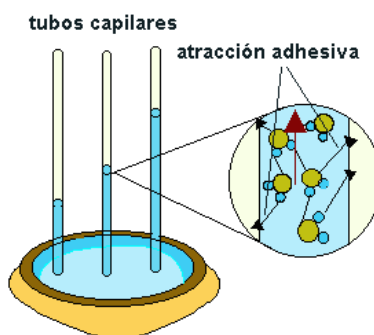


Figura 6. Capilaridad

d. Calor Especifico

Esta propiedad está relacionada con los puentes de hidrógeno que se forman entre las moléculas de agua. El agua puede absorber grandes cantidades de calor que

utiliza para romper los puentes de hidrógeno. Su temperatura desciende lentamente que la de otros líquidos a medida que se va liberando energía al enfriarse.

e. Elevado Calor de Vaporización

También los puentes de hidrógeno son los responsables de esta propiedad. Para evaporar el agua primero hay que romper los puentes y posteriormente dotar a las moléculas de agua de la suficiente energía cinética para pasar de la fase líquida a la gaseosa².

1.1.3. Ionización del Agua

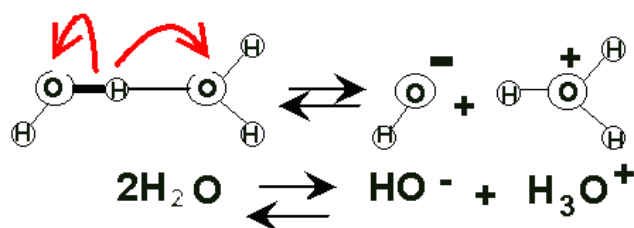


Figura 7. Disociación del agua

El agua pura tiene la capacidad de disociarse en iones, por lo que en realidad se puede considerar una mezcla de (Fig. 7):

- agua molecular (H_2O)
- protones hidratados (H_3O^+)
- iones hidróxido (OH^-)

En realidad esta disociación es muy débil en el agua pura, y así el producto iónico del agua a 25° es:

$$K_w = [\text{H}^+][\text{OH}^-] = 1.0 \times 10^{-14}$$

Este producto iónico es constante. Como en el agua pura la concentración de hidrogeniones y de hidroxilos es la misma, significa que la concentración de hidrogeniones es de 1×10^{-7} .

Para simplificar los cálculos Sorensen ideó expresar dichas concentraciones utilizando logaritmos, y así definió el pH como el logaritmo cambiado de signo de la concentración de hidrogeniones. Según esto:

Disolución neutra pH = 7

Disolución ácida pH < 7

Disolución básica pH > 7

En la figura 8 se señala el pH de algunas soluciones. En general hay que decir que la vida se desarrolla a valores de pH próximos a la neutralidad ².

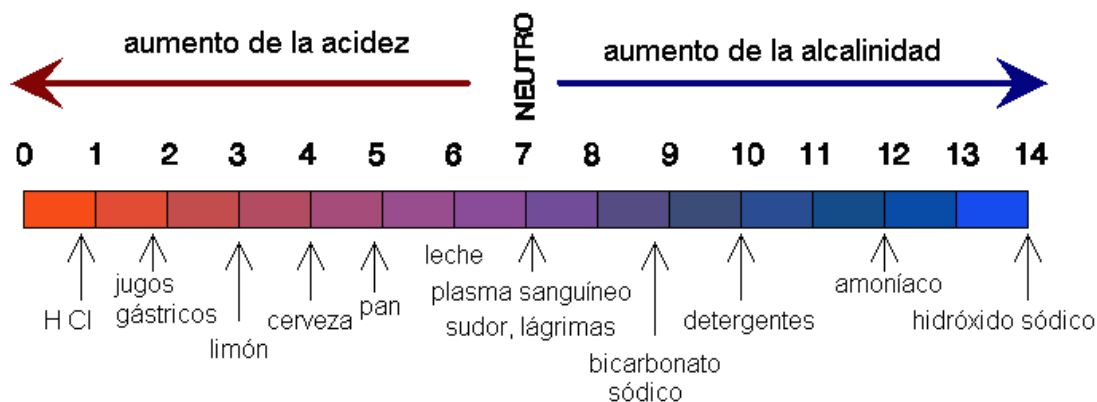


Figura 8. Tabla de pH

1. 2. Parámetros de Calidad del Agua

1.2.1. *Parámetros Físicos*

a. Sabor y Olor

El sabor y olor del agua son determinaciones organolépticas subjetivas, para las cuales no existen instrumentos de observación, ni registro ni unidades de medida.

El agua adquiere un sabor salado a partir de 300 ppm de Cl^- , un gusto salado y amargo con más de 450 ppm de SO_4^{-2} . El CO_2 libre le da un gusto picante. Trazas de fenoles u otros compuestos orgánicos le confieren un color y sabor desagradable¹².

b. Color

El agua de uso doméstico e industrial tiene como parámetro de aceptación de ser incolora, pero en la actualidad, gran cantidad del agua disponible se encuentran coloreadas y se tiene el problema de que no puede ser utilizada hasta que no se trata removiendo dicha coloración¹.

Las aguas superficiales pueden estar coloreadas debido a la presencia de iones metálicos naturales (hierro y manganeso), humus, materia orgánica y contaminantes domésticos e industriales. La presencia de hierro puede dar un color rojizo, y el manganeso un color negro¹².

El color que en el agua produce la materia suspendida y disuelta, se le denomina color aparente, una vez eliminado el material suspendido el color remanente se le conoce como Color Verdadero¹. Para la determinación de color en el agua existen dos métodos:

1. Por comparación visual de la muestra con soluciones coloreadas de concentraciones conocidas.

La unidad de medición del color que se usa como estándar, es el color que produce 1mg/l de platino en la forma de cloroplatinato. La proporción Pt-Co que se utiliza en este método es normalmente la adecuada para la mayoría de las muestras. El color puede cambiar con el pH de la muestra, por lo que es necesario que al medir el color se reporte también el pH de la muestra. En caso necesario la muestra sé centrifuga para eliminar la turbidez. La comparación se realiza con soluciones que tengan colores de 5,10 y hasta 70 unidades contenidas en tubos Nessler¹.

2. Método espectrofotométrico.

El color de una muestra filtrada se expresa en términos que describen la sensación percibida al observarla. La tonalidad (rojo, verde, amarillo, etc.) se designa como “longitud de onda dominante”, el grado de brillantes como “luminancias” y la saturación (pálido, pastel, etc.) como “pureza”. Como mejor se detectan estos valores es a partir de las características de transmisión de la luz de una muestra filtrada, mediante espectrofotometría.

Este método es aplicable en aguas potables y de superficie, y en aguas residuales, tanto domésticas como industriales¹.

c. Turbidez

La turbidez es la expresión de la propiedad óptica de la muestra que causa que los rayos de luz sean dispersados y adsorbidos en lugar de ser transmitidos en línea recta a través de la muestra². La turbidez en el agua puede ser causada por la presencia de partículas suspendidas y disueltas de gases, líquidos y sólidos, tanto orgánico como inorgánicos², plancton y otros organismos microscópicos¹².

La medición de la turbidez, es una manera rápida que nos sirve para saber cuándo, cómo y hasta que punto debemos tratar el agua para que cumpla con las especificaciones requeridas¹.

El límite máximo permisible en el agua potable es de 10 NTU (Unidades de Turbidez Nefelométricas)¹².

d. Conductividad

La conductividad eléctrica es la medida de la capacidad del agua para conducir la electricidad y es indicativa de la materia iónizable presente en el agua¹².

El agua pura, prácticamente no conduce la corriente, y en su totalidad es el resultado del movimiento de los iones de las impurezas presentes¹².

En la mayoría de las soluciones acuosas, entre mayor sea la cantidad de sales disueltas, mayor será la conductividad, este efecto continua hasta que a la solución está tan llena de iones que se restringe la libertad de movimiento y la conductividad puede disminuir en lugar de aumentar, dándose casos de dos diferentes concentraciones con la misma conductividad.

Todos los valores de conductividad están referidos a una temperatura de referencia de 25°.

Tabla 1. Valores de Conductividad de algunas muestras de agua².

Temperatura de la muestra 25° c	Conductividad, $\mu\text{S}/\text{cm}$
Agua ultra pura	0.05
Agua de alimentación a calderas	1 a 5
Agua potable	50 a 100
Agua de mar	53,000

Algunas sustancias se ionizan en forma más completa que otras y por lo mismo conducen mejor corriente. Cada ácido, base o sal tienen una curva característica de concentración contra conductividad. Son buenos conductores: los ácidos, bases y sales inorgánicas: HCl, NaOH, NaCl, Na₂CO₃. etc. Son malos conductores: Las moléculas de sustancias orgánicas que por la naturaleza de sus enlaces son no iónicas: como la sacarosa, el benceno, los hidrocarburos, los carbohidratos. Etc, estas sustancias, se ionizan en el agua y por lo tanto no conducen la corriente eléctrica.

Un aumento en la temperatura, disminuye la viscosidad del agua y permite que los iones se muevan más rápidamente, conduciendo más electricidad. Este efecto de la temperatura es diferente para cada ión, pero típicamente para soluciones acuosas diluidas, la conductividad varía de 1 a 4% por cada grado.¹ La conductividad se expresa como microsiemens por centímetro¹².

1.2.2. Parámetros Químicos

a. pH

El pH se define como el logaritmo negativo de la concentración molar de los iones hidrógenos.

$$\text{pH} = -\log[\text{H}^+]$$

La determinación del pH en el agua es una medida de la tendencia de su acidez o de su alcalinidad. Un pH menor de 7.0 indica una tendencia hacia la acidez, mientras que un valor mayor que 7.0 muestra una tendencia hacia lo alcalino.

La mayoría de las aguas naturales tienen un pH entre 4 y 9, aunque muchas de ellas tienen un pH ligeramente básico debido a la presencia de carbonatos y bicarbonatos. El valor del pH en el agua es utilizado también cuando nos interesa conocer su tendencia corrosiva o incrustante, y en las plantas de tratamientos de agua¹.

Su medición se realiza fácilmente con un pHmetro bien calibrado⁶ midiendo el potencial generado (en milivolts) por un electrodo de vidrio que es sensible a la actividad del ión H^+ , este potencial es comparado contra un electrodo de referencia que genera un potencial constante e independiente del pH.

El electrodo de referencia que se utiliza es el de Calomel saturado con Cloruro de potasio, el cual sirve como puente salino que permite el paso de los milivolts generados hacia el circuito de medición. Se recomienda que la muestra esté a 25°, que es la temperatura de referencia para la medición de pH¹. El pH se corrige por neutralización y acidificación¹².

b. Dureza

La dureza es debido a la presencia de sales disueltas de calcio y de magnesio, mide la capacidad del agua para producir incrustaciones, siendo la principal fuente de depósito e incrustaciones en calderas, intercambiadores de calor, tuberías etc.¹².

Existen distintas formas de dureza:

1. Dureza Total o Título Hidrotimétrico (TH), mide el contenido total de iones Ca^{+2} y Mg^{+2} , se puede distinguir entre la dureza de calcio (THCa) y la dureza magnesio (THMg).
2. Dureza Permanente o No Carbonatada, está determinada por los iones Ca^{+2} y Mg^{+2} , excepto carbonatos y bicarbonatos, no puede ser eliminada por ebullición del agua¹.
3. Dureza Temporal o Carbonatada, está determinada por el contenido de bicarbonatos y carbonatos de calcio y magnesio, puede ser eliminada por ebullición del agua y posterior eliminación de precipitados formados por filtración¹ y es la diferencia entre la dureza total y la permanente¹.

Tabla 2. Clasificación de la Dureza¹

Dureza como CaCO_3 ppm	Interpretación
0-75	Agua suave
75-150	Agua poco dura
150-300	Agua dura
> 300	Agua muy dura

Si la dureza es inferior a la alcalinidad, toda la dureza es carbonatada, pero si la dureza es superior a la alcalinidad hay una parte de dureza no carbonatada, asociada a otros aniones. La dureza se puede expresar como meq/L, en ppm de CaCO_3 , la medición puede hacerse por complejometría con EDTA¹².

c. Alcalinidad

La alcalinidad es la medida de la capacidad para neutralizar ácidos, contribuye a la alcalinidad principalmente los iones bicarbonatos (CO_3H^-), carbonato (CO_3^{2-}), y oxhidrilos (OH^-), pero también los fosfatos y ácido silícico u otros ácidos de carácter débil. Los bicarbonatos y los carbonatos pueden producir CO_2 en el vapor, que es la fuente de corrosión en las líneas de condensado. También pueden producir espumas, provocar arrastre de sólidos con el vapor y fragilizar el acero de las calderas.

Se mide en las mismas unidades que la dureza como meq/L en ppm de CaCO_3 .

La alcalinidad se corrige por descarbonatación con cal, tratamiento con ácido, o desmineralización por intercambio iónico¹².

d. Cloruros

El cloruro generalmente está presente en las aguas superficiales naturales en concentraciones bajas, los límites en el agua no contaminada suelen estar debajo de los 10mg/L pudiendo ser a menudo menor que 1mg/L⁷. El ión cloruro (Cl^-), forma sales en general muy solubles, suele ir asociado al ión sodio (Na^+) especialmente en

aguas muy salinas. El contenido en cloruros afecta la potabilidad del agua y su potencial uso agrícola e industrial.

A partir de 300 ppm el agua empieza a adquirir un sabor salado. Las aguas con cloruros pueden ser muy corrosivas debido al pequeño tamaño del ión que puede penetrar la capa protectora en la interfaces oxido-metal y reaccionar con el hierro estructural. Se valora con nitrato de plata usando cromato de potasio como indicador. Se separa por intercambio iónico, aunque es menos retenido que los iones polivalentes por lo cual las aguas de alta pureza requieren un pulido final¹².

e. Sulfatos

Los sulfatos se encuentran en las aguas naturales en un amplio intervalo de concentraciones. Los estándares para el agua potable tienen un límite máximo de 250 ppm de sulfatos, ya que a valores superiores tiene una acción purgante.

Los límites de concentración arriba de los cuales se percibe un sabor amargo en el agua son para sulfatos de magnesio de 400 a 700 ppm y para sulfato de calcio son de 250 a 400 ppm¹.

El ión sulfato, SO_4^{-2} corresponde a sales de moderadamente solubles a muy solubles. Las aguas dulces contienen de 2 a 150 ppm; y el agua de mar cerca de 3000 ppm. Aunque en agua pura se satura a unos 1500 ppm, como CaSO_4 , la presencia de otras sales aumenta su solubilidad.

La determinación analítica por gravimetría con cloruro de bario es la más segura. Si se emplean métodos complejométricos, hay que estar seguros de evitar interferencias. Industrialmente es importante porque, en presencia de iones calcio se combina para formar incrustaciones de Sulfato Cálcico. Su eliminación se realiza por intercambios iónicos ¹².

f. Nitratos

El ión nitrato, NO_3^- , forma sales muy solubles y bastante estables, aunque en medio reductor puede pasar a nitrito, nitrógeno o amoníaco. Las aguas normales contienen menos de 10 ppm y el agua de mar hasta 1 ppm, pero las aguas contaminadas por fertilizantes, pueden llegar a varios centenares de ppm.

Su determinación en el laboratorio es complicada y se realiza en general por espectrofotometría, resultante de la absorción de la radiación UV por el ión nitrato. Se elimina por intercambio iónico, pero no es un método económico en los procesos de potabilización en los grandes volúmenes, su presencia en las aguas superficiales, conjuntamente con fosfatos determina la eutrofización, que se caracteriza por un excesivo crecimiento de las algas ¹².

g. Fosfatos

El ión fosfato, (PO_4^{-3}) en general forma sales muy poco soluble y precipita fácilmente como fosfato cálcico. En general no se encuentra en el agua más de 1 ppm. No suele determinarse en los análisis de rutina, pero puede hacerse colorimétricamente ¹².

h. Fluoruros

El ión fluoruro, (F^-) corresponde a las sales de solubilidad en general, muy limitada. No suele hallarse en proporciones superiores a 1 ppm. Tiene un efecto beneficioso sobre la dentadura si se mantiene su contenido alrededor de 1 ppm. Y por ese motivo se añade a veces al agua potable. Su análisis suele hacerse por métodos colorimétricos¹².

i. Sílice

Sílice, (SiO_2), se encuentra en el agua disuelta como ácido silícico (H_4SiO_4) y como materia coloidal. Contribuye ligeramente a la alcalinidad del agua. Las aguas naturales contienen de 1 a 40 ppm, y pueden llegar a 100 ppm, especialmente si son aguas bicarbonatadas sódicas.

Se determina analíticamente por colorimetría¹². Su eliminación se consigue parcialmente por precipitación pero fundamentalmente mediante resinas de intercambio iónico, destilación, tratamiento con cal, carbonato y magnesio; no tiene efectos tóxicos conocidos¹.

j. Sodio

El ión sodio (Na^+) corresponde a las sales de solubilidad muy elevada y difíciles de precipitar. Suele estar asociado al ión cloruro. El contenido en aguas dulces suele estar entre 1 y 150 ppm, pero es fácil encontrar valores muy superiores de hasta varios miles de ppm. Es un indicador potencial de corrosión. La determinación analítica se hace por fotometría. El sodio se elimina por intercambio iónico pero

como ión monovalente es una de las primeras sustancias que se fuga de la columna catiónica o del lecho mixto ¹².

k. Potasio

El ión potasio, (K^+), corresponde a las sales de solubilidad muy elevada y difíciles de precipitar. Las aguas dulces no suelen contener más de 10 ppm y el agua de mar contiene alrededor de 400 ppm, por lo cual es un catión mucho menos significativo que el sodio. Su determinación se hace por fotometría de llama. Se elimina por intercambio iónico ¹².

l. Hierro

El ión hierro se presenta como ión ferroso, (Fe^{+2}), o en la forma más oxidada del ión férrico, (Fe^{+3}). La estabilidad de las distintas formas químicas depende del pH, condiciones oxidantes o reductoras del medio, composición de la solución, presencia de materia orgánica acomplejantes, etc.

La presencia de hierro puede afectar a la potabilidad del agua y, en general es un inconveniente en las aguas industriales por dar lugar a depósitos e incrustaciones. Las condiciones de estabilidad hacen que las aguas subterráneas normalmente sólo contengan Fe^{+2} disuelto.

La concentración suele estar entre 0 y 10 ppm de Fe^{+2} , pero al airear el agua precipita $Fe(OH)_3$ de color pardo-rojizo, y el contenido de ión disuelto se reduce a menos de 0.5 ppm. Sólo las aguas de pH ácido pueden tener contenidos en hierro de varias decenas de ppm. Se determina analíticamente por colorimetría y espectrofotometría de absorción atómica, dando el hierro total que incluye las formas

solubles, coloidal y en suspensión fina. Por aireación del agua la forma ferrosa pasa a férrica y precipita, o bien se elimina por coagulación y filtración también se puede emplear el intercambio catiónico ¹².

m. Calcio

El ión calcio, (Ca^{+2}), forma sales desde moderadamente solubles a muy insoluble. Precipita fácilmente como CaCO_3 contribuye de forma muy especial a la dureza del agua y a la formación de incrustaciones.

Las aguas dulces suelen contener de 10 a 250 ppm o incluso 600 ppm. Se determina analíticamente por complejometría con EDTA. La eliminación se realiza por precipitación e intercambio iónico ¹².

n. Magnesio

El ión magnesio, (Mg^{+2}) tiene propiedades similares a las del ión calcio, pero sus sales son, en general, más solubles y difíciles de precipitar; por lo contrario su hidróxido, $\text{Mg}(\text{OH})_2$ es menos soluble. Las aguas dulces suelen contener entre 1 y 100 ppm. Cuando el contenido en agua alcanza varios centenares le da un sabor amargo y propiedades laxantes, que pueden afectar su potabilidad.

Contribuye a la dureza del agua y a pH alcalino, puede formar incrustaciones de hidróxido. Su determinación analítica se realiza por complejometría ¹².

Se puede precipitar como hidróxido pero su eliminación se realiza fundamentalmente por intercambio iónico ¹².

o. Ácido Sulfhídrico

El ácido sulfhídrico, (SH_2), causa un olor a huevos podridos y es causa de corrosión. Se puede eliminar por aeración u oxidarlo por cloración. También se elimina con un intercambio aniónico fuerte¹². Las concentraciones relativas de las sales de sulfuros dependen del pH del agua y en lo que respecta al ácido sulfhídrico, su concentración aumenta al disminuir el pH⁵.

p. Amoniaco

El amoniaco, (NH_3), es un indicador de contaminación del agua y en forma no iónica es tóxico para los peces. Al clorar el agua a partir del amoníaco se forman cloraminas, también tóxicas. Provoca la corrosión de las aleaciones de cobre y zinc, formando un complejo soluble. Se puede medir con electrodos específicos o por colorimetría con el reactivo de Nessler. Se elimina con desgasificación, o intercambio catiónico¹².

q. Sólidos Disueltos

Los sólidos disueltos o salinidad total, es una medida de la cantidad de materia disuelta en el agua, determinada por evaporación de un volumen de agua previamente filtrada. Corresponde al residuo seco con filtración previa. El origen de los sólidos disueltos pueden ser múltiple, orgánico e inorgánico, tanto en aguas subterráneas como superficiales. Aunque para las aguas potables se indica un valor máximo deseable de 500 ppm¹².

En los usos industriales la concentración elevada de sólidos disueltos puede ser objeccionable por la posible interferencia en procesos de fabricación, o como causa de espuma en calderas. Los procesos de tratamientos son múltiples en función de la composición, incluyendo la precipitación, intercambio iónico, destilación, electrodiálisis y ósmosis inversa¹².

r. Sólidos en Suspensión

Los sólidos en suspensión, es una medida de los sólidos sedimentables (no disueltos) que pueden ser retenidos en un filtro. Se puede determinar pesando el residuo que queda en el filtro, después de secado. Son indeseables en las aguas de proceso porque pueden causar depósitos en las conducciones, calderas, equipos, etc¹².

Las aguas subterráneas suelen tener menos de 1 ppm, pero la superficie varía mucho en función del origen y las circunstancias de la captación. Se separan por filtración y decantación¹².

s. Sólidos Totales

Es la expresión que se aplica a los residuos de material que quedan en un recipiente después de la evaporación de una muestra y su consecutivo secado en estufa a temperatura definida. Los sólidos totales incluyen los sólidos totales suspendidos o porción de sólidos totales retenidas por un filtro y sólidos disueltos totales o porción que atraviesa el filtro¹.

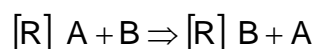
1.3. Intercambio Iónico

Los procesos de intercambio iónico se basan en los equilibrios de intercambio entre los iones de una disolución y los iones del mismo signo que está en la superficie de un sólido de elevada masa molecular y esencialmente insoluble. Durante varias décadas se han utilizado intercambiadores iónicos naturales como las arcillas y las zeolitas. A mediados de los años treinta se fabricaron por primera vez resinas de intercambio iónico sintéticas para eliminar la dureza del agua, la desionización del agua y la purificación de las disoluciones.¹⁰

También conocido con desionización, que es una reacción química reversible que tiene lugar cuando un ión de una disolución se intercambia por otro ión de igual signo que se encuentra unido a una partícula sólida inmóvil¹².

Normalmente los iones hidrogeno de la resina, se cambian por los cationes y los iones hidroxilo de la resina, se cambian por los aniones. Los iones hidrógeno e hidroxilo, se combinan formando agua pura.

La acción de intercambio iónico es una reacción reversible. Si designamos a la resina por [R] podemos escribir:



Y aplicando la ley de acción de masa se obtiene un coeficiente de selectividad (equivalente al constante de equilibrio).

$$K_r = \frac{(A) \times ([R]B)}{([R]A) \times (B)}$$

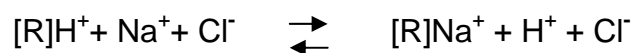
Que no es exactamente una constante sino que depende de las condiciones experimentales.

Aunque la resina tome con preferencia unos iones A frente a otros iones B al tratarse de una reacción reversible podemos invertir esta tendencia¹².

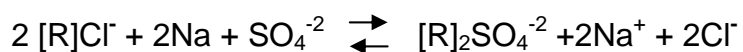
Aumentado la concentración de B muy por encima de la de A. Este es el fundamento de la regeneración de la resina.

Propiedades que rigen al proceso de intercambio iónico y determinan sus características principales son:

1. Las resinas actúan selectivamente, de forma que puedan preferir un ión sobre otro.
2. La reacción de intercambio iónico es reversible, es decir puede avanzar de dos sentidos.
3. En la reacción se mantiene la electroneutralidad. Un ión simple se intercambiará por otro ión simple. Por ejemplo



Y similarmente, un ión divalente necesitara dos iones monovalentes para realizar el intercambio.



Ventajas del proceso iónico en el tratamiento de agua son las siguientes¹²:

1. Se adapta a las necesidades de las aguas en las que las concentraciones de las impurezas iónicas son relativamente bajas.
2. Las resinas actuales tienen altas capacidades de intercambio que permiten conseguir procesos compactos requiriendo inversiones moderadas.
3. Las resinas son estables químicamente, de larga duración y fácil regeneración.
4. Las instalaciones pueden ser automáticas o manuales para adaptarse a las condiciones específicas.

La capacidad teórica de intercambio de una resina es la cantidad de grupos ionogénicos por unidad de peso o volumen.

Condiciones que se desconocen en el empleo del intercambio iónico.

1. Sólo pueden trabajar en presencia de una fase líquida de concentración limitada.
2. Están destinados a fijar iones y no a filtrar materias de suspensión, coloide o emulsiones de grasas. La presencia de estas sustancias acorta la duración de la vida de los productos.
3. La presencia en el agua de gases disueltos en gran cantidad pueden dar lugar a fuertes perturbaciones en la actividad de los cambiadores.
4. Los oxidantes enérgicos (Cl_2 y O_3) afectan a ciertas resinas.

1.3.1. Membranas de Intercambio Iónico

Las membranas de intercambio iónico están formadas por sustancias sólidas llamadas resinas de intercambio iónico. Estas resinas están constituidas por cadenas poliméricas orgánicas de elevado peso molecular unidas por un enlace iónico con un catión (resinas catiónicas) o un anión (resinas aniónicas). Al catión o anión se los denomina contraiones (Fig. 9)⁷.



Figura 9. Membranas de Intercambio Iónico

En disolución los contraiones pueden moverse libremente a través de la resina. No obstante, debido a su tamaño y al entrecruzamiento de las cadenas poliméricas estas permanecen inmóviles. La situación es equivalente a la que sucede en un conductor eléctrico (los electrones se mueven libremente pero los núcleos permanecen quietos) (Fig. 10)⁷.

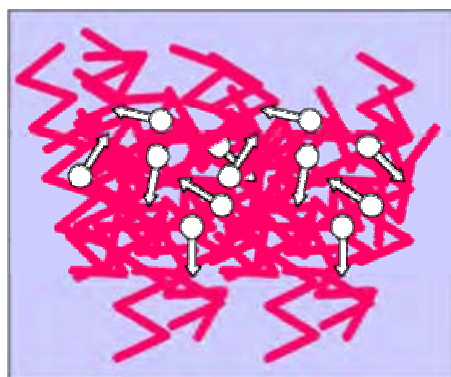


Figura 10. Conductor Eléctrico

Si la resina está sumergida en agua pura los contraiones no pueden abandonar la resina, aunque puedan moverse a través, pues para ello se precisaría romper la electroneutralidad de la resina.

Sin embargo si la disolución en la que se sumerge esta resina contiene iones, los contraiones pueden emigrar hacia el seno de la disolución ya que la electroneutralidad se conserva porque los iones de mismo signo que los contraiones.

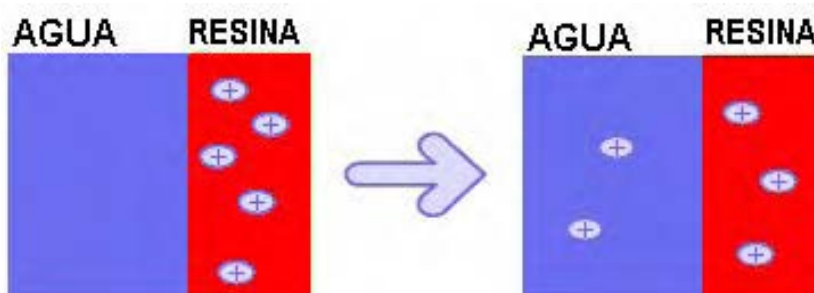


Figura 11. Cationes móviles abandonando la resina para pasar al agua pura (situación imposible).

La figura 11 muestra una situación imposible: Los cationes móviles de la resina abandonan ésta para pasar al agua pura. Esta situación llevaría a la creación de un campo eléctrico que aumentaría la energía del sistema. (No se han dibujado las cargas negativas correspondientes a las cadenas poliméricas).

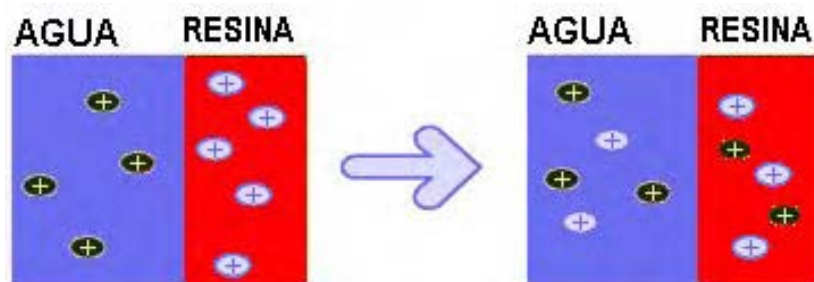


Figura 12. Cationes móviles abandonando la resina para pasar a una disolución que contiene electrolitos (Situación posible).

La figura 12 muestra una situación posible: Los cationes móviles de la resina abandonan ésta para pasar a una disolución que contiene electrolito. La pérdida de carga positiva por parte de la membrana se ve compensada por el paso de los cationes de la disolución al interior de la membrana, conservándose la electroneutralidad de ambas fases. (En la figura 12 no se muestran ni las cargas negativas de la resina catiónica ni las cargas de los aniones de la disolución)⁸.

El mantenimiento de la electroneutralidad en ambas fases es no obstante una aproximación algo relativa. Puede demostrarse que el hecho de que unos iones pasen de una fase a otra comporta necesariamente la aparición de un potencial eléctrico (potencial de Donnan), lo cual equivale a postular la no electroneutralidad de ambas fases.

Resumiendo: de forma rigurosa, en el primer caso presentado, algunos cationes pasarían a la disolución y la electroneutralidad se rompería. Sin embargo el número de estos cationes sería muy bajo y podemos considerar como buena la aproximación de que en la resina el número de cationes iguala a la de aniones y lo mismo en la disolución⁸.

1.3.2. *Parámetros Característicos de los Intercambiadores Iónicos*

a. Capacidad de Intercambio

Se define como la cantidad de iones que una resina puede intercambiar en determinadas condiciones experimentales. Depende del tipo de grupo activo y del

grado de entrecruzamiento de la matriz y se expresa en equivalentes por litro de resina, o por gramo. (Un equivalente es el peso molecular en gramos del compuesto dividido por su carga eléctrica)⁸.

b. Capacidad Específica Teórica

Se denomina así al número máximo de sitios activos del intercambiador por gramo. Este valor suele ser mayor que la capacidad de intercambio, ya que no todos los sitios activos son accesibles a los iones en disolución.

c. Selectividad

Propiedad de los intercambiadores iónicos por la que un intercambiador muestra mayor afinidad por un ión que por otro. La selectividad de una resina por un ión determinado se mide con el coeficiente de selectividad, K .

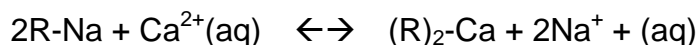
La selectividad depende de las interacciones electroestáticas que se establezcan entre el ión y el intercambiador y de la formación de enlaces con el grupo ionogénico. La regla principal es que un intercambiador preferirá aquellos iones con los que forme los enlaces más fuertes:

La estructura de poro y la elasticidad del intercambiador también influyen en su selectividad, como ocurre con las zeolitas. Su estructura de poro rígida les permite actuar como tamices moleculares, impidiendo la entrada de ciertos iones sencillamente por su tamaño⁸.

1.3.3. Reacción de Intercambio Iónico

Los intercambiadores iónicos son matrices sólidas que contienen sitios activos (también llamados grupos ionogénicos) con carga electrostática, positiva o negativa, neutralizada por un ión de carga opuesta (contraión). En estos sitios activos tiene lugar la reacción de intercambio iónico⁸.

Esta reacción se puede ilustrar con la siguiente ecuación tomando como ejemplo el intercambio entre el ión sodio (Na^+), que se encuentra en los sitios activos de la matriz R, y el ión calcio (Ca^{+2}), presente en la disolución que contacta dicha matriz.



Una representación simplificada de lo que está sucediendo en la Fig. 13.

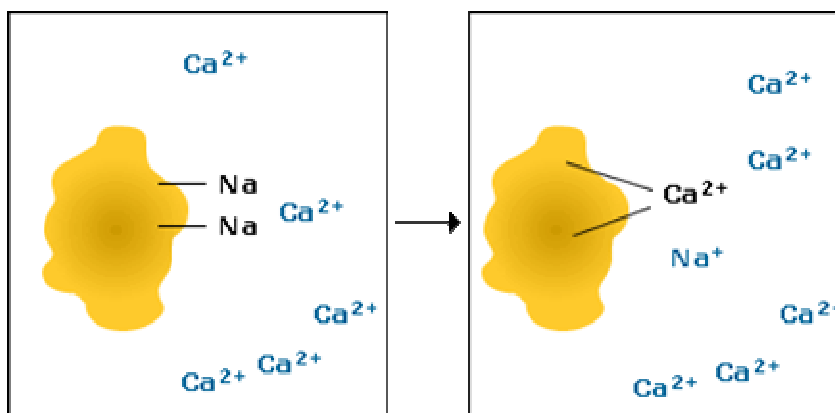


Figura 13. Sitios Activos de las Resinas

A medida que la disolución pasa a través de la resina, los iones presentes en dicha disolución desplazan a los que estaban originariamente en los sitios activos.

La eficiencia de este proceso depende de factores como la afinidad de la resina por un ión en particular, el pH de la disolución si el grupo activo tiene carácter ácido y básico, la concentración de iones o la temperatura. Es obvio que para que tenga lugar el intercambio iónico, los iones deben moverse de la disolución a la resina y viceversa⁸.

Este movimiento se conoce como proceso de difusión. (La difusión de un ión está en función de su dimensión, carga electrostática, la temperatura y también está influenciada por la estructura y tamaño de poro de la matriz.). El proceso de difusión tiene lugar entre zonas de distinta concentración de iones, de más concentrado a menos, hasta que tengan la misma concentración (Fig. 14)⁸.

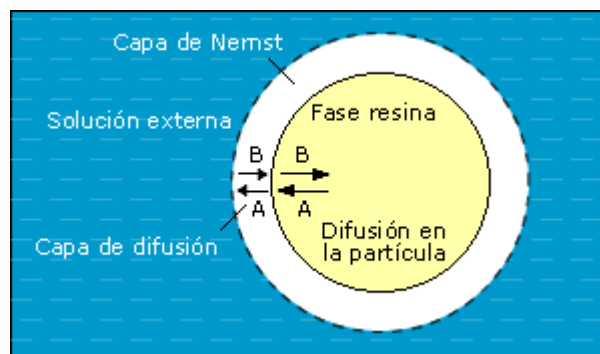


Figura 14. Proceso de Difusión

El tratamiento de una disolución con un intercambiador iónico se puede llevar a cabo mediante dos configuraciones distintas, en discontinuo o en columna.

a. Intercambio Iónico en Discontinuo

En las operaciones en discontinuo, se mezcla el intercambiador y la disolución en un recipiente hasta que el intercambio de iones alcanza el equilibrio.

Esta configuración no puede aplicarse para devolver el intercambiador a su forma iónica original, ya que el proceso de regeneración en discontinuo no es Químicamente eficiente. Es necesario recuperar el intercambiador por decantación y transferirlo a una columna para proceder a su regeneración.

b. Intercambio Iónico en Columna

Esta configuración es la que se emplea más a menudo en los procesos de intercambio iónico. El intercambiador se coloca en el interior de una columna vertical, a través de la cual fluye la disolución a tratar⁸.

1.3.4. Etapas del Proceso de Intercambio Iónico en Columna

a. Empaquetamiento de la Columna

Consiste en introducir el intercambiador en el interior de la columna evitando la formación de bolsas de aire entre sus partículas para así obtener un lecho uniforme. Esta operación se realiza habitualmente lavando el intercambiador con agua destilada, que además resulta útil para eliminar posibles impurezas y para provocar el fenómeno de Swelling. El Swelling puede causar graves problemas si tiene lugar una vez el intercambiador se encuentra confinado en la columna y no se ha dejado espacio suficiente para alojarlo una vez ha incrementado su volumen⁸.

b. Acondicionamiento del Intercambiador

Muchas resinas comerciales se venden en una forma iónica que puede no ser la adecuada para el tratamiento que se desea realizar. Por ejemplo, una resina básica fuerte que tenga como contraión un grupo OH^- y que, por necesidades del proceso, sea deseable tener un ión Cl^- .

En la etapa de acondicionamiento se procede a cambiar el contraión de la resina poniéndola en contacto con una disolución concentrada del ión que se desea tener. Una vez se ha conseguido este objetivo y la resina está en la forma iónica deseada, debe eliminarse el exceso de esta disolución lavando la resina con agua destilada.

c. Etapa de Carga

En esta etapa tiene lugar el intercambio de iones entre la disolución a tratar y el intercambiador. La disolución a tratar se introduce en la columna y fluye gradualmente a través del intercambiador.

Las condiciones de operación (velocidad de flujo, pH de la disolución etc.) dependerán del tipo de intercambiador utilizado, y es importante optimizarlas para obtener un buen rendimiento en cuanto a capacidad y selectividad.

Cuando el intercambiador comienza a estar saturado con los iones de la disolución que entra, se observa un aumento de la concentración de dichos iones en la disolución que sale de la columna. Esta descarga de iones se conoce como breakthrough, e indica que el tratamiento de la disolución por el intercambiador ya no

está siendo efectivo. Una vez la concentración de estos iones en la disolución de salida iguala a la de la concentración de entrada, el intercambiador ha agotado toda su capacidad de intercambio en las condiciones de operación⁸.

d. Etapa de Regeneración

La etapa de regeneración consiste en devolver el intercambiador saturado a su forma iónica inicial, empleando una disolución concentrada en el ión originariamente asociado al intercambiador (por ejemplo, un ácido mineral para una resina ácida fuerte). Esta etapa es importante en el proceso de intercambio iónico ya que el buen funcionamiento del intercambiador en sucesivos procesos de carga depende de una regeneración eficiente.

Para obtener el máximo rendimiento de esta etapa es importante optimizar parámetros como la concentración y volumen de disolución regenerante así como la velocidad de flujo.

La regeneración tiene dos inconvenientes importantes:

1. El gasto económico en regenerante. Puede reducirse reutilizándolo hasta que pierda su eficiencia aunque esta opción tampoco es del todo económica ya que implica establecer unas condiciones para su almacenaje.
2. La generación de residuos, ya que después de regenerar el intercambiador se obtienen disoluciones altamente ácidas o básicas generalmente muy concentradas en metales que deben ser tratadas o eliminadas.

1.3.5. Modos de Operación en el Intercambio Iónico en Columna

En los procesos de intercambio iónico en columna se puede trabajar de dos modos:

1. Las disoluciones de carga y de regeneración se introducen siempre por la parte superior de la columna (Fig. 15).

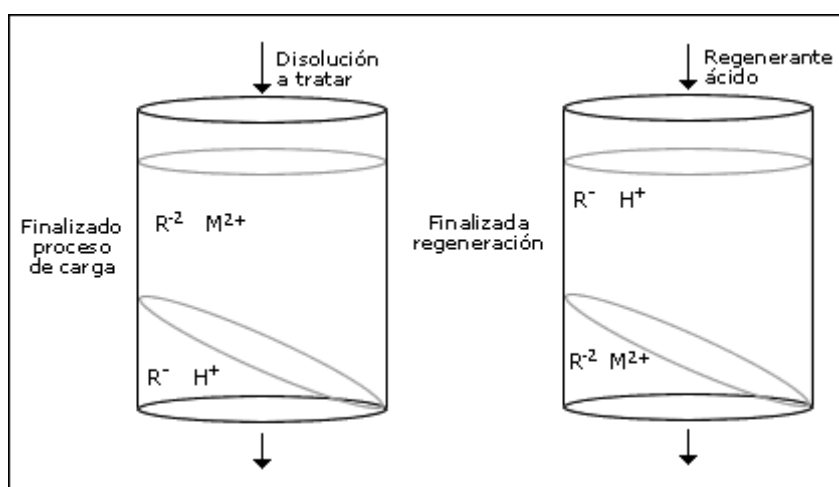


Figura 15. Regeneración equicorriente

2. El regenerante se introduce en dirección opuesta a la disolución de carga, es decir, por la parte inferior de la columna. Este proceso se denomina, proceso en contracorriente (Fig. 16)⁸.

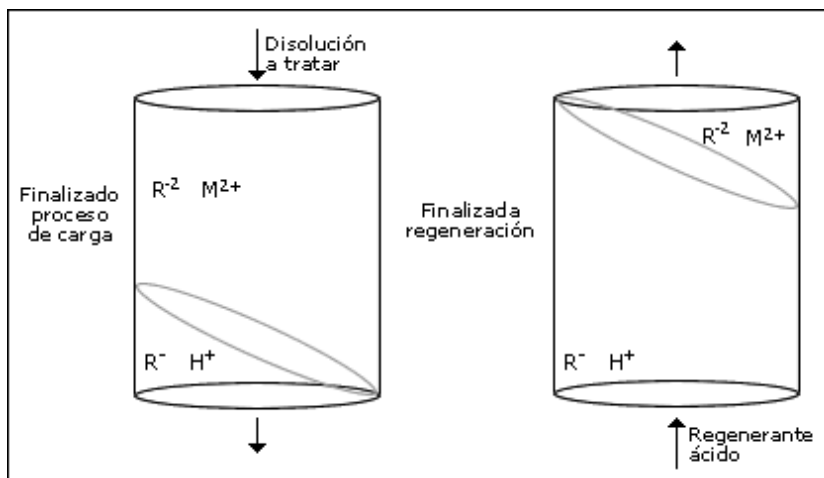


Figura 16. Regeneración contracorriente

El procedimiento más habitual es el primero, ya que supone un equipamiento más barato que el segundo. No obstante, este modo de operación utiliza el regenerante menos eficientemente que el proceso en contracorriente. En éste, al pasar el regenerante de abajo a arriba, se fluidiza el lecho de intercambiador, de manera que se aumenta la superficie de contacto, la regeneración es más rápida y se necesita menos volumen de regenerante⁸.

1.4. Etapas del Proceso de Desmineralización del Agua

a. Ciclo de Regeneración

La regeneración es el intento de revertir las reacciones que ocurren en el ciclo de servicio. Los factores principales que deben considerarse son: La concentración del regenerante, el nivel de regeneración, tiempo de contacto y la temperatura. Estos factores varían dependiendo del tipo de resina, el tipo de regenerante químico, la eficiencia de regeneración y la calidad del agua.

El nivel de regeneración se define como la cantidad de regenerante químico puro aplicado por cada pie cúbico de resina; y la eficiencia de regeneración como la cantidad regenerante puro utilizado por kilogramo de iones removidos¹⁰.

En los sistemas equicorriente (flujo hacia abajo), el regenerante químico entra primero en contacto con los iones que son retenidos con más fuerza en la parte superior del lecho de resina y esto se da usualmente con el regenerante químico a su más alta concentración y menos contaminado para una remoción más efectiva de los iones contaminantes.

El regenerante químico está compuesto de un catión y un anión y solamente uno de los iones del regenerante químico se intercambia por el ión que es removido. El ión desplazado (o contaminante) se combina con el ión de carga opuesta de la solución regenerante provocando que esta se debilite a medida que avanza a través del lecho¹⁰.

La sección del lecho de resina se determina a partir de las velocidades de paso, o carga superficial, admisibles, y el volumen de resina por la duración del ciclo seleccionada. Las velocidades de paso se sitúan entre 5 y 40m/h (ó $m^3/m^2.h$) en operación normal de intercambio. Los lechos mixtos de pulido pueden ir a velocidades más altas, de hasta 60m/h y los lechos mixtos de tratamiento de condensados hasta 120 m/h¹⁰.

Las instalaciones manuales se diseñan para ciclos relativamente largos, de hasta 24h. Para minimizar los costos de mano de obra, pero en sistemas automáticos ciclo de 8h ó menos, permiten reducir la inversión inicial por equipos y resinas¹⁰.

La regeneración va precedida de un fuerte lavado en contracorriente provocando la expansión del hecho para dejar sueltas las partículas de resinas y asegurar su limpieza. Las velocidades del paso del agua de lavado son de 6 a 8m/h para las resinas aniónicas y de 10 a 18m/h para las catiónicas la duración es de 10 a 15min¹⁰.

La regeneración de las aniónicas se realiza con sosa diluida con agua descatiónizada para evitar la precipitación de carbonatos o hidróxidos. Para las resinas conviene hacer el lavado con soluciones calientes para solubilizar la sílice polimerizada. Las velocidades de paso son de 2 a 5 m/h, para las resinas fuertes y de 2 a 8 m/h en las débiles¹⁰.

La regeneración de la resinas catiónicas se realiza con ácido clorhídrico o con sulfúrico. Con el ácido sulfúrico hay que vigilar la posible precipitación de sulfato cálcico, que puede iniciar la regeneración con una disolución superior. Las velocidades de paso son de 2 a 8 m/h en las resinas fuertes y de 4 a 8 m/h en las débiles.

Por último, se realiza un aclarado para desplazar el regenerante residual. Un primer desplazamiento lento se consigue dejando pasar, a continuación de la regeneración sólo el agua de dilución del reactivo, antes de entrar el agua propiamente de lavado.

Los volúmenes de agua de lavado. Necesarios son superiores para las resinas aniónicas, con una duración de lavado de 30 a 60 minutos a las caudales de servicio. Para la misma duración en el lavado de las catiónicas, los caudales serán del orden de la mitad de los servicios.

Los parámetros de funcionamiento de los ciclos de servicio deberán corresponder en último término a las especificaciones de los fabricantes de la resina y a la experiencia del suministrador de la instalación.

El álcali de regeneración es introducido por el distribuidor superior, pasa a través de la resina aniónica y sale por el colector intermedio. Simultáneamente, se evita la contaminación de la resina catiónica bloqueando el álcalis con una corriente de agua que circula desde el distribuidor inferior al colector intermedio.

La regeneración de la resina catiónica es menos problemática y se realiza con la corriente de ácido circulando desde el distribuidor inferior al colector intermedio¹⁰.

b. Lavado Lento

Después de la aplicación del regenerante químico al lecho de resina, existe un volumen de regenerante en el lecho que tiene que ser desplazado para finalizar la regeneración. Este último volumen de regenerante en el lecho de resina es el mejor regenerante que la resina puede tener, dado que no ha sido diluido por el agua que sobra en el lecho de resina al inicio de la regeneración y no tiene mucho desecho o iones contaminantes en él.

Este último volumen de regenerante tiene que ser desplazado a la misma velocidad de flujo de regeneración. Usualmente este desplazamiento se realiza cortando el flujo de regenerante químico y continuando con el flujo de agua de disolución¹¹.

c. Lavado Rápido o Final

El lavado rápido o lavado final se realiza con el objetivo de asentar completamente el lecho de resina además de expulsar las últimas cantidades de regenerante que pueden haber quedado en los lechos de resina en las llamadas áreas “muertas”. Estas son zonas vacías que quedan entre las perlas de resina después de la etapa de retrolavado en las cuales puede acumularse el regenerante. El uso de velocidades de flujo de lavado más alta tiene un efecto de empaquetamiento sobre el lecho de resina, logrando así la eliminación de áreas muertas.

En la mayoría de los casos, el lavado rápido se realiza a la misma velocidad de flujo utilizada en el ciclo de servicio. A esta etapa de lavado también se le dá el nombre de enjuague final debido a que con esta se busca obtener la calidad del agua desmineralizada para iniciar el ciclo de servicio¹⁰.

d. Ciclo de Servicio

Después de que las unidades han sido lavadas hasta una calidad de agua adecuada para iniciar el ciclo de servicio se procede a la producción de agua desmineralizada en un solo paso o a la recirculación (cuando se tiene recirculación) para obtener agua desmineralizada de mejor calidad. Cuando la unidad de intercambio iónico ha estado fuera de servicio y es encendida nuevamente es necesario realizar un enjuague o recircular para asegurar la calidad requerida del agua desmineralizada¹⁰.

Esto se debe a que las condiciones de flujo dinámico han sido cambiadas a condiciones estáticas de no flujo, es decir que se ha permitido que el agua estancada y la resina alcancen el equilibrio, en ese momento se revierte las condiciones de intercambio, es decir que la resina desprende los iones retenidos y se van hacia la solución.

Debe recordarse que esta cadena de eventos puede darse siempre que un sistema de intercambio iónico es detenido en algún momento del ciclo de servicio. La severidad del problema dependerá del tiempo de apagado, el grado de agotamiento, iones particulares involucrados, y el equilibrio que resultará con el tipo de resina de intercambio iónico que está siendo utilizada¹⁰.

e. Recirculación en el Ciclo de Servicio

Cuando el sistema desmineralizador ya está listo para el ciclo de servicio (usualmente cuando la conductividad es de 30 $\mu\text{mhos/cm}$ o menos), la conductividad del agua producida empieza a disminuir hasta llegar a un valor mínimo, que en mucho depende de la calidad inicial del agua, que puede ser menor de 5 $\mu\text{mhos/cm}$ y se mantiene durante un período de tiempo determinado y luego la conductividad tiende a incrementarse nuevamente¹⁰.

Este comportamiento de la conductividad puede modificarse haciendo uso de la técnica de recirculación para obtener agua de una calidad específica que depende del uso final del agua desmineralizada, en el caso que se está tratando, se utilizará la

recirculación para obtener agua con menos de 3 $\mu\text{mhos/cm}$ para la mayoría de los usos en el laboratorio.

La técnica de recirculación consiste en derivar del agua desmineralizada que sale de la unidad aniónica hacia la unidad catiónica de manera que esta sirva como agua de alimentación al proceso. La recirculación se continúa hasta que la calidad deseada del agua es obtenida¹⁰.

f. Ciclo de Retrolavado

Lo que sigue normalmente a un ciclo de servicio será un retrolavado del lecho de la resina. Este ciclo de retrolavado es de considerable importancia para lograr una mejor operación del lecho de resina, y se aplica por las siguientes razones¹¹:

1. Para lograr la expansión del lecho de resina desde su asentamiento y de algunas condiciones de empaquetamiento que pueda resultar del hinchamiento o de la contracción, particularmente después de un largo ciclo de servicio a altas velocidades de flujo.
2. Para limpiar la resina levantando y expulsando la suciedad o partículas de materia suspendida que pueden haber sido filtradas desde el agua de alimentación durante el ciclo de servicio. Los lechos de intercambio iónico son excelentes medios filtrantes debido a que son de tamaño de partículas relativamente pequeñas; y como estas poseen cargas iónicas, similares a los floculantes polielectrolíticos, que pueden coagular partículas extremadamente

finas que no son removidas por un pretratamiento de filtración. La acción friccional de las perlas de resina entre unas y otras durante el retrolavado ayuda a remover materiales que pueden haber revestido la resina.

3. Para remover las resinas o partículas de resinas quebradas. Las finas son definidos como aquellas de 50 mesh (0.297mm o 0.0117plg de diámetro) o más pequeños. Las resinas tienden a dañarse físicamente en función del tiempo y uso, es necesario remover estas finas de resina para mantener buenas condiciones hidráulicas del lecho de resina y para prevenir la canalización y caída de presión.
4. Para clasificar el lecho de resina con perlas más grande en la parte inferior y las resinas más finas en la parte superior del lecho. Esta clasificación, de acuerdo al tamaño de la perla proporciona las mejores condiciones para un flujo uniforme de los regenerantes, flujo de lavado, y flujo de servicio a través de toda el área del lecho de resina.

Las condiciones para el retrolavado varían con cada tipo de resina debido a sus distribuciones del tamaño de partícula, diferencias en la densidad de las partículas, y posibles diferencias en los tamaños de las partículas. Las resinas catiónicas generalmente tienen más alta densidad que las resinas aniónicas y por lo tanto requieren una velocidad superficial lineal más alta para obtener la expansión deseable del lecho de resina (40 a 50%) que para la resina aniónica (70 a 100%).

En el retrolavado de los lechos de resina es muy deseable mantener restringida la presión para controlar el flujo en la salida o en la línea de descarga. Esto impide que se descargue algo de aire o gas desde el agua de retrolavado en el lecho de resina. Cualquier burbuja de gas podría unirse a las perlas de resina y provocar que estas floten; y aunque fuesen esferas de buen tamaño, podrían ser expulsadas de la unidad¹⁰.

El tiempo de retrolavado dependerá de la cantidad de impurezas presente en el lecho de resina y el retrolavado deberá continuar hasta que la descarga esté limpia y clara. Normalmente, de 10 a 15 minutos es suficiente, pero podría haber casos extremos donde 20 a 30 minutos pueden ser requeridos. Si tiempos más largos que estos fuesen necesarios, procedimientos especiales de limpieza podrían ser considerados.

Los tipos de agua utilizadas en ciclo de retrolavado pueden ser de importancia. Tal es el caso de las resinas aniónicas de base fuerte, donde el uso del agua dura podría causar precipitación de calcio y magnesio en el lecho de la resina aniónica debido al alto pH del lecho de resina parcialmente agotada; en este caso agua descationizada (que proviene de la resina catiónica de ácido fuerte en forma de hidrógeno) deberá ser utilizada¹⁰.

1.5. Tipos de Resinas.

Las resinas empleadas hoy en día son sintéticas, basadas en un copolímero de estireno-divinilbenceno, tratado apropiadamente para añadirle los grupos funcionales.

La sulfonación da lugar a resinas catiónicas y la aminación a resinas aniónicas. Algunas resinas tienen una matriz acrílica en lugar de estirénica, u otros grupos polimerizantes (epoxi).

Existen cuatro tipos de resina principales:

1. Catiónica fuerte (CF)
2. Catiónica débil (CD)
3. Aniónica fuerte (AF)
4. Aniónica débil (AD)

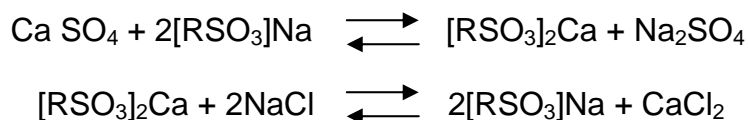
La diferencia más importante es que las resinas fuertes operan a cualquier pH, pero tiene una capacidad más limitada que las débiles y deben regenerarse más frecuentemente. Su regeneración es ineficiente e implica un alto costo de regenerantes. En cambio, las resinas de carácter débil, además de mayor capacidad, se regeneran casi estequiométricamente, es decir, con un exceso mínimo regenerantes, pero operan dentro de pH limitados y no captan todos los iones¹².

1.5.1. Resinas Catiónicas Fuertes (CF)

Son capaces de eliminar todos los cationes del agua. Presentan una máxima selectividad para los cationes trivalentes, intermedia para los divalentes e inferior para los monovalentes. Se emplea en el ablandamiento en ciclo sódico, regenerando con NaCl, la velocidad de intercambio es rápida y de poca fuga iónica. Son resinas muy estables y pueden durar hasta veinte años y más en el ablandamiento se regenera con solución de NaCl al 10%, empleando de 100 a 300g de NaCl por litro.

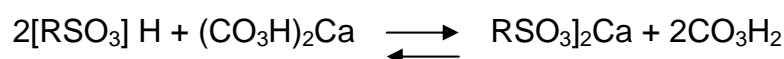
Se hincha poco, menos del 8%, al pasar de la forma de Na⁺ a la H⁺. Las resinas catiónicas aguantan temperaturas altas de más de 100°.

Reacciones:



1.5.2. Resinas Catiónicas Débiles (CD)

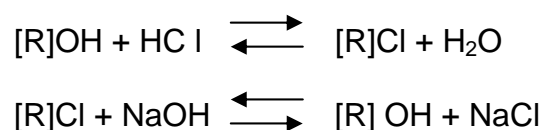
Captan el calcio y magnesio de alcalinidad bicarbonatada, liberando ácido carbónico.



El ácido carbónico se puede eliminar de forma simple y barata por desgasificación mediante aeración. No operan a pH inferior a 7, necesitando una acción tamponante. Su capacidad es aproximadamente el doble de la catiónica fuerte y, aunque su fuga de calcio es baja, es alta de sodio. Incluso se puede emplear en su regeneración el exceso de ácido usado en la regeneración de la catiónica fuerte. Su hinchamiento al pasar de forma Na⁺ a H⁺ es alta, del orden del 90% también son más resistentes a los oxidantes como el cloro¹².

1.5.3. Resinas Aniónicas Fuertes (AF)

Son capaces de eliminar todos los aniones de ácidos débiles o fuertes operando a cualquier pH.



Su selectividad para los aniones divalentes es superior a los monovalentes. Son menos estables que las homólogas catiónicas, su duración bastante inferior y resisten temperaturas límites inferiores. Absorben irreversiblemente los ácidos húmicos de descomposición vegetal, perdiendo capacidad para su protección se puede usar una columna previa de resina aniónica débil o de carbón activo.

Las resinas eliminan mucho mejor la sílice y dan mas calidad de agua pero también son más difíciles de regenerar. El hinchamiento al pasar a formar OH^- es inferior al 12%. Las temperaturas máximas que resisten van de 35 a 60°.

1.5.4. Resinas Aniónicas Débiles (AD)

Eliminan los aniones de los ácidos fuertes Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^- pero no los ácidos débiles CO_3^{2-} , CO_3H^- , SiO_3H^- y no funcionan a pH superior a 6. Su capacidad es el doble de aniónica fuertes y resisten al ensuciamiento orgánico. Su hinchamiento es del orden del 20% en forma OH^- . Aunque no eliminan el carbónico o la sílice, son útiles situadas después de una catiónica fuerte para disminuir el costo de regenerantes y proteger las aniónicas fuertes de la materia orgánica. Y hasta eliminar el color del agua¹².

1.6. Calidad del Agua

La calidad de Agua es determinada por mediciones de varias características físicas, químicas, y/o biológicas. Los resultados de las mediciones usualmente son comparados con estándares o criterios de calidad del agua en orden a juzgar la adecuación del agua. Hay varias series diferentes de criterios, dependiendo del uso

esperado del agua; un agua que satisface los criterios para un uso particular no necesariamente cumplirá los criterios para otros usos.

Dado que en cualquier proceso de tratamiento de aguas la materia prima es agua, y el producto también lo es; al hablar de calidad del agua debe definirse si se está haciendo referencia a las condiciones iniciales o finales del proceso. De esta manera se tendrá una calidad inicial del agua y una calidad del agua producto.

a. Calidad Inicial del Agua

Puede decirse que la calidad inicial de una fuente de agua particular está definida por el conjunto de impurezas orgánicas e inorgánicas, que esta tenga.

La cantidad de impurezas en el agua depende de factores geográficos, geológicos, contaminación industrial, etcétera; por lo tanto la calidad del agua varía de un lugar a otro. Debido a esto no es posible establecer parámetros de la calidad inicial de las diferentes fuentes de agua natural; más bien lo que se hace en la práctica es reportar las características del agua que sean más importantes para un proceso industrial o de tratamiento en particular.

b. Calidad del Agua Producto

La calidad del agua producto depende específicamente del uso final que el agua va a tener. En el caso que se está tratando el agua producto se utilizará para los diferentes usos en un laboratorio. Es decir, para la preparación de reactivos, para la realización de análisis químicos, para lavar el material de vidrio, etc. Uno de los

aspectos más importantes es la preparación del Agua grado reactivo o Agua calidad reactivo¹⁰.

Calidad de Agua para Reactivos

Existen varios patrones de calidad del agua para análisis todos ellos basados en los niveles de contaminantes (ver Anexo 12).

Utilizar agua de Tipo I en los métodos analíticos que requieran un mínimo de interferencias y desviación y un máximo de precisión. El agua de Tipo II está destinada a proporcionar al usuario un agua en que sea admisible la presencia de bacterias. Se utiliza para la preparación de reactivos, colorante o tinciones.

El agua Tipo III puede utilizarse para la limpieza de material de vidrio o como agua de alimentación para la producción de agua de mayor nivel de calidad.

El agua para análisis de Tipo I, con una resistividad mínima de 10 megaohm/cm a 25°, se prepara mediante destilación, desionización o tratamiento con osmosis inversa del agua de alimentación, seguidos de acabado con un lecho mixto desionizador y paso a través de un filtro de membrana de 0.2 µm de poros. También puede tratarse con osmosis inversa seguida de adsorción con carbón y desionización.

El agua Tipo II se produce mediante destilación o desionización. Su resistencia debe ser >1 megaohm/cm a 25°. Hay que adoptar las mismas precauciones al hacer las determinaciones de los contaminantes. El agua de Tipo III debe tener una

resistividad mínima de 0.1megaohm/cm (ver anexo 12). En el anexo 12 se enumeran otros contaminantes del agua para reactivos.

El pH del agua del tipo I y II no puede medirse de manera exacta sin contaminarse. El agua de Tipo I no puede ser almacenada sin que sufra una degradación significativa, por lo que debe producirse de manera continua y consumirse de inmediato.

El agua de tipo II puede conservarse, pero hay que procurar que su almacenamiento dure el menor tiempo posible y que mantenga la calidad adecuada al uso que se le va a dar. Conservar solo en material que la protejan de la contaminación como el Politetrafluoretileno (TFE) y el vidrio para análisis orgánico o plástico para análisis de metales. El agua de Tipo III se conservará en materiales que la protejan de la contaminación¹.

CAPITULO II
DISEÑO METODOLÓGICO

2.0. DISEÑO METODOLÓGICO

1. Investigación Bibliográfica.

Se realizaron las Investigaciones Bibliográficas en:

- a. Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.
- b. Facultad de Ingeniería y Arquitectura de la Universidad de El Salvador.
- c. Universidad Salvadoreña Alberto Masferrer.
- d. Universidad Nueva San Salvador.
- e. Universidad Centroamericana José Simeón Cañas, Biblioteca Florentino Idoate.
- f. Centro de Documentación e Información en Salud. Organización Panamericana de la Salud.
- g. Direcciones electrónicas (Internet).

2. Investigación de Campo.

Se visitaron las instalaciones de Administración Nacional de Acueductos y Alcantarillados (ANDA); Consejo Nacional de Ciencias y Tecnología, (CONACYT); LABORATORIO QUÍMICO DE ESPECIALIDADES INDUSTRIALES, S.A. de C.V. ESPINSA.

Se levantó un flujo de funcionamiento del equipo desmineralizador de agua ubicado en la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.

3. Investigación de Laboratorio.

Tipo de Estudio: Método probabilístico estratificado y experimental.

Universo: El agua que entra y sale del tanque de almacenamiento de agua desmineralizada de la Facultad de Química y Farmacia con capacidad de 318 galones.

Muestreo: Diferentes puntos de toma de muestra distribuidos de la siguiente forma (ver anexo 6):

- a. Tanque de abastecimiento.
- b. Después del filtro.
- c. Dispensador de agua desmineralizada.
- d. Recipientes de almacenamiento de agua desmineralizada para uso de las diferentes prácticas.

Se tomaron muestras por duplicado durante ocho semanas. Con un intervalo de cada hora y media, el cual se recolectaron en frascos de polietileno con capacidad de un galón.

Muestra: Dos galones de agua, tomada de los diferentes puntos de toma de muestra originando una mezcla compuesta.

Recolección de Muestras⁵

1. Lavado del Recolector

- a. Abrir el grifo del Afluente.
- b. Llenar un tercio del frasco con agua.
- c. Agitar.
- d. Descartar el agua.
- e. Lavar con un detergente neutro (extran MA O2).
- f. Agitar.
- g. Descartar el detergente.
- h. Llenar el frasco con agua.
- i. Agitar.
- j. Descartar el agua.
- k. Repetir paso h, i, j, hasta eliminar el detergente.
- l. Enjuagar con Agua Destilada
- m. Dejar Secar

2. Toma de muestra⁵

- a. Abrir el grifo (puntos de toma de muestra, ver anexo 6).
- b. Dejar correr el agua por cinco minutos.
- c. Llenar un tercio del frasco con agua a examinar.
- d. Agitar.
- e. Descartar el agua.
- f. Llenar nuevamente hasta un tercio de su capacidad.
- g. Agitar.

- h. Descartar el agua.
- i. Llenar el frasco.
- j. Tapar el frasco.
- k. Etiquetar (ver anexo 7).

4. Equipo, Material y Reactivos. Ver anexo 1

5. Parte Experimental

a. Determinación de la Alcalinidad¹

Método de Titulación

Procedimiento:

1. Tomar 25 mL de muestra y diluir con agua destilada hasta un volumen de 50 mL en un erlenmeyer de 125 mL.
2. Adicionar unas gotas de solución de fenolftaleína y si se observa la aparición de un color rosado en la solución, indica que dicha muestra posee un pH mayor de 8.3.
3. Titular con Solución Titulante de ácido sulfúrico 0.02 N.
4. Posteriormente se le agregan unas gotas de indicador mixto de Rojo de metilo y Verde de bromo cresol.
5. Titular de nuevo con ácido sulfúrico hasta la aparición de un color salmón que indica el punto final del análisis.
6. Anotar el volumen utilizado, para determinar la alcalinidad total de carbonatos y bicarbonatos.

7. Si la coloración no aparece con la solución de fenolftaleína indica que la muestra posee un pH debajo de 8.3 y solamente se hará una titulación y esa será la alcalinidad total.

Cálculos

La alcalinidad total cuando hay solamente un punto de titulación se determina como sigue:

$$\text{Alcalinidad mg/L CaCO}_3 = \frac{A \times N \times 50000}{\text{mL. Muestra}}$$

Donde:

A = mL gastados del ácido sulfúrico.

N = Normalidad real del ácido sulfúrico.

50000 = mg/L de CaCO₃

Si la titulación es en dos etapas, se utilizan dos volúmenes de ácido, uno hasta la decoloración de la solución de fenolftaleína y el otro hasta que aparezca el color salmón del indicador mixto:

$$\text{Alcalinidad total; mg/L CaCO}_3 = \frac{(2B - C) \times N \times 50000}{\text{mL. Muestra}}$$

Donde:

B = mL de titulante para primer viraje.

C = Total mL de titulante para el segundo viraje.

N = Normalidad real del ácido sulfúrico.

50000 = mg/L de CaCO₃

b. Determinación de cloruros¹

Método Argentométrico

Procedimiento:

Preparación de la muestra:

1. Utilizar una muestra de 100mL.
2. Sí la muestra tiene mucho color añadir 3mL de suspensión de hidróxido de aluminio al 1.25 % p/v.
3. Mezclar, dejar sedimentar.
4. Filtrar.
5. Sí hubiera sulfuro, sulfito o tiosulfato presente, añadir 1mL de Peróxido de Hidrógeno 30% v /v, agitar durante un minuto.

Titulación:

1. Medir 100mL de muestra y colocar en un erlenmeyer.
2. Valorar directamente la muestra con pH entre 7 y 10.
3. Ajustar el pH a 7 ó 10 con ácido sulfúrico 1 N o hidróxido de sodio 1 N, si no estuviera en esa zona.
4. Agregar 1mL de la solución indicadora de cromato de potasio.
5. Titular con solución titulante de nitrato de plata 0.0141N hasta un punto final de color café oscuro.
6. Realizar un blanco.

Cálculos

$$\text{mg Cl}^-/\text{L} = \frac{(A - B) \times N \times 35450}{\text{mL muestra}}$$

Donde:

A = mL gastados de la solución de nitrato de plata para la muestra.

B = mL gastados de la solución de nitrato de plata para el blanco.

N = normalidad real de la solución de nitrato de plata.

35450 = mg/L de Cloruros

c. Determinación de Conductividad¹

Procedimiento:

1. Ambientar la celda con la muestra analizar.
2. Agregar la muestra en la celda evitando que queden burbujas ya que puede provocar error en la lectura.
3. Presionar el botón para la lectura de la muestra.
4. El valor obtenido en la pantalla del equipo se multiplica por el valor de la escala en la cual se está leyendo.
5. Lavar la celda con agua bidestilada.

Cálculos

Si el instrumento da lecturas en conductancia:

$$\text{Conductividad} = \text{Conductancia} \times k$$

k = Constante de la celda (Ver especificaciones del equipo).

Si el instrumento da lecturas en conductividad, anotar el valor tal como se observa en la escala.

Para ambos casos el valor de la conductividad está en microSiemen/cm; referido a una temperatura de 25 °.

d. Determinación de Dureza¹

Método por titulación con Ácido Etilendiaminotetracético (EDTA).

Titulación de muestras:

1. Diluir 25mL de muestra hasta 50mL con agua destilada en un erlenmeyer.
2. Agregar 1mL de solución buffer pH 10 (ver anexo 2).
3. Agregar una o dos gotas de la solución indicadora de Negro Eriocromo T.
4. Titular con solución estándar de EDTA 0.01 M poco a poco hasta que desaparezcan los últimos matices rojizos.
5. El punto final debe ser de color azul.
6. La ausencia de un cambio de color de un punto final en la titulación suele significar la necesidad de añadir un inhibidor en este punto.

Cálculos

$$\text{Dureza (EDTA) como mg/L de CaCO}_3 = \frac{A \times B \times 1000}{\text{mL muestra}}$$

Donde:

A = mL gastados de solución estándar de EDTA para la muestra.

B = Molaridad real del la solución estándar de EDTA.

1000 = mg/L de CaCO₃

e. Determinación de Hierro¹

Espectrofotómetro de Absorción Atómica

Método directo de llama de Aire-Acetileno

Procedimiento:

1. Preparación de la muestra.

La preparación de la muestra requerida depende de la necesidad de medir únicamente los metales disueltos o los metales totales.

Si los que se han de determinar son los metales disueltos, véase la sección 3030 B (ver anexo 13) para preparación de muestra. Si se han determinar los metales totales o los extraíbles con ácidos, véase sección 3030 C a J. (ver anexo 13). En todas las muestras hay que cerciorarse de que las concentraciones de ácidos y modificadores de la matriz son iguales en muestras y patrones.

Cuando se determina Calcio o Magnesio, diluir y mezclar 100 mL de muestra o patrón con 10 mL de solución de lantano (ver anexo 13 apartado 3f) antes de la atomización.

Cuando se determina Hierro o Manganeso, mezclar 100 mL con 25 mL de solución de Calcio (ver anexo 13 apartado 3d) antes de la aspiración. Alternativamente, utilizar volúmenes más pequeños.

2. Funcionamiento del instrumento.

Debido a las diferencias entre las diversas formas y modelos de espectrómetros de absorción atómica, no es posible formular instrucciones aplicables a cada instrumento. Véase al respecto el manual de funcionamiento de cada fabricante.

3. Estandarización.

Seleccionar al menos tres concentraciones de cada solución patrón de metal (ver anexo 13 apartado 3j) para establecer límites para la concentración esperada del metal de una muestra. Hágase aspirar un blanco y pongase a cero el instrumento. Hágase aspirar por el capilar del equipo cada patrón sucesivamente.

Preparar una curva de calibración trasladando a un papel de grafica lineal la absorbancia de los patrones en función de sus concentraciones. Este paso no es necesario en instrumentos equipados con lectura directa de las concentraciones. Existen algunos instrumentos en los que pueden necesitarse convertir el tanto por ciento de absorción en absorbancia utilizando una tabla proporcionada generalmente por el fabricante. Trazar una curva de calibración de Calcio y Magnesio con la concentración original de los patrones antes de dilución con solución de lantano. Trazar curvas de calibración de Hierro y Manganeso con la concentración original de los patrones antes de la dilución con solución de Calcio. Trazar una curva de calibración de Cromo con la concentración original del patrón antes de la adición H_2O_2 .

4. Análisis de muestras.

Lavar el nebulizador aspirando agua, con 0.15% v/v de HNO_3 .

Atomícese un blanco y ajustar a cero el instrumento. Atomícese la muestra y leer a una longitud de onda de 248 nm.

Cálculos:

Debido a que este método se realizó en un laboratorio certificado de la cual se preparó una curva de calibración con estándares de Fe (0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 mg/L) Y se obtuvo los resultados de forma directa a través de un software conectados al equipo.

f. Determinación de pH¹**Método Potenciométrico****Procedimiento:****Calibración del Medidor de pH**

1. Se debe seguir las instrucciones del fabricante en relación al cuidado y operación del instrumento y los accesorios. Observar las precauciones generales, se mojan los electrodos de vidrio y de referencia de calomel nuevos y se le prepara para su uso de acuerdo a las instrucciones del fabricante.
2. Lavar los electrodos con agua destilada libre de Dióxido de Carbono.
3. Secar bien los electrodos con toalla de papel suave.
4. Llenar un beaker con el volumen adecuado a la solución amortiguadora de fosfato de pH 6.9.
5. Introducir los electrodos en la solución hasta que los bulbos estén sumergidos y libre de burbujas de aire adheridas.
6. Leer la temperatura de la solución amortiguadora con un termómetro.
7. Ajustar el dial de temperatura del medidor de pH a la temperatura de la solución amortiguadora a 25°.
8. Encender el medidor de pH.

9. Ajustar el instrumento al valor de pH de la solución amortiguadora patrón.
Asegurar que las agujas estén estables.
10. Volver el instrumento a la posición de reposo, levantar los electrodos hasta que estén libres de la solución amortiguadora patrón y reemplazar el beaker de esta solución con un beaker para residuo.
11. Enjuagar los electrodos con agua destilada libre de Dióxido de Carbono y secar como describe los pasos (3).
12. Continuar con el paso (6 ó 14) dependiendo de la precisión deseada o la estabilidad del instrumento.
13. Elegir el amortiguador de bisfalato de pH 4 si la muestra de agua va a estar por debajo de pH 7 o el amortiguador de borato de pH 9 si la muestra va a estar por encima de éste pH.
14. Repetir los pasos (4 al 12) si considera aceptable una lectura de pH con la segunda solución amortiguadora cuando difieren en menos de ± 0.05 unidades de pH del valor anotado para la temperatura estipulada.

Determinación de la muestra

1. Encender el instrumento y se mantiene preparado.
2. Enjuagar los electrodos con la solución amortiguadora patrón y reemplazar el beaker de la solución por el beaker (descarte).
3. Enjuagar los electrodos con agua destilada y secarlos, luego enjuagar con una pequeña cantidad de la muestra.
4. Llenar el beaker limpio con el volumen adecuado de la muestra.
5. Sumergir los electrodos y la muestra de agua hasta sumergir las áreas sensoras.

6. Leer la temperatura de la muestra de agua a 25°.
7. Ajustar el dial de temperatura a la que tiene la muestra de agua y encender el medidor de pH.
8. Leer el pH de la muestra, en la escala, asegurar que las agujas hayan alcanzado estabilidad.
9. Lavar los electrodos con agua destilada libre de CO₂
10. Volver el instrumento a la posición de reposo.
11. Repetir los pasos (2 al 10) cuando se va a determinar muestras de agua adicionales.

g. Determinación de Sílice¹

Espectrofotómetro de Absorción Atómica

Método directo de llama de Oxido Nitroso –Acetileno

Procedimiento:

1. Preparación de la Muestra.

La preparación de la muestra requerida depende de la necesidad de medir únicamente los metales disueltos o los metales totales.

Si los que se han de determinar son los metales disueltos véase la sección 3030 B (ver anexo 13) para preparación de muestras. Si se han de determinar los metales totales o los extraíbles con ácidos, véase sección 3030 C a J. (ver anexo 13). En todas las muestras hay que cerciorarse de que las concentraciones de ácido y modificadores de la matriz son iguales en muestras y patrones.

Cuando se determinan Calcio o Magnesio, diluir y mezclar 100 mL de muestra o patrón con 10 mL de solución de lantano (ver anexo 13 apartado 3f) antes de la atomización. Cuando se determinan Hierro o Manganeso, mezclar 100 mL con 25 mL de solución de Calcio (ver anexo 13 apartado 3d) antes de la aspiración. Alternativamente, utilizar volúmenes más pequeños.

2. Funcionamiento del Instrumento.

Debido a las diferencias entre las diversas formas y modelos de espectrómetros de absorción atómica, no es posible formular instrucciones aplicables a cada instrumento. Véase al respecto el manual de funcionamiento de cada fabricante.

Véase sección 3111B.4b. (ver anexo 13). Después de ajustar la longitud de onda, instálese una cabeza de quemador de óxido nitroso. Conéctese el acetileno (sin encender la llama) y ajustar la velocidad de flujo al valor especificado por el fabricante para una llama de óxido nitroso – acetileno.

3. Estandarización.

Seleccionar al menos tres concentraciones de solución patrón del metal (ver anexo 13 apartado 3k) con objeto de fijar límites para la concentración esperada de metal en una muestra. Aspírese por el capilar del equipo cada patrón. Registrar las absorbancias. Cuando se trata de Aluminio, Bario y Titanio, añadir 2 mL de solución de cloruro de potasio 25% p/v a 100 ml del patrón antes de la aspiración.

Para Molibdeno y Vanadio añadir 2 ml de Solución de Nitrato de Aluminio a 100 mL del patrón antes de la aspiración.

La mayoría de los instrumentos modernos van equipados con microprocesadores y lectura de salida digital que permite la calibración en términos directos de concentración. Si el instrumento no va equipado de esta forma, elaborar una curva de calibración llevando a un papel de gráficas lineales la absorbancia de los patrones en función de la concentración. Trazar curvas de calibración para Aluminio, Bario y Titanio basados en la concentración original del patrón antes de añadir solución de cloruro de potasio 25% p/v. Para Molibdeno y Vanadio, trazar curvas de calibración basadas en la concentración original de los patrones antes de añadir la solución de Nitrato de Aluminio.

4. Análisis de muestras.

Lavar el atomizador aspirando agua que contiene 0.15% v/v de HNO_3 y póngase a cero el instrumento. Atomizar se una muestra y leer a una longitud de onda de 251.6nm.

Para las determinaciones de Aluminio, Bario y Titanio, añadir 2 mL de solución de cloruro de potasio 25% p/v a 100 mL de la muestra antes de la atomización. Para Molibdeno y Vanadio, añadir 2 mL de solución de Nitrato de Aluminio a 100 mL de muestra antes de la atomización.

Cálculos:

Debido a que este método se realizó en un laboratorio certificado de la cual se preparó una curva de calibración con estándares de Si (25, 50, 75, 100 mg/L).

Y se obtuvo los resultados de forma directa a través de un software conectados al equipo.

Método del Azul Heteropoli¹

Procedimiento:

1. Desarrollo del color.

Añadir 50 mL de muestra, en sucesión rápida: de 1.0 mL de HCl (1 + 1) y 2.0 mL del reactivo molibdato amónico. Mezclar invirtiendo seis veces, por lo menos, y dejar reposar durante 5 a 10 minutos. Añadir 2.0 mL de solución de ácido oxálico 7.5% p/v y mezclar completamente. Medir el tiempo a partir de la adición de ácido oxálico 7.5 % p/v, esperar, por lo menos, 2 minutos, pero no más de 15; añadir 2.0 mL de agente reductor, y mezclar totalmente. Al cabo de 5 minutos, medir el color azul fotométrica o visualmente. Si se utiliza el tratamiento preliminar con NaHCO₃, calidad reactivo. Sígase 4500-Si.D.4b (ver anexo 13).

2. Medida fotométrica.

Preparar una curva de calibrado a partir de una serie de seis patrones aproximadamente, para cubrir el rango óptimo indicado en la tabla 4500-Si:I (Ver anexo 13). Realizar los pasos descritos anteriormente sobre porciones adecuadas de solución patrón de sílice diluida a 50.0 mL en tubos Nessler; trátense los patrones previamente si se emplea la digestión de NaHCO₃ (ver anexo 13 sección 4500-Si.D.4b). Ajustar el fotómetro a absorbancia cero con agua destilada y leer todos los patrones, incluso el blanco de reactivos, frente a agua destilada. Si fuera necesario corregir el color o turbidez de una muestra, (ver anexo 13 secciones 4500-Si.D.4b). Añadir al blanco especial HCl (1+1) y ácido oxálico 7.5% p/v, pero no molibdato o agente reductor. Leer a una longitud de onda 815nm. Llevar un blanco de reactivos,

y, por lo menos, un patrón con cada grupo de muestras para comprobar la curva de calibrado.

Cálculos:

Debido a que este método se realizó en un laboratorio certificado de la cual se preparó una curva de calibración con estándares de Si (0,2, 0,5, 1 mg/L)

Y se obtuvieron los resultados de forma directa a través de un software conectado al equipo.

e. Determinación de sólidos totales secados a 103-105°¹

Procedimiento:

1. Preparación de las cápsulas de porcelana:

- a. Lavar la cápsula de porcelana.
- b. Secar la cápsula de porcelana a 103-105° por una hora en estufa.
- c. Colocar la cápsula en un desecador para enfriar.
- d. Pesar en balanza analítica la cápsula hasta peso constante.

2. Análisis de la muestra:

- a. Seleccionar un volumen de muestra que pueda producir un residuo entre 2.5 y 200.0 mg.
- b. Pipetear volumétricamente una cantidad de volumen de la muestra bien mezclada y colocar en la cápsula y evaporar hasta sequedad en un baño de vapor. Si es necesario adicionar porciones sucesivas de la muestra en la misma cápsula, después de la evaporación.

- c. Secar, el residuo de la muestra como mínimo una hora en una estufa a 103-105°.
- d. Enfriar la cápsula en un desecador, para equilibrar la temperatura y pesar.
- e. Repetir el ciclo del secado, enfriamiento, desecación y pesado, hasta obtener un peso constante.
- f. Pesar en balanza analítica la muestra desecada, estar alerta al cambio del peso, debido a la exposición del aire y/o la degradación de la muestra.

CÁLCULOS

$$\text{sólidos totales } \frac{\text{mg}}{\text{L}} = \frac{(A - B) \times 1000}{\text{mL de Muestra}}$$

Donde:

A = Peso de residuo seco más cápsula (g).

B = Peso de la cápsula (g).

CAPITULO III RESULTADOS

3.0 RESULTADOS

A partir de los análisis Físico – Químico (pH, conductividad, alcalinidad, dureza, cloruros, hierro, sílice y sólidos totales) realizados a muestras de agua tomada antes, durante y después del proceso de desmineralización tenemos los siguientes resultados:

Tabla No. 3 PROMEDIO DE ALCALINIDAD

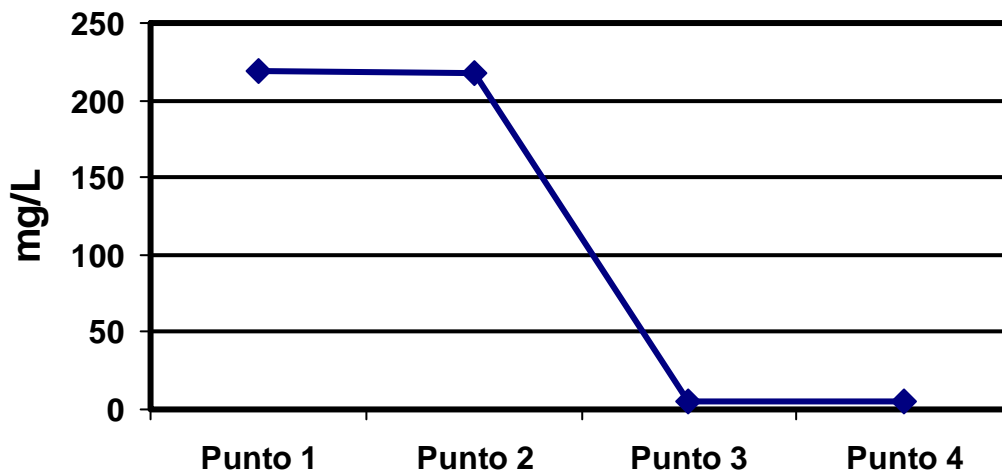
PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		UNIDADES	PROMEDIO
1	Tanque de Abastecimiento	mg/L	219.39
2	Después del Filtro	mg/L	218.20
3	Dispensador de Agua Desmineralizada	mg/L	5.14
4	Recipiente de Almacenamiento de Agua Desmineralizada	mg/L	5.32

Cálculos: (ver anexo 14)

$$\text{Alcalinidad mg/L CaCO}_3 = \frac{A \times N \times 50000}{\text{mL. Muestra}}$$

$$\text{Alcalinidad mg /L CaCO}_3 = \frac{6.43\text{mL} \times 0.0196 \times 50000}{25 \text{ mL.}}$$

$$\text{Alcalinidad mg/ L CaCO}_3 = 251.86$$



PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA
GRÁFICA No. 1 PROMEDIO DE ALCALINIDAD

Tabla No. 4 PROMEDIO DE CLORUROS

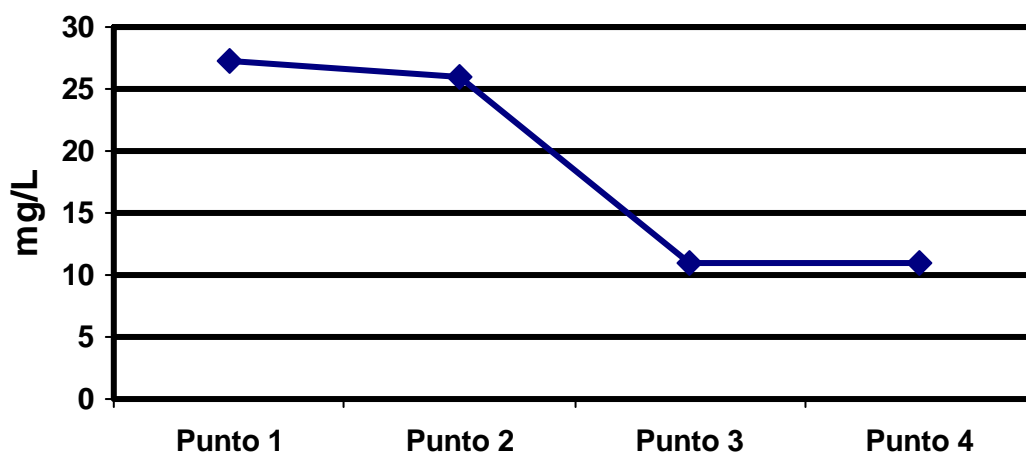
PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		UNIDADES	PROMEDIO
1	Tanque de Abastecimiento	mg/L	27.18
2	Después del Filtro	mg/L	25.98
3	Dispensador de Agua Desmineralizada	mg/L	10.90
4	Recipiente de Almacenamiento de Agua Desmineralizada	mg/L	10.98

Cálculos: (ver anexo 14)

$$\text{mg Cl}^-/\text{L} = \frac{(A - B) \times N \times 35450}{\text{mL muestra}}$$

$$\text{mg Cl}^-/\text{L} = \frac{(5.30 - 0.15\text{mL}) \times 0.01409 \times 35450}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{mg Cl}^-/\text{L} = 25.72$$



PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA
GRAFICA No. 2 PROMEDIO DE CLORUROS

Tabla No. 5 PROMEDIO DE CONDUCTIVIDAD

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		UNIDADES	PROMEDIO
1	Tanque de Abastecimiento	mmhos/cm	471.87
2	Después del Filtro	mmhos/cm	446.87
3	Dispensador de Agua Desmineralizada	mmhos/cm	3.68
4	Recipiente de Almacenamiento de Agua Desmineralizada	mmhos/cm	6.98

Cálculos: (ver anexo 14)

Conductividad = conductancia x K

Conductividad = 0.6 x 1000

Conductividad = 600 mmhos/ cm

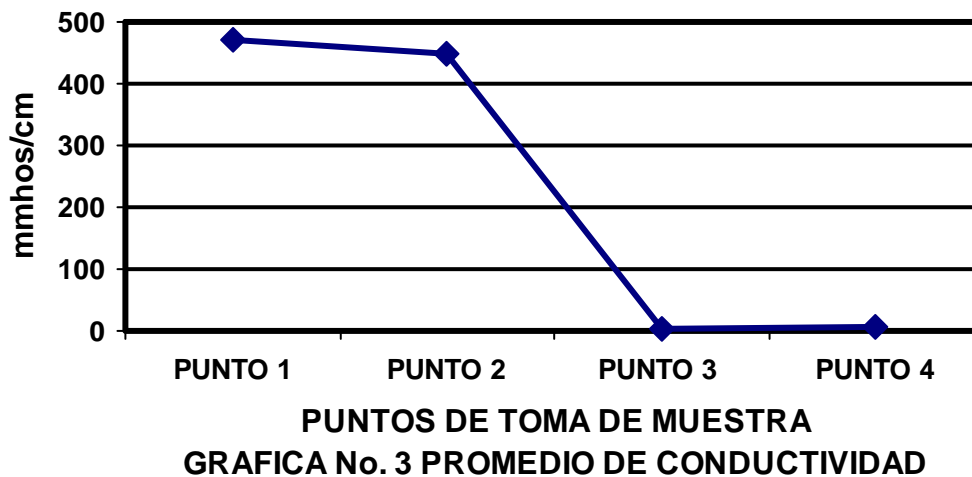


Tabla No. 6 PROMEDIO DE DUREZA

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		UNIDADES	PROMEDIO
1	Tanque de Abastecimiento	mg/L	3.55
2	Después del Filtro	mg/L	3.42
3	Dispensador de Agua Desmineralizada	mg/L	0.04
4	Recipiente de Almacenamiento de Agua Desmineralizada	mg/L	0.04

Cálculos: (ver anexo 14)

$$\text{Dureza (EDTA) como mg/L de CaCO}_3 = \frac{A \times B \times 1000}{\text{mL muestra}}$$

$$\text{Dureza (EDTA) como mg/L de CaCO}_3 = \frac{14.00 \times 0.0103 \times 1000}{25 \text{ mL}}$$

$$\text{Dureza (EDTA) como mg/L de CaCO}_3 = 5.77$$

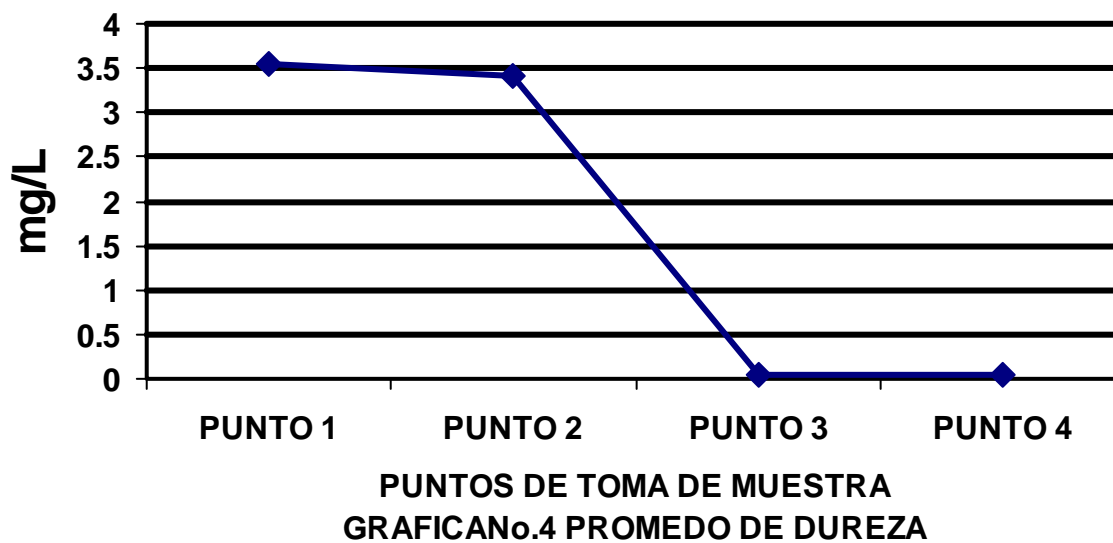


Tabla No. 7 PROMEDIO DE HIERRO

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		UNIDADES	PROMEDIO
1	Tanque de Abastecimiento	mg/L	0.04
2	Después del Filtro	mg/L	0.01
3	Dispensador de Agua Desmineralizada	mg/L	0.1
4	Recipiente de Almacenamiento de Agua Desmineralizada	mg/L	0.06

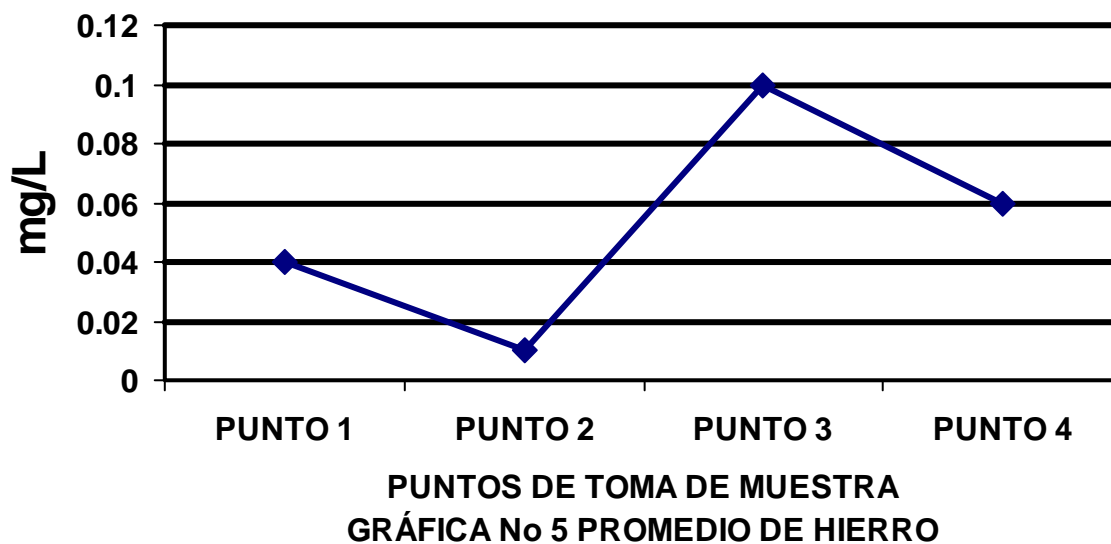


Tabla No. 8 PROMEDIO DE pH

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		PROMEDIO
1	Tanque de Abastecimiento	7.15
2	Después del Filtro	7.24
3	Dispensador de Agua Desmineralizada	5.83
4	Recipiente de Almacenamiento de Agua Desmineralizada	5.83

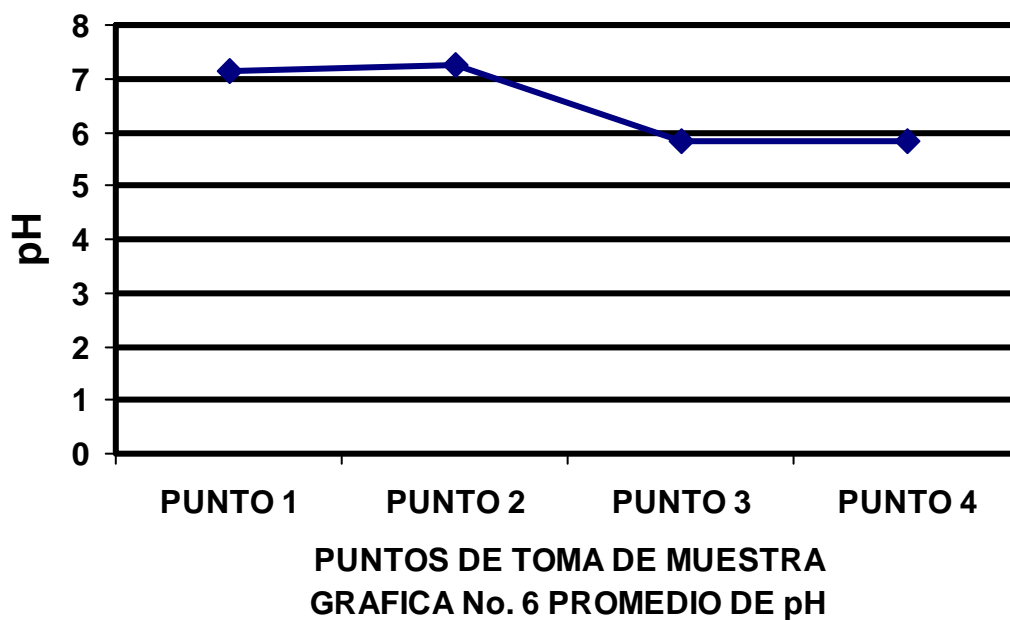


Tabla No. 9 PROMEDIO DE SILICE

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		UNIDADES	PROMEDIO
1	Tanque de Abastecimiento	mg/L	35.21
2	Después del Filtro	mg/L	32.56
3	Dispensador de Agua Desmineralizada	mg/L	19.20
4	Recipiente de Almacenamiento de Agua Desmineralizada	mg/L	12.57

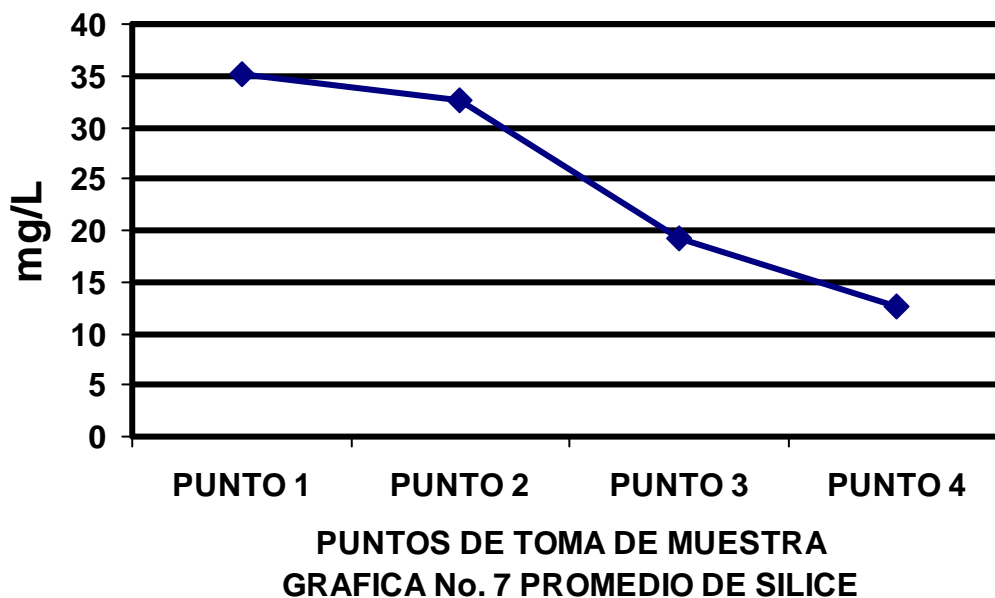


Tabla No. 10 PROMEDIO DE SÓLIDOS TOTALES

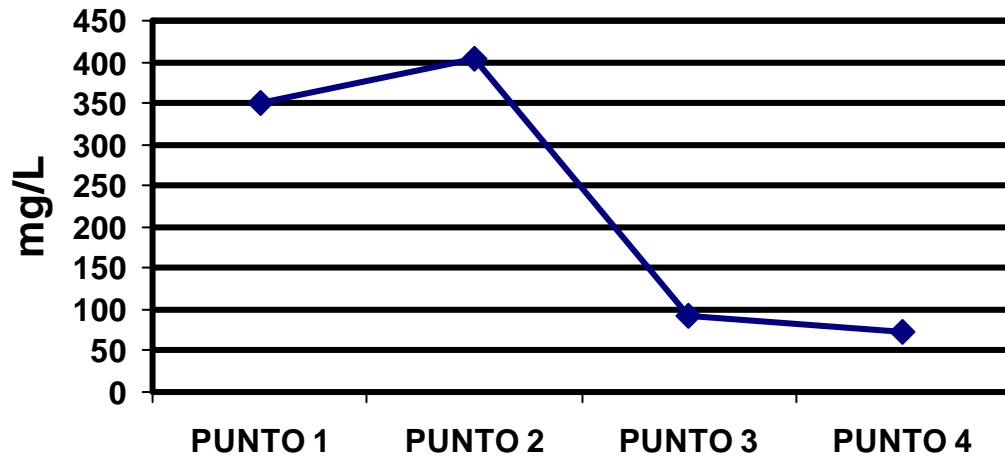
PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		UNIDADES	PROMEDIO
1	Tanque de Abastecimiento	mg/L	349.35
2	Después del Filtro	mg/L	404.00
3	Dispensador de Agua Desmineralizada	mg/L	92.83
4	Recipiente de Almacenamiento de Agua Desmineralizada	mg/L	73.45

Cálculos: (ver anexo 14)

$$\text{sólidos totales mg/L} = \frac{(A - B) \times 1000}{\text{mL muestra}}$$

$$\text{sólidos totales mg/L} = \frac{21.25 \times 1000}{50.0 \text{ mL}}$$

$$\text{sólidos totales mg/L} = 425$$



PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA
GRAFICA No. 8 PROMEDIO DE SOLIDOS TOTALES

En base a las condiciones actuales del funcionamiento del equipo desmineralizador del agua se establece que:

El laboratorio de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador cuenta con un equipo desmineralizador del agua, el cual ocupa un espacio de 4 m de largo, 3.5 m de ancho y 3 m de alto.

El área de construcción de la planta consta de paredes de Fibrolit de 2.4 m de alto, solamente, quedando 0.60 m libres entre el techo y la pared, el cual permite la entrada de aire, humo, hojas, polvo, pájaros y la contaminación cruzada de las diferentes prácticas realizadas en el laboratorios, sin existir un control de la temperatura y de humedad controlada, además las esquinas de las paredes no son redondeadas lo que facilita la acumulación de polvo y dificulta la limpieza interna.

Esta área no cuenta con su propia iluminación y techo, ya que es compartida con las instalaciones del laboratorio (ver anexo 8 fotografía 1), permitiendo una contaminación cruzada debido a las diferentes prácticas experimentales. El piso, por lo general, se mantiene mojado debido a fugas de agua (ver anexo 8 fotografía 2).

Actualmente ésta área es utilizada como bodega donde son almacenados los equipos que ya no se utilizan como: monitor de computadora, máquinas de escribir, microscopios, refrigeradora, caja de cristalería, contenedores vacíos, embudo, balanza analítica, filtros, carreta, rotafolio, escoba, hieleras desechables y los

recipientes que contiene Ácido Clorhídrico e Hidróxido de Sodio, están en contacto directo con el suelo (ver anexo 8 fotografías 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 y 11).

El tanque que contiene el Ácido Clorhídrico e Hidróxido de Sodio no se encuentra rotulado, ni siquiera cuenta con las especificaciones para su manipulación y almacenamiento. Las tapaderas de estos recipientes se encuentran quebradas lo cual permite fuga de vapores.

Así mismo, el tanque de recepción que contiene agua (afluente) se mantiene generalmente destapado debido a que la tapadera de dicho tanque se encuentra quebrada, lo que facilita que se llene de hojas y partículas extrañas; en su interior contiene una tubería de conexión oxidada (ver anexos 8 fotografía 12 y 13).

El equipo desmineralizador de agua está formado por dos columnas de resinas (catiónica y aniónica) pero la columna de la resina catiónica se encuentra rota y hasta el momento no se ha cambiado o reparado dicha resina.

La caja eléctrica y caja de monitor se encuentran oxidadas (ver anexo 8 fotografía 14 y 15). El flujo de agua en las tuberías no se encuentra identificado; la manguera que se utiliza para llenar los recipientes con agua desmineralizada tiene óxido por lo cual puede alterar la calidad del agua.

Esta área no posee un programa de limpieza y mantenimiento, ya que es revisada únicamente cuando tiene algún desperfecto en el sistema eléctrico.

Las condiciones actuales según la Buenas Prácticas de Manufactura (GMP) establecen que los edificios tienen que estar convenientemente alumbrados, ventilados y con la temperatura y humedad controladas y libres de contaminación de polvo, humo, etc. El equipo utilizado deberá mantenerse de tal forma que las superficies que estén en contacto sean adecuadas para mantener la calidad y pureza de las mismas y permita realizar una limpieza profunda.

Todos los equipos deben de tener un manual de procedimiento que especifique su limpieza, incluyendo el material necesario para realizar dicha actividad. Su limpieza y desinfección se hará en base a procedimientos escritos. El equipo de lavado y de limpieza debe de utilizarse de forma que no sea fuente de contaminación.

El equipo desmineralizador deberá tener los elementos de control necesarios para realizar las operaciones de producción (Manómetro, Termómetros, Registros, etc.) y deberán ser mantenidos de forma que pueda realizar eficazmente su cometido.

Se debe de tener un libro de registros con el historial de revisiones y los cambios realizados con el equipo. Las tuberías (agua, vapor, gases, etc.) deben estar rotuladas claramente, indicando su contenido y la dirección del flujo.

Cambios Realizados al Equipo Desmineralizador:

A partir de julio a agosto se realizaron cambios en el área donde se encuentra el equipo desmineralizador entre ellos tenemos:

- a. Se hizo la limpieza del área ya que era utilizada como bodega (ver anexo 8 fotografía 3, 4 y 16).
- b. Se colocó un prefiltro al equipo desmineralizador con el objeto de retener partículas en suspensión (ver anexo 8 fotografía 17).
- c. Las tuberías de conexión del equipo desmineralizador tenía válvulas de metal; éstas se cambiaron por válvulas de bolas (ver anexo 8 fotografía 18).
- d. La manguera del dispensador de agua desmineralizada contenía óxido y fuga de agua por lo cual se cambió por otra manguera (ver anexo 8 fotografía 19).
- e. La caja térmica que se encontraba oxidada se cambió por otra (ver anexo 8 fotografía 20).
- f. Sobre el piso existía una cañería que obstaculizaba el llenado de los recipientes de agua, éste se mantenía húmedo por lo cual fue necesario cambiar de ubicación y facilitar el acceso del personal a la hora del llenado del recipiente (ver anexo 8 fotografía 21).
- g. Se recubrió el área con pintura de base acuosa con el objetivo de mejorar las instalaciones. (ver anexo 8 fotografía 22).
- h. No se pudo cambiar el piso del área donde se encuentra ubicado el equipo desmineralizador del agua debido a que éste es utilizado como techo en la bodega de reactivos de dicha facultad.

En la determinación de los valores óptimos del equipo desmineralizador de agua de la Facultad de Química y Farmacia se aplico:

Desviación Típica o Estándar⁴ (σ)

La desviación estándar, designada por σ , es la mas importante de las medidas de dispersión. Puede definirse como la raíz cuadrada de la media aritmética del cuadrado de las desviaciones de cada valor de la variable con respecto a la media.

En fórmula queda así:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum(X_i - \bar{X})^2}{N}}$$

Donde:

X_i = variable en estudio

\bar{X} = Media aritmética

N = Total de datos obtenidos

Una distribución normal, se define completamente por su aritmética y por su desviación típica. Si asumimos que una desviación normal cumple lo siguiente:

$\bar{X} \pm 1\sigma$ = Comprende aproximadamente el 68% de los términos de la serie.

$\bar{X} \pm 2\sigma$ = Comprende aproximadamente el 95% de los términos de la serie.

$\bar{X} \pm 3\sigma$ = Comprende aproximadamente el 100% de los términos de la serie.

Coefficiente de Variabilidad⁴

Las medidas de variabilidad son números concretos, es decir son expresadas en las unidades de las variables en estudio. Con ellas se puede conocer la dispersión de dos o más variables dadas en diferentes unidades de medida.

Esta medida se representa con la siguiente simbología:

$$\text{c.v.} = \frac{\sigma}{\bar{x}} \times (100)$$

Donde:

σ = Desviación estándar

\bar{x} = Media aritmética

Tabla 11. Grado de representatividad de la media aritmética, para distintos coeficiente de variabilidad:

Valor del coeficiente de variabilidad	Grado en que la media representa a la serie
De 0 a menos de 10%	Media altamente representativa.
De 10 a menos de 20%	Media bastante representativa.
De 20 a menos de 30%	Media tiene representatividad.
De 30 a menos de 40%	Media cuya representación es dudosa.
De 40% o mas	Media carente de representatividad.

Tabla No. 12 COEFICIENTE DE VARIACIÓN DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS DE ALCALINIDAD

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		PROMEDIO	DESVIACION	$\bar{X} + 3\sigma$	$\bar{X} - 3\sigma$	COEFICIENTE DE VARIABILIDAD %
1	Tanque de Abastecimiento	219.39	52.68	377.43	61.35	24.01
2	Después del Filtro	218.20	45.83	355.69	80.71	21.00
3	Dispensador de Agua Desmineralizada	5.14	0.96	8.02	2.26	18.67
4	Recipiente de Almacenamiento de Agua Desmineralizada	5.32	0.74	7.54	3.10	13.90

Tabla No. 13 COEFICIENTE DE VARIACIÓN DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS DE CLORUROS

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		PROMEDIO	DESVIACION	$\bar{X} + 3\sigma$	$\bar{X} - 3\sigma$	COEFICIENTE DE VARIABILIDAD %
1	Tanque de Abastecimiento	27.18	4.61	41.01	13.35	16.96
2	Después del Filtro	25.98	5.52	42.54	9.42	21.24
3	Dispensador de Agua Desmineralizada	10.90	4.71	25.03	-3.23	43.21
4	Recipiente de Almacenamiento de Agua Desmineralizada	10.98	4.23	23.67	-1.71	38.52

Tabla No. 14 COEFICIENTE DE VARIACIÓN DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS DE CONDUCTIVIDAD

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		PROMEDIO	DESVIACION	$\bar{X} + 3\sigma$	$\bar{X} - 3\sigma$	COEFICIENTE DE VARIABILIDAD %
1	Tanque de Abastecimiento	471.87	139.15	889.32	54.42	29.48
2	Después del Filtro	446.87	136.32	855.83	37.91	30.50
3	Dispensador de Agua Desmineralizada	3.68	1.98	9.62	-2.26	53.80
4	Recipiente de Almacenamiento de Agua Desmineralizada	6.98	3.47	17.39	-3.43	49.71

Tabla No. 15 COEFICIENTE DE VARIACIÓN DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS DE DUREZA

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		PROMEDIO	DESVIACION	$\bar{X} + 3\sigma$	$\bar{X} - 3\sigma$	COEFICIENTE DE VARIABILIDAD %
1	Tanque de Abastecimiento	3.55	1.67	8.56	-1.46	47.04
2	Después del Filtro	3.42	1.46	7.80	-0.96	42.69
3	Dispensador de Agua Desmineralizada	0.04	0.007	0.06	0.01	17.50
4	Recipiente de Almacenamiento de Agua Desmineralizada	0.04	0.09	0.67	0.13	22.50

Tabla No. 16 COEFICIENTE DE VARIACIÓN DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS DE HIERRO

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		PROMEDIO	DESVIACION	$\bar{X} + 3\sigma$	$\bar{X} - 3\sigma$	COEFICIENTE DE VARIABILIDAD %
1	Tanque de Abastecimiento	0.04	0.08	0.28	-0.20	200.00
2	Después del Filtro	0.01	0.02	0.07	-0.05	200.00
3	Dispensador de Agua Desmineralizada	0.10	0.08	0.34	-0.14	80.00
4	Recipiente de Almacenamiento de Agua Desmineralizada	0.06	0.07	0.27	-0.15	116.66

Tabla No. 17 COEFICIENTE DE VARIACIÓN DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS DE pH

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		PROMEDIO	DESVIACION	$\bar{X} + 3\sigma$	$\bar{X} - 3\sigma$	COEFICIENTE DE VARIABILIDAD %
1	Tanque de Abastecimiento	7.15	0.12	7.51	6.79	1.67
2	Después del Filtro	7.24	0.12	7.60	6.88	1.65
3	Dispensador de Agua Desmineralizada	5.83	1.40	10.03	1.63	24.01
4	Recipiente de Almacenamiento de Agua Desmineralizada	5.83	1.16	9.31	2.25	19.89

Tabla No. 18 COEFICIENTE DE VARIACIÓN DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS DE SILICE

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		PROMEDIO	DESVIACION	$\bar{X} + 3\sigma$	$\bar{X} - 3\sigma$	COEFICIENTE DE VARIABILIDAD %
1	Tanque de Abastecimiento	35.21	10.00	65.21	5.21	28.40
2	Después del Filtro	32.56	14.03	74.65	-9.53	43.08
3	Dispensador de Agua Desmineralizada	19.20	19.89	78.87	-40.47	103.59
4	Recipiente de Almacenamiento de Agua Desmineralizada	12.57	16.86	63.15	-38.01	134.12

Tabla No. 19 COEFICIENTE DE VARIACIÓN DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS DE SÓLIDOS TOTALES

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		PROMEDIO	DESVIACION	$\bar{X} + 3\sigma$	$\bar{X} - 3\sigma$	COEFICIENTE DE VARIABILIDAD %
1	Tanque de Abastecimiento	349.35	200.10	949.65	-250.95	57.27
2	Después del Filtro	404.00	199.73	1003.19	-195.19	49.43
3	Dispensador de Agua Desmineralizada	92.83	82.59	340.60	-154.94	88.96
4	Recipiente de Almacenamiento de Agua Desmineralizada	73.45	104.42	386.71	-239.81	142.16

A continuación se detalla los procedimientos para el uso y mantenimiento adecuado del equipo desmineralizador del agua:

Preparación del Tanque de Abastecimiento*

- a. Lavar el tanque de abastecimiento con agua potable para eliminar las impurezas.
- b. Llenar el tanque de abastecimiento (si el agua contiene residuos de lodo, hojas, o partículas extrañas; descartar y volver a llenar).
- c. Dejar el agua en reposo por lo menos 5 minutos con el objeto de eliminar el cloro.

Etapas de Succión del Ácido Clorhídrico

- a. Medir 5 galones de Ácido Clorhídrico al $\pm 30\%$ p/v.
- b. Agregar el Ácido Clorhídrico a su respectivo recipiente.
- c. Colocar la manguera de succión en el recipiente que contiene el Ácido Clorhídrico.

Etapas de Succión de la Soda Cáustica

- a. Medir 2.5 galones de solución saturada de Soda Cáustica 50% p/v a una temperatura máxima de 40° .
- b. Agregar la Soda Cáustica en su respectivo recipiente.
- c. Colocar la manguera de succión en el recipiente de la Soda Cáustica.

* Iraheta, GN. 2003. Resinas de Intercambio Iónico. San Salvador, El Salvador. Laboratorio Químico de Especialidades Industriales, S.A. de C. V. ESPINSA (Entrevista).

Procedimiento del Uso del Equipo Desmineralizador de Agua*

- a. Cambiar los filtros (carbón y sólidos sedimentables) cada vez que se realiza la regeneración.
- b. Verificar que la válvula de rinse esté cerrada y que la válvula de entrada de agua del tanque de abastecimiento esté abierta.
- c. Encender los térmicos del equipo de bombeo y desairear los filtros (ver literal a) y presionar el botón ***push star regeneration*** del desmineralizador el cual enciende automáticamente los dos focos que corresponde a la resina catiónica y aniónica
- d. Inicia automáticamente la regeneración de la resina catiónica el cual se da en cuatro etapas (ver anexo 11): Retrolavado, Succión del Ácido clorhídrico (Al concluir la succión verificar que se haya succionado la cantidad prevista del HCl \pm 5 galones), Enjuague lento y Enjuague rápido (purga).
- e. Después de cierto tiempo se apaga automáticamente el foco del catión y se enciende el del anión dándose las cuatro etapas (ver literal d) excepto que succiona la Soda Cáustica (Verificar que haya succionado la cantidad prevista de \pm 2.5 galones).
- f. Una vez finalizada la regeneración de ambas columnas individualmente se apaga el foco del anión y comienza la etapa del enjuague con el objeto de eliminar el exceso de regenerantes.
- g. Observar que la aguja del conductímetro llegue a 30 $\mu\text{ohm/cm}$, esta etapa no debe durar más de 30 minutos aproximadamente.

* Iraheta, GN. 2003. Resinas de Intercambio Iónico. San Salvador, El Salvador. Laboratorio Químico de Especialidades Industriales, S.A. de C. V. ESPINSA (Entrevista).

- h. Cerrar la válvula de drenaje y abrir la válvula del tanque de almacenamiento.
- i. Presionar el botón de servicio para obtener el agua desmineralizada.
- j. Una vez obtenida el agua desmineralizada presionar el botón OFF y apagar los térmicos.

Funciones del Operador*:

- a. Verificar que el tanque de almacenamiento de agua potable esté limpio y tenga suficiente agua (ver anexo 9 y 10).
- b. Revisar los filtros (carbono y de sólidos sedimentables) cada vez que se realice la etapa de regeneración.
- c. Revisar que las válvulas de paso de agua hacia el equipo estén abierta.
- d. Asegurar que exista suficiente cantidad de regenerantes.

Para verificar la calidad de agua obtenida por el equipo desmineralizador se realiza los siguientes análisis cualitativos¹⁰:

Sílice:

- a. Tomar una muestra de 5 mL de agua desmineralizada.
- b. Agregar 5 gotas de HCL (1+1) y posteriormente agregar 5 gotas de Molibdato de Amonio al 10% p/v.
- c. Observar si hay desarrollo de color amarillo (es recomendable hacer esta prueba en un recipiente plástico). Si hay desarrollo de color existe Sílice en el agua.

* Iraheta, GN. 2003. Resinas de Intercambio Iónico. San Salvador, El Salvador. Laboratorio Químico de Especialidades Industriales, S.A. de C. V. ESPINSA (Entrevista).

Cloruros:

- a. Tomar una muestra de agua desmineralizada y agregar Ácido Nítrico concentrado y 1 mL de Nitrato de Plata 1N.
- b. Observar si desarrolla turbidez, si el desarrollo se efectúa entonces el agua desmineralizada contiene Cloruros.
- c. Si el desarrollo de color (en medición de Sílice) o la turbidez (en los Cloruros) son evidentes, entonces procédase a regenerar nuevamente.

Alcalinidad:

- a. Tomar una muestra de 50 mL de agua desmineralizada y agregar 3 gotas de solución de Fenolftaleína.
- b. Observar si se desarrolla color rosado lo que indica presencia de OH^- , es decir que el pH mayor de 10.5 en este caso conviene seguir recirculando.

Mantenimiento del Equipo Desmineralizador¹⁰

Cuando se han ejecutado correctamente todas las etapas de regeneración y al iniciar el ciclo de enjuague se observa que el desmineralizador no produce agua de 30 $\mu\text{mhos/cm}$ después de 15 minutos aproximadamente entonces el equipo puede presentar cualquiera de los siguientes problemas:

- a. Por una obstrucción en cualquiera de los inyectores no se ha succionado la cantidad de regenerante recomendado. En este caso se recomienda la revisión de las mangueras de succión y de los inyectores mismos para determinar si existe obstrucción, entonces proceda a la limpieza respectiva. La forma de realizar la limpieza es separar de las tuberías ambos inyectores desenroscando las uniones universales en ambos extremos. Lave con agua

desmineralizada las partes internas, además limpiar las válvulas de retención del inyector teniendo el cuidado de no dañar el sello y que no se extravíe ninguna de sus piezas.

- b. El posible ensuciamiento de la resina aniónica con Carbonato de Calcio y Magnesio esto podría provocar que la resina no sea bien regenerada. En este caso será necesario una evaluación física y química para lo que se recomienda contactar con los distribuidores de resina.
- c. El mantenimiento preventivo de algunos componentes del equipo desmineralizador como: las válvulas de control de la regeneración del catión y del anión se expone a los productos químicos regenerantes. La expansión prolongada a los productos químicos fuertes puede causar la deterioración del caucho requiriendo la revisión o el reemplazo periódico de la parte afectada. Los procedimientos de mantenimiento siguiente se debe seguir una vez por cada seis meses para mantener la integridad del sistema.

NOTA:

El mantenimiento del equipo desmineralizador deberá ser realizado por el proveedor del equipo cada seis meses.

CAPITULO IV
DISCUSIÓN DE RESULTADOS

4.0 DISCUSIÓN DE RESULTADOS

- ALCALINIDAD

En la tabla No. 3 y gráfico No. 1 los valores obtenidos en los puntos de toma de la muestra 2 se observa una leve disminución de alcalinidad, debido al paso del agua por los filtros de sólidos sedimentables.

En el punto 3 hay un descenso de la alcalinidad debido a que se ha eliminado los iones bicarbonatos por la aplicación del tratamiento de intercambio iónico.

Mientras que en el punto 4 hay un leve aumento en los iones bicarbonatos presentes en el agua, debido a que éstos reaccionan con los residuos de detergente aniónico residual que es utilizado para lavar los recipientes de almacenamiento de agua desmineralizada.

- CLORUROS

En la tabla No. 4 y gráfica No. 2 se observa que el paso del agua por el punto 1 hacia el 2 genera una disminución de cloruros al pasar por el filtro de Carbono, además de eliminar el cloro residual del agua potable. Es por ello que en el punto 3 se da un leve descenso de iones cloruros debido al paso del agua por el tratamiento del intercambio iónico.

No obstante en el punto 4, hay un leve aumento debido a que el agua desmineralizada almacenada en los recipientes se encuentran destapados, lo que permite que el agua absorba las moléculas presentes en el aire debido a la contaminación cruzada que se da en los laboratorios por las prácticas realizadas por los estudiantes de la Facultad de Química y Farmacia.

- CONDUCTIVIDAD

En la tabla No.5 y gráfica No. 3 se observa que en el punto 1 tiene una mayor concentración de iones disueltos con respecto al punto 2 la concentración de iones disminuye, pero en el punto 3 hay un descenso drástico de la conductividad debido a que el agua ha pasado por el tratamiento de intercambio iónico. En el punto 4 se da un aumento de la conductividad debido a que el agua desmineralizada ha sido almacenada por un período de una semana permitiendo que el agua capte fácilmente las moléculas del medio ambiente.

- DUREZA

En la tabla No. 6 y gráfica No. 4 en el punto 1 la dureza total es relativamente baja pero en el punto 2 hay una disminución de los iones calcio y magnesio debido a la retención de bicarbonatos y carbonatos parcialmente soluble en agua. Mientras que en el punto 3 y 4 hay una disminución de estos iones por la aplicación del tratamiento de intercambio iónico.

- HIERRO

En la tabla No.7 y gráfica No. 5 en los puntos 1 y 2 la concentración de hierro es menor mientras que el punto 3 hay un aumento debido a que los recipientes en este punto de muestreo eran llenados con un dispensador plástico que en su interior tenía un resorte metálico que permitía que el agua desmineralizada capte fácilmente los iones aumentando así la concentración de hierro.

No obstante en el punto 4, esta disminuye, debido a que los recipientes de almacenamiento de agua desmineralizada eran llenados por los laboratoristas,

quienes sin utilizar el dispensador plástico que facilitaban el llenado de estos recipientes, logrando así una disminución de hierro.

- pH

En la tabla No. 8 y gráfica No. 6 indica que en el punto 1 el valor de pH es menor en comparación con el punto 2, sin embargo, en este punto se da un aumento debido a ciertas incrustaciones que se forman dentro de las cañerías y que han sido arrastradas por el agua; entonces en el punto 3 el valor obtenido disminuye, debido a que el agua ha sufrido un tratamiento de intercambio iónico, eliminando los cationes y aniones presentes en el agua. Mientras que en el punto 4 el valor de pH se mantiene.

- SILICE

En la tabla No. 9 y gráfica No. 7 en el punto 1 el valor obtenido de sílice es menor, pero a medida a que pasa por el punto 2 este valor disminuye (debido a que pasa por los filtros); pero en el punto 3 hay una disminución del sílice presente en el agua al pasar por la resina de intercambio iónico.

Es por ello que en el punto 4 se da una disminución debido a que parte de la sílice pudo haber reaccionado con los residuos de jabón aniónico residual que es utilizado para lavar los recipientes de almacenamiento de agua desmineralizada y formar complejos.

- SÓLIDOS TOTALES

En la tabla No. 10 y gráfica No. 8 el valor obtenido en el punto 1 muestra que la concentración de sólidos totales es menor, pero a medida que pasa por el punto 2 el valor aumenta levemente debido al arrastre de las incrustaciones formadas en las tuberías permitiendo una saturación de los filtros; en el punto 3 hay una disminución de sólidos totales debido a que ha sufrido un tratamiento de intercambio iónico.

INTERPRETACION DE EL COEFICIENTE DE VARIABILIDAD

- ALCALINIDAD

En la tabla No. 12 en el punto de toma de muestra 1 y 2 el Coeficiente de Variabilidad de los datos obtenidos se dice que la media tiene representatividad; mientras que en el punto 3 al 4 la media es bastante representativa.

- CLORUROS

En la tabla No. 13 en el punto de toma de muestra 1 el Coeficiente de Variabilidad es bastante representativa, mientras que en el 2 la media tiene representatividad, pero en el 3 la media carece de representatividad; 4 se dice que la media es dudosa.

- CONDUCTIVIDAD

En la tabla No. 14 el Coeficiente de Variabilidad en el 1 la media es representativa; 2 la media es dudosa. En el 3 y 4 la media carece de representatividad.

- DUREZA

En la tabla No. 15 el Coeficiente de Variabilidad en el 1 y 2 la media carece de representatividad; mientras que en el 3 la media es bastante representativa y en el 4 la media es representativa.

- HIERRO

En la tabla No. 16 el Coeficiente de Variabilidad obtenida en el 1, 2, 3 y 4 la media carece de representatividad.

- pH

En la tabla No. 17 el Coeficiente de Variabilidad en el 1 y 2 la media es altamente representativa; mientras que en el 3 la media tiene representatividad, y en el 4 la media es bastante representativa.

- SILICE

En la tabla No. 18 el Coeficiente de Variabilidad en el 1 la media tiene representatividad; pero en el 2, 3 y 4 la media carece de representatividad.

- SÓLIDOS TOTALES

En la tabla No. 19 el Coeficiente de Variabilidad en el 1, 2, 3 y 4 la media carece de representatividad.

CAPITULO V
CONCLUSIONES

5.0 CONCLUSIONES

1. La conductividad del agua desmineralizada tiende a aumentar con el transcurso del tiempo de almacenamiento; debido a que esta es muy sensible y capta fácilmente las moléculas presente en el aire, por lo cual se hace necesario regenerar hasta obtener una conductividad menor de 5 mmhos/cm.
2. A una mayor concentración de sílice presente en el agua demineralizada, indica que las resinas se encuentra agotadas, por lo cual se hace necesario realizar la regeneración de las resinas utilizando una solución de Hidróxido de Sodio al 50 % p/v y Ácido Clorhídrico al 30% p/v.
3. De acuerdo a los datos obtenidos de los análisis Físico- Químico realizados, no se puede establecer los valores óptimos del equipo desmineralizador debido a que la mayoría de los resultados obtenidos en el coeficiente de variación no están dentro del rango 0 – 10% para que la media sea altamente representativa es necesario realizar un monitoreo.
4. El equipo desmineralizador del agua disminuye ciertos iones (bicarbonatos, carbonatos, cloruros, hierro, sílice, calcio y magnesio) pero su capacidad de trabajo es afectada por el desgaste físico de la resina provocando un desbalance en la calidad final del agua.

5. El área donde está ubicada el equipo desmineralizador no presenta un diseño de construcción adecuado ya que se encuentran dentro de las instalaciones del laboratorio de la Facultad de Química y Farmacia donde existe una contaminación cruzada debido a las diferentes prácticas experimentales; lo que produce en general el deterioro del equipo.

6. En base a los resultados obtenidos por los análisis realizados se concluye que el agua que se obtiene de la aplicación del tratamiento de intercambio iónico es de tipo III; ya que esta no cumple con las especificaciones para ser utilizada como tipo I y II por lo que dicha agua podrá ser utilizada para la limpieza de material de vidrio o como agua de alimentación para la producción de agua de mayor nivel de calidad por otros procesos de destilación.

CAPITULO VI
RECOMENDACIONES

6.0 RECOMENDACIONES

1. Sustituir el tanque de abastecimiento por un tanque de plástico, herméticamente cerrado con el propósito de proteger el agua de partículas extrañas, excretas de animales, hojas, polvo etc.
2. Colocar un pre-filtro antes del tanque de abastecimiento para disminuir la cantidad de sólidos disueltos en el agua con el propósito de prolongar la vida útil de la resina.
3. Colocar una lámpara de luz ultravioleta en el tanque de almacenamiento de agua desmineralizada con el objetivo de eliminar microorganismos, ya que la función del equipo desmineralizador es solamente eliminar iones.
4. Llevar un libro de registro de mantenimiento donde se incluya el historial de revisiones, regeneración de resinas, producción de agua desmineralizada y los cambios realizados al equipo.
5. Crear un área en donde las condiciones de humedad, temperatura, iluminación e instalación sean controladas; y así mantener el buen funcionamiento del equipo desmineralizador.
6. Mantener los recipientes para el almacenamiento de agua desmineralizada herméticamente cerrado con su respectivo dispensador para evitar alteraciones en dicha agua.

7. Realizar un nuevo monitoreo que se desarrollo durante un periodo de seis meses a un año, que sea continuo, con un mayor número de replicas y obtener un coeficiente de variabilidad con una mayor representatividad.
8. Es necesario darle un mantenimiento al equipo desmineralizador y éste deberá ser realizado, según sus especificaciones, por el proveedor del equipo.
9. Lavar el tanque recolector de agua desmineralizada antes de cada regeneración utilizando un jabón neutro (extran MA O2) para evitar que se contamine el agua. Este lavado deberá ser desde la parte superior del tanque a la parte inferior de este de forma vertical hasta el fondo del tanque.
10. Es necesario realizar un pretratamiento al agua para prevenir la formación de incrustación, taponamiento por partículas y coloides, reducir los niveles de cloro libre y de contaminantes orgánicos. El tipo de pretratamiento requerido se determina por los requerimientos de la calidad del agua producida.
11. Para realizar los análisis es conveniente trabajar en un área que cumpla con Buenas Prácticas de Manufactura (GMP) con temperatura y humedad controlada, debidamente alumbrados y ventilados, libre de contaminación de polvo humo etc.

BIBLIOGRAFÍA

1. APHA-AWWA-WPCF. 1992. Métodos Normalizados para el Análisis de Aguas Potables y Residuales. 17ed. España. Díaz de Santos. p. 2-25 - 4-137.
2. Boletín Semanal de Información del Agua Noticias. 2002. (en línea). Si, s.n.t. consultado 18 Dic 2002. Disponible en http://www.aguamarket.com/temas_interes/025.asp#suficiente
3. Bonilla, G. 1993. "Cómo hacer una tesis de graduación con técnicas estadísticas". 1ª ed. El Salvador. UCA Editores. 342p.
4. Bonilla, G. 1996. Elementos de Estadística Descriptiva y Probabilidad. 6 ed. El Salvador. UCA Editores. P 199-215
5. CONACYT. Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, SV. 1999. Norma Salvadoreña Obligatoria para la Calidad del Agua Potable. 1ed. El Salvador. COSUDE. 30p.
6. García, R. y otros. 1997. Diccionario "Manual Ilustrado". 10ed. México. Larousse. P.19.
7. Julián Lebrato Martínez, 2002. Grupo de Tratamiento de Agua Residuales. (en línea). España, Grupo Tarita. Consultado 20 Dic 2002. Disponible en <http://www.eup.us.es/investigación/Grupotar/BIBLIOTECA/el20%agua/ntercambioiõnicoparaelimi.htm>

8. Membrana de Intercambio Iónico. 2001. (en línea). S.i, s.n.t. Consultado 23 Oct 2002. Disponible en <http://www.membriónit.com>
9. OMS (Organización Mundial para la Salud, GI). 1998. Guía para la calidad del agua potable: Vigilancia y control de los abastecimientos de agua a la comunidad. 2ed.
10. Paniagua Calderón, J.J. y Otros. / 1994 / Diseño y Construcción de un Sistema de Desmineralización de agua para uso de los Laboratorios de la Escuela de Ingeniería Química. / Ingeniero Químico / San Salvador, El Salvador, / Universidad de El Salvador. / 257p.
11. Resinas de Intercambio Iónico. 2001 (en línea). España, MCY y CSIC. Consultado 4 Dic 2002. Disponible en [http:// www.portaltecnociencia .es/especiales/intercambio_iónico/-2k-](http://www.portaltecnociencia.es/especiales/intercambio_iónico/-2k-)
12. Rigola Lapeña, M. 1999. Tratamiento de aguas industriales: Aguas en proceso y Residuales. 1ed. México. AlfaOmega. P.27-37, 73-86.
13. Seminario Taller (1,2001, San Salvador, ES) 2001/Buenas Prácticas de Manufactura en la Industria Farmacéutica. V1 1 Ed., San Salvador, ES.Cibeles Consultores S.A. de C.V. 166P.
14. Shoog, H. 1995 Análisis Instrumental. 4d. España. McGraw-Hill, Interamericana, p. 730-765.
15. Tipos de Intercambiadores Iónicos, 1996. (en línea). España. s.n.t. consultado 18 Dic 2002. Disponible en <http://www.arraakis.es/~vengo/agua.html>

GLOSARIO

- Adsorción:** Es la adhesión, provocada por atracciones eléctricas o químicas, de las moléculas de un gas, un líquido o una sustancia disuelta en una superficie. Este fenómeno es típico en la superficie del carbón activado, cuando se usa para la eliminación de sustancias orgánicas disueltas y el cloro.
- Anión:** Un ión cargado negativamente.
- Blanco:** Un análisis inicial que incluye a todos los reactivos y omite solamente la muestra. Nos proporciona una referencia para comparación. Es muy importante para minimizar contaminaciones extrañas que puedan ser confundidas con los constituyentes de la muestra.
- Buffer:** Una solución que tiene la propiedad de poca variación en el valor de pH, con cambios en su composición química. También se le llama Amortiguador.
- Catión:** Un ión cargado positivamente.
- Conductividad:** Es una medida de la habilidad que tiene una solución para conducir la corriente eléctrica. La unidad de medición es el siemen/centímetro.

Desmineralización: Es la eliminación de iones disueltos en el agua. Se logra, pasando el agua a través de recipientes rellenos de resinas de intercambio, las cuales cambian el ión hidrógeno por cationes y el ión oxhidrilo por los aniones. Las impurezas iónicas permanecen unidas a las resinas y los iones hidrógeno y oxhidrilo, se combinan para formar agua, así el producto de salida es agua desionizada.

Electrolito: Un compuesto químico que cuando se disuelve en agua, forma iones que permiten el paso de la corriente eléctrica.

Fenómeno de Swelling: El proceso en que las resinas y gel incrementan su volumen debido al entorno de su solvente. El solvente entra en la resina de intercambio iónico para diluir los iones: en las geles, el solvente penetra los poros. Si el fenómeno de Swelling ocurre en el empaquetamiento de columnas, un obstaculizamiento o aumento de la baja de presión puede ocurrir. Además, la eficacia de la columna puede afectarse.

Intercambio iónico: También conocido como desionización, Es un proceso por el cual ciertos iones no deseados, son cambiados por otros iones deseados que están unidos a las partículas una resina. Normalmente los iones hidrógeno de la resina, se cambian por los cationes y los iones hidroxilo de la resina, se cambian por los aniones. Los iones hidrógeno e hidroxilo, se combinan, formando agua pura.

Ión: Un átomo o grupo de átomos con una carga positiva (Cación) o una negativa (Anión), como resultado de haber perdido o ganado electrones.

Micro: Prefijo que significa una millonésima, como en microgramo, micrometro.

MicroSiemen/cm: Unidad de medida para la conductividad de una solución.

Miliequivalente: Es la concentración equivalente que reaccionaría con un miliequivalente de otra sustancia. En cálculos de análisis de agua, se emplea la Normalidad como unidad de concentración de las soluciones que se utilizan para llevar a cabo las reacciones de titulación $N = \text{eq/L}$ ó $N = \text{meq/mL}$.

- Partículas:** Normalmente se refieren a sólidos de tamaño lo suficientemente grande para poder ser eliminados por una filtración.
- pH :** Es el logaritmo base 10, de la actividad molar de los iones hidrógeno de una solución.
- Potable:** Apta para usarse para beber.
- ppm:** Una de las unidades de medición más comunes en el análisis de agua, en soluciones muy diluidas como es el caso de las aguas naturales, es equivalente a mg/L.
- Resina de intercambio:** Son pequeñas esferas de materiales plásticos. Las resinas de intercambio catiónico, están hechas de estireno y divinilbenceno y contienen grupos de ácido sulfónico, intercambian iones H^+ por cualquier catión que encuentren. Similarmente, las resinas aniónicas, tienen grupos de amonio cuaternario, que intercambiarán cualquier anión por iones OH^- .
- Sal:** Cualquiera de los numerosos compuestos que resultan de la combinación de todo o parte de los hidrógenos de un ácido, con un metal o un radical que actúa como metal. Es también un compuesto cristalino, iónico o electrovalente.

Siemen: Unidad de medida de la conductancia, es el recíproco de la resistencia en Ohms.

Soluto: Es la sustancia que se disuelve y forma iones en la solución.

Solvente: Es un líquido capaz de disolver a un soluto.

ANEXOS

ANEXO 1

LISTA DE MATERIAL, EQUIPO Y REACTIVOS

MATERIAL

Agitador

Bureta de precisión de 25.0 mL

Cápsula de porcelana

Frasco Lavador

Matraz volumétrico de 100.0 mL

Matraz volumétrico de 1000.0 mL

Matraz volumétrico de 250.0 mL

Pipetas volumétricas de 1.0 mL

Pipetas volumétricas de 10.0 mL

Pipetas volumétricas de 5.0 mL

Probeta de 100mL

Probeta de 50mL

Termómetro de 0 a 100°

Vaso de precipitado de 100mL

Vaso de precipitado de 250mL

Vaso de precipitado de 50mL

EQUIPO

Conductímetro marca VWR serie B11690

Balanza analítica Mettler H78AR

Balanza semi analítica Mettler PN1210

Baño de vapor

Desecador

Estufa Precision Scientific serie 96903-004. Temperatura de 65-210°

Espectrofotómetro de Absorción Atómica SpectrAA 220 fast sequential Marca
Varian

Espectrofotómetro UV-Vis. Cary 50 probe Marca Varian

Horno de mufla Lindberg serie 767473. Temperatura de 50 a 550°

Hot Plate

pHmetro marca Mettler Toledo serie 355

REACTIVOS¹

Acetileno

Agente Reductor (Prueba de Sílice: Método de Azul de Heteropoli)

Agua Libre de Dióxido de Carbono

Agua Libre de Metales

Solución Amortiguadora de pH = 4.00 a 25 °

Solución Amortiguadora de pH = 6.86 a 25 °

Solución Amortiguadora de pH = 9.18 a 25 °

Solución de Ácido Oxálico al 7.5 % p/v

Solución de Molibdato de Amónico al 10% p/v

Solución Buffer de pH = 10

Solución Estándar de Calcio al 0.1 % p/v

Solución Estandar de Carbonato de Sodio 0.05N

Solución Estándar de Cloruro de Sodio 0.0141M (0.0141N)

Solución Indicadora de Cromato de Potasio

Solución Indicadora de Fenolftaleina

Solución Indicadora Mixto de Rojo de Metilo y Verde de Bromo Cresol

Solución Indicadora de Negro de Eriocromo T

Solución Patrón de Hierro (100 µg/mL)

Solución Patrón de Sílice (100 µg/mL)

Solución Titulante de Acido Etilendiaminotetracético (EDTA) 0.01M

Solución Titulante de Ácido Sulfúrico 0.02N

Solución Titulante de Nitrato de Plata 0.0141M(0.0141N)

Suspensión de Hidróxido de Aluminio 1.25% p/v

ANEXO 2

PREPARACION DE REACTIVOS¹

Acetileno:

Calidad comercial estándar.

Agente Reductor (Prueba de Sílice: Método de Azul de Heteropoli):

Disuélvase 500 mg de Ácido 1 – Amino – 2 – Nactol – 4 – Sulfónico y 1 g de Na_2SO_3 en 50 mL de agua destilada con calor suave si fuera necesario; añádase una solución de 30 g de NaHSO_3 150 mL de agua destilada.

Fíltrese a un frasco de plástico. Deséchese la solución cuando se oscurezca. Prolónguese la vida del reactivo conservándolo en frigorífico y protegido de la luz. No utilizar ácido Aminonaftolsulfónico que no sea totalmente soluble o que produzca reactivos oscuros incluso recién preparados.

Agua Libre de Dióxido de Carbono:

El agua purificada es sometida a ebullición vigorosamente durante 5 minutos o más y seguir el enfriamiento protegiéndolo de la absorción de dióxido de carbono de la atmósfera.

Agua libre de Metales:

Utilícese para preparar todos los reactivos y como agua de dilución. Prepárese agua libre de metales desionizando el agua del grifo o utilizando unos de los siguientes procedimientos según la concentración de metal en la muestra: destilación simple, bidestilación o sub-ebullición.

Compruébese siempre el agua desionizada o destilada para determinar si el elemento que interesa esta presente en cantidades trazas. (Precaución: si la fuente de agua contiene Mercurio u otros metales volátiles puede no ser suficiente el agua

destilada o bidestilada para análisis de trazas debido a que estos metales destilan con el agua. En estos casos empléese la sub-ebullición para preparar agua libre de metales).

Solución Amortiguadora de pH = 4.00 a 25 °:

Disolver 10.12 g de biftalato de potasio ($\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$) en agua destilada y diluya a un litro.

Solución Amortiguadora de pH = 6.86 a 25 °:

Disolver 3.39 g de Fosfato monopotásico (KH_2PO_4) y 3.53 g de Fosfato disódico anhidro (Na_2HPO_4) en agua destilada y diluya a un litro.

Solución Amortiguadora de pH = 9.18 a 25 °:

Disolver 3.80 g de Tetraborato de sodio decahidratado ($\text{Na}_3\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) en agua destilada y diluya a un litro. Estas soluciones deben prepararse con agua destilada, hervida y enfriada, lo anterior es para eliminar la contaminación del CO_2 disuelto en el agua y evitar crecimientos microbianos.

Los fosfatos de sodio y potasio y el biftalato de potasio se deben secar a 110 ° durante 2 horas antes de pesarlas.

Solución de Ácido Oxálico al 7.5 % p/v:

Disuélvase 7.5 g de $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ en agua destilada y dilúyase a 100.0 mL.

Solución de Molibdato Amónico al 10% p/v:

Disuélvanse 10.0 g de $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada con agitación y calentando suavemente, y dilúyanse a 100.0mL. Filtrese si fuera necesario. Ajustese el pH a 7-8 con NH_4OH ó NaOH exentos de Sílice, y consérvese en un frasco de polietileno para estabilizarlo. (si no se ha ajustado el pH aparecerá gradualmente un precipitado. Si la solución se conserva en vidrio puede lixiviarse sílice y los blancos

serán elevados). Si es necesario, prepárese NH_4OH exentos de sílice, introduciendo NH_3 gaseoso en agua destilada contenida en un frasco de plástico.

Solución Buffer de pH = 10:

Disuélvase 16.9 g de Cloruro Amónico (NH_4Cl) en 143.0 mL de Hidróxido de Amonio (NH_4OH) conc. Añádase 1.25g de sal de magnesio de EDTA (disponible en el mercado) y dilúyase hasta 250.0 mL de agua libre de CO_2 . Consérvese la solución en un recipiente plástico o de vidrio borosilicato durante un periodo no superior a un mes. Tapóñese herméticamente para evitar pérdida de amoniaco o captura de dióxido de carbono.

Solución Estándar de Calcio 0.1 % p/v:

Se pesa un gramo de polvo CaCO_3 anhidro (estándar principal o reactivo especial, bajo en metales pesado, álcalis y magnesio) en el Erlenmeyer de 500 mL. Colóquese un embudo en el cuello de matraz y añádase poco a poco 1 + 1 de HCL hasta la disolución total del CaCO_3 . Añádase 200 mL de agua destilada y hágase hervir durante unos minutos para expeler el CO_2 . Enfríñese, añádase unas gotas de indicador rojo de metilo y ajústese al color naranja intermedia por adición de NH_4 ó NH_3 ó HCL 1+1, según se requiera. Transferir cuantitativamente y dilúyase hasta 1.000 mL con agua destilada; 1.0mL = 1, 0 mg. de CaCO_3 .

Solución de Estandar de Carbonato de Sodio 0.05N:

Secar 5.0 g de estándar primario de Na_2CO_3 a 250^0 por 4 horas y enfriarlo en un desecador. Pesar 2.5g lo mas exacto posible, anotando el peso exacto de la pesada, transferir a un frasco volumétrico de un litro y llenar hasta la marca con agua desionizada (No guardar mas de una semana).

Solución Estándar de Cloruro de Sodio 0.0141M:

Pesar 824.0 mg de cloruro de sodio (previamente secado a 140°), disolver en agua destilada y llevar a volumen de 1000mL.

1mL =500 µg de Cl⁻.

Solución Indicadora de Cromato de Potasio:

Disolver 50g. de cromato de potasio, en un pequeña cantidad de agua destilada. Adicionar solución de nitrato de plata hasta que se forme un precipitado rojo. Dejar reposar 12hrs mínimo, filtrar, y diluir a un litro con agua destilada.

Solución indicadora de Fenolftaleina:

Disolver 1.0 g de fenolftaleina en 100.0 mL de alcohol.

Solución Indicadora Mixto de Rojo de Metilo y Verde de Bromo Cresol:

Disolver 100mg de verde de bromo cresol y 20mg de rojo de metilo en 100 mL de alcohol etílico o alcohol isopropílico al 95%.

Solución Indicadora de Negro Eriocromo T:

Pesar 0.5 g de Eriocromo negro T y 100g trietanolamina agregar 2 gotas por 50mL de solución a titular.

Solución Patrón de Hierro (100µg/mL):

Disolver 0.100g de alambre de hierro en una mezcla de 10 mL de HCl 1+1 y 3.0 mL de HNO₃ conc. Añadir 5.0 mL de HNO₃ conc. Y diluir con agua hasta 1,000 mL; 1.0 mL= 100 µg de Fe.

Solución Patrón de Sílice (100µg/mL):

No secar. Disuélvanse 0.4730g de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ en agua añádanse 10 mL de HNO_3 conc. Y dilúyase con agua hasta 1,000mL. 1.0 mL= 100 µg Si. Conservase en polietileno.

Solución Titulante de Acido Etilendiaminotetracético (EDTA) 0.01M:

Pesar 2.73 gr de Etilendiaminotetracetato disódico trihidratado, grado de reactivo analítico, también llamado (Etilenodimitrilo) Sal Disódica del Ácido tetráacetico (EDTA); a continuación se disuelve en agua destilada hasta 1,000 mL. Estandarizar frente a una solución Estándar de Calcio 0.01M. Diluir 25.0mL de de la solución Estándar de Calcio hasta alrededor de 50.0 mL con agua destilada en un erlenmeyer, añadir entre 1.0 y 2.0 mL de la solución buffer de pH = 10. Por lo general un mililitro será suficiente para dar un pH de 10.0 a 10.1. Añadir 1 ó 2 gotas de solución indicadora de Negro Eriocromo T. Poco a poco añadir la solución de titulante de Ácido Etilendiaminotetracético agitando continuamente hasta que desaparezcan los últimos matices rojizos. Añadir la última gota con un intervalo de 3 a 5 segundos en el punto final la solución suele ser azul.

La Molaridad del EDTA se Calcula de la siguiente forma:

$$M_2 = \frac{V_1 \times M_1}{V_2}$$

Donde

M_2 = Molaridad del EDTA

V_1 = ml de solución estándar de calcio.

M_1 = Molaridad de la solución estándar de Calcio.

M_2 = ml gastados de EDTA

Solución Titulante de Ácido Sulfúrico 0.02N:

Diluir 200 mL de solución estándar 0.1N en un frasco volumétrico de un litro con agua desionizada. Estandarizar mediante una titulación potenciométrica con 15.0 ml de Na_2CO_3 0.05N en beaker, con unos 60 mL de agua, titulando potenciométricamente a un pH aproximado ± 5 . Elevar los electrodos, enjuáguese, en la misma beaker y hervir suavemente durante 3–5 minutos cubriendo con un vidrio de reloj. Enfriar a temperatura ambiente, enjuáguese el cristal en la beaker y conclúyase la operación titulando en el punto de inflexión de pH. 1mL= 1.0 mg Na_2CO_3

Calcular la normalidad:

$$N = \frac{A \times B}{53.0 \times C}$$

Donde:

N = Normalidad

A = g de Na_2CO_3

B = mL de solución de Na_2CO_3 tomados para titulación.

C = mL de ácido gastados.

Solución Titulante de Nitrato de plata 0.0141M (0.0141N):

Pesar 2.395g de nitrato de plata, disolver en agua destilada y llevar a volumen hasta 1000mL. Estandarizar con Solución Estándar de Cloruro de Sodio 0.0141M. Medir 1.0 mL de Solución Estándar de Cloruro de Sodio. Valorar directamente entre pH 7.0 y 10.0, ajustar el pH con ácido sulfúrico o hidróxido de sodio, si no estuviera dentro de este rango, agregar 1.0mL de solución indicadora de cromato de potasio,

titular con solución titulante de nitrato de plata 0.0141M obteniendo un punto final de color amarillo rosado. Conservar en un frasco ámbar.

1mL = 500 μ g de Cl⁻.

Cálculos:

$$M_2 = \frac{V_1 \times M_1}{V_2}$$

Donde

M₂ = Molaridad del EDTA

V₁ = ml de solución de CaCl₂

M₁ = Molaridad de la solución de CaCl₂

M₂ = ml gastados de EDTA

Suspensión de Hidróxido de Aluminio 1.25% p/v:

Disolver 125 g de sulfato de alumínico potásico ó sulfato alumínico amónico, AlK(SO₄)₂ · 12H₂O o AlNH₄(SO₄)₂ · 12H₂O, en 1L de agua destilada. Caliéntese a 60⁰ y añádanse 55 mL de hidróxido de amonio concentrado lentamente y con agitación. Déjese reposar durante 1 hora, transfírase a un frasco grande y lávese el precipitado por adiciones sucesivas de agua destilada, mezclando bien y decantando.

ANEXO 3
VALORES PERMITIDOS POR NORMA SALVADOREÑA OBLIGATORIA PARA LA
CALIDAD DEL AGUA POTABLE⁵

REQUISITOS DE CALIDAD FÍSICO-QUÍMICOS

Valores para agua potable			
PARÁMETRO	UNIDAD	VALOR RECOMENDADO	VALOR MÁXIMO ADMISIBLE
Color Aparente	-	NR	-
Color Verdadero	Mg/l (Pt-Co)	-	15
Conductividad	Mmho/cm a 25°	500	1,600
Olor	No del umbral de Olor	NR	3
pH	-	6.0 – 8.5	-
Sabor	No de umbral de Sabor	NR	1
Sólidos totales disueltos	Mg/l	300	600
Temperatura	°C	18 a 30	NR*
Turbiedad	UNT	1	5
Valores para Sustancias Químicas			
PARÁMETRO		VALOR RECOMENDADO mg/l	VALOR MÁXIMO ADMISIBLE mg/l
Ácido Sulhídrico		No detectable	<0.05
Alcalinidad Total como (CaCO ₃)		30.00	350.00
Antimonio		-	0.005
Calcio		-	75.00
Cloruros		25.00	250.00
Cobre		0.10	1.00
Dureza Total como (CaCO ₃)		100.00	400.00
Fluoruros		-	1.50
Hierro Total		0.05	0.30
Magnesio		-	50.00
Manganeso		0.05	0.10
Nitrógeno Amoniacal (NH ₄)		-	0.50
Nitrógeno (Kjendahl) N de NO ₂ y NO ₃		-	1.00
Plata		-	0.10
Potasio		-	10.00
Sílice		60.00	125.00
Sodio		25.00	150.00
Sulfatos		25.00	250.00

NR: No rechazable

* De no encontrarse en el rango recomendado queda sujeto a evaluaciones de potabilidad

ANEXO 4

PROCEDIMIENTO PARA TOMA Y ENVÍO DE MUESTRAS DE AGUA POTABLE ⁵

Para que los resultados de los análisis de aguas sean de utilidad al estudio de la calidad higiénica de las mismas, es necesario que las muestras sean verdaderas y representativas de aquella, cuya composición se averigua. Una muestra mal tomada no permitirá conocer la composición exacta del agua que pretenda representar, aunque sea analizada cuidadosamente y además malgasta el trabajo del laboratorio.

Toma y conservación de muestras¹

El objetivo de la toma de muestras es la obtención de una porción de material cuyo volumen sea lo suficientemente pequeño como para que pueda ser transportado con facilidad y manipulando en el laboratorio sin que por ello deje de representar con exactitud al material de donde procede.

Este objetivo implica que la proporción o concentración relativa de todos los componentes serán las mismas en las muestras que el material de donde procede, y que dichas muestras serán manejadas de tal forma que no se produzcan alteraciones significativas en su composición antes de que se hagan las pruebas correspondientes.

Precauciones general:

1. Antes de llenar el envase con la muestra, hay que lavarlo dos o tres veces con agua que se va a recoger, a menos que el envase contenga un conservante o un declarante.
2. Según los análisis que deban realizarse hay que llenar el envase por completo a dejar un espacio vacío para aireación.

3. En el caso de muestras que hayan de ser transportadas lo mejor es dejar un espacio de alrededor del 1% de la capacidad del envase para permitir la expansión térmico.
4. Hay que registrar una información suficiente de manera que se pueda realizar una identificación positiva y la información debe constar el nombre del que a ha hecho la toma, la fecha, la hora y la localización exacta, la temperatura del agua y cualquier otro dato que pueda resultar necesario. La etiqueta debe tener espacio suficiente para que pueda ponerse las iniciales.
5. Antes de recoger muestras de un sistema de abastecimiento hay que dejar que el agua corra por las tuberías con el objeto de asegurar que la muestra sea representativa teniendo en cuenta el diámetro y longitud de la condición y la velocidad del flujo.

Muestra Sondeo

Hay que hacer la recogida de la muestra teniendo en cuenta la frecuencia con que se esperan estos cambios lo que puede variar, desde 5 minutos a una hora o más. Las variaciones estacionales de los sistemas naturales pueden exigir la realización de tomas a lo largo de meses¹.

Toma de muestras de agua para análisis Físico-Químico

Usar un frasco de vidrio o de plástico de un galón de capacidad. En el servicio de agua corriente, se abre el grifo y se deja correr el agua por 5 minutos, se llena un tercio del frasco con agua que se examinará, se agita bien y se bota esta agua; se vuelve a llenar siempre hasta un tercio de su capacidad, y se agita otra vez botando el agua; por tercera vez se llena casi completamente, se tapa, se rotula y se envía al laboratorio⁵.

ANEXO 5

RECIPIENTES PARA MUESTREO Y PRESERVACIÓN DE MUESTRA

RECIPIENTES PARA MUESTREO Y PRESERVACIÓN DE MUESTRAS⁵

PARAMETROS	RECIPIENTES	PRESERVANTES	TIEMPO DE ALMACENAMIENTO (Recomendado/Obligado)	VOLUMEN MINIMO DE MUESTRA (mL)
Ácido nitrosotriacético (ATN)	Polietileno-vidrio	5mL HCl Conc. Muestra tratado con 0.5 de sol. De formaldehído al 37%, filtrar usando membrana filtrante de 0.45 micras.	24 horas	1,000
Aceites y grasas	Vidrio-Calibrado boca ancha	Enfriar, a 4° C con 5mL (1:1) H ₂ SO ₄ /l, pH<2	24 horas	1,000
Derivados de Ácido Fenoxiacético Herbicidas	Vidrio Revestido de tetrafluoruro etileno	H ₂ SO ₄ , pH<2, enfriar, a 4° C	Preferible extraer inmediatamente	1,000
Alcalinidad	Polietileno-vidrio	Enfriar, a 4° C	24 horas / 14 días	200
Aluminio	Polietileno (A) - Vidrio(A)	2mL Conc. HNO ₃ /l muestra, pH < 2	6 meses	1,000
Antimonio	Polietileno	2mL Conc. HNO ₃ /l muestra, pH < 2	6 meses	1,000
Arsénico	Polietileno (A) - Vidrio(A)	Enfriar, a 4° C	6 meses	1,000
Bario	Polietileno (A) - Vidrio(A)	2mL Conc. HNO ₃ /l muestra, pH < 2	6 meses	1,000
Boro	Polietileno	Enfriar, a 4° C	6 meses	100
Cadmio	Polietileno (A) - Vidrio(A)	2mL Conc. HNO ₃ /l muestra, pH < 2	6 meses	1,000
Calcio	Polietileno (A)	2mL Conc. HNO ₃ /l muestra, pH < 2	6 meses	1,000
Carbamato	Vidrio	H ₂ SO ₄ , pH<4 y 10g, Na ₂ SO ₄ /l muestra	Preferible extraer inmediatamente	2,500
Cianuro Total	Polietileno-Vidrio (A)	1 mL NaOH, pH < 12 refrigerar en la oscuridad	24 horas si hay sulfuro / 14 días	500
Cinc	Polietileno (A) - Vidrio(A)	2mL Conc. HNO ₃ /l muestra, pH < 2	6 meses	1,000
Cloruro	Polietileno-Vidrio	Enfriar, a 4° C	7 días	1,000
Cloro Residual	Polietileno-Vidrio	Analizar inmediatamente	0.5 horas/inmediato	500
Cobre	Polietileno (A)	Cobre disuelto, filtrar 2mL Conc. HNO ₃ /l muestra, pH < 2	6 meses	500
Color	Polietileno-Vidrio	Enfriar, a 4° C	48 horas	500
Conductividad específica	Polietileno	Enfriar, a 4° C	24 horas	100
Cromo IV	Polietileno (A) - Vidrio(A)	2mL Conc. HNO ₃ /l muestra, pH < 2	6 meses	1,000
Dureza	Polietileno-Vidrio	2mL Conc. HNO ₃ /l muestra, pH < 2	6 meses	100
Fenoles	Vidrio	H ₃ PO ₄ , pH<4 y 1.0g CuSO ₄ /l enfriar a 4° C	24 horas	500
Fluoruros	Polietileno	Ninguno	28 días	300
Fosfatos	Vidrio	Para Fosfatos disueltos, filtrar y refrigerar	48 horas	100
Hierro	Polietileno-Vidrio	Hierro soluble filtrar 2mL Conc. HNO ₃ /l muestra, pH < 2	6 meses	1,000
Manganeso	Polietileno (A) - Vidrio(A)	2mL Conc. HNO ₃ /l muestra, pH < 2	6 meses	1,000
Magnesio	Polietileno	Enfriar, a 4° C	7 días	1,000
Metales en general	Polietileno (A) - Vidrio(A)	Metales disueltos, filtrar inmediatamente 2mL Conc.HNO ₃ /l muestra, pH<2	6 meses	1,000

RECIPIENTES PARA MUESTREO Y PRESERVACIÓN DE MUESTRAS⁵ (continuación)

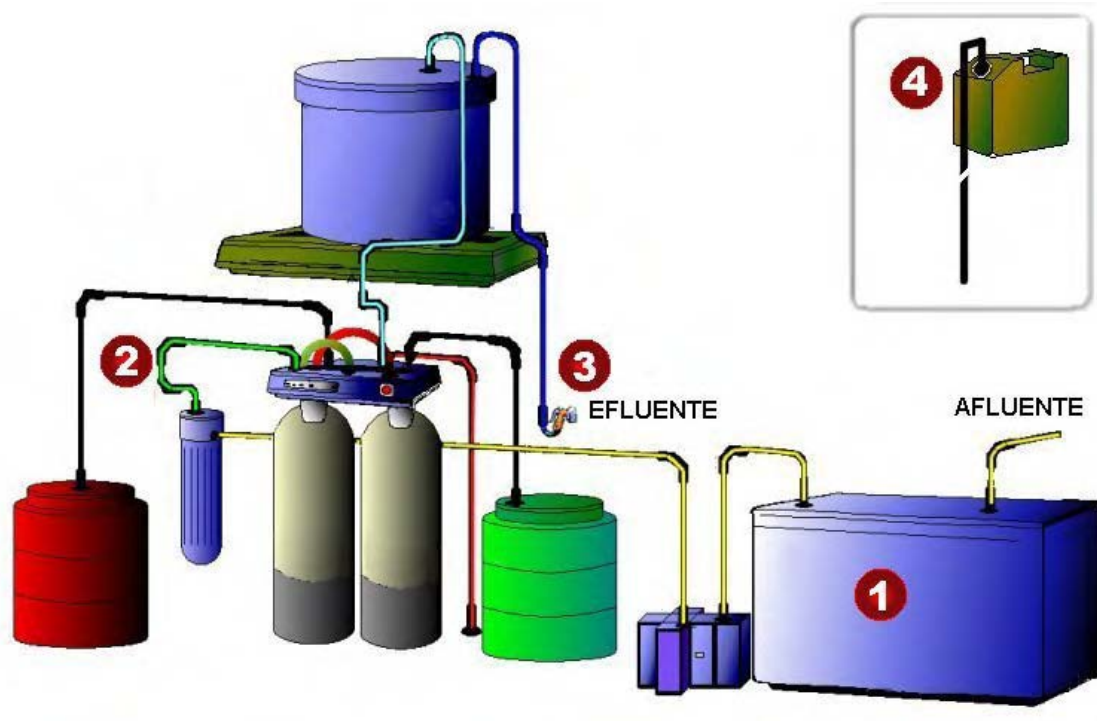
PARAMETROS	RECIPIENTES	PRESERVANTES	TIEMPO DE ALMACENAMIENTO (Recomendado/Obligado)	VOLUMEN MINIMO DE MUESTRA (mL)
Mercurio	Polietileno (A) - Vidrio(A)	HNO ₃ /l muestra, pH < 2	28 días	1,000
Niquel	Polietileno (A) - Vidrio(A)	2mL Conc. HNO ₃ /l muestra, pH < 2	6 meses	1,000
Nitrógeno Amoniacal	Polietileno-vidrio	Analizar lo antes posible o añadir H ₂ SO ₄ , pH<2, enfriar, a 4° C	7 días / 28 días	1,000
Nitrato	Polietileno-vidrio	Analizar inmediatamente o enfriar, a 4° C	48 hs (28 días para muestras coloreadas)	1,000
Nitrito	Polietileno-vidrio	Analizar inmediatamente o enfriar, a 4° C	Ninguno / 28 días	100
Nitrito + Nitrato	Polietileno	H ₂ SO ₄ , pH<2, enfriar, a 4° C	28 días	200
Nitrógeno Kjendahl	Polietileno-vidrio	H ₂ SO ₄ , pH<2, enfriar, a 4° C	7 días / 28 días	1,000
Nitrógeno Orgánico	Polietileno-vidrio	H ₂ SO ₄ , pH<2, enfriar, a 4° C	7 días / 28 días	1,000
Pentaclorofenol	Vidrio	H ₂ SO ₄ , pH<4 y 0.5g CuSO ₄ /l, enfriar, a 4° C	24 horas	1,000
PH	Polietileno	Ninguno	Preferible medir inmediatamente	200
Plaguicidas organoclorados	Vidrio	Enfriar, a 4° C	Preferible extraer inmediatamente	2,500
Plata	Polietileno (A) - Vidrio(A)	2mL Conc. HNO ₃ /l muestra, pH < 2	6 meses	1,000
Plomo	Polietileno (A) - Vidrio(A)	2mL Conc. HNO ₃ /l muestra, pH < 2	6 meses	1,000
Potasio	Polietileno	2mL Conc. HNO ₃ /l muestra, pH < 2 enfriar, a 4° C	7 días	1,000
Selenio	Polietileno (A) - Vidrio(A)	Enfriar, a 4° C	6 meses	1,000
Silica	Polietileno (A)	Enfriar, a 4° C	28 días	200
Sulfato	Polietileno-vidrio	Enfriar, a 4° C	7 días	250
Turbidez	Polietileno	Enfriar, a 4° C	7 días	500
Olor	Vidrio	Enfriar, a 4° C	6 horas	500
Sabor	Vidrio	Enfriar, a 4° C	24 horas	500
Temperatura	-	Analizar inmediatamente	Determinar en sitio de muestreo	500
STD Total de Sólidos Disueltos	Polietileno-vidrio	Enfriar, a 4° C	7 días	1,000
Sustancias Orgánicas	Vidrio	Enfriar, a 4° C	Analizar inmediatamente	1,000
Plaguicidas	Vidrio, envase enjuagado con solvente orgánico recubierto con teflón	Enfriar, a 4° C, 100mL de Na ₂ S ₂ O ₃ en presencia de Cl	7 días	2,500
Desinfectante y subproductos de desinfección	Vidrio	Enfriar, a 4° C	Analizar inmediatamente	1,000
Radionúclidos	Vidrio		-	1,000
Pruebas Microbiológicas	Polietileno-vidrio	Enfriar, a 4° C	No exceder de 6 horas	200

(A) = Lavado con HNO₃ 1 + 1

ANEXO 6

**PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA DEL EQUIPO DESMINERALIZADOR DEL
AGUA DE LA FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA DE LA UNIVERSIDAD
DE EL SALVADOR**

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA DEL EQUIPO DESMINERALIZADOR DEL AGUA DE LA FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA DE LA UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR



Puntos de Toma de Muestras:

1. Tanque de abastecimiento.
2. Después del filtro.
3. Dispensador de agua desmineralizada.
4. Recipiente de almacenamiento de agua desmineralizada para uso de las diferentes prácticas.

ANEXO 7

Punto del Muestreo: _____

Fecha: ___ / ___ / ___ T°: _____ Hora: _____ am
 pm

Parámetros a analizar: _____

Preservante: _____

Nombre: _____

firma: _____

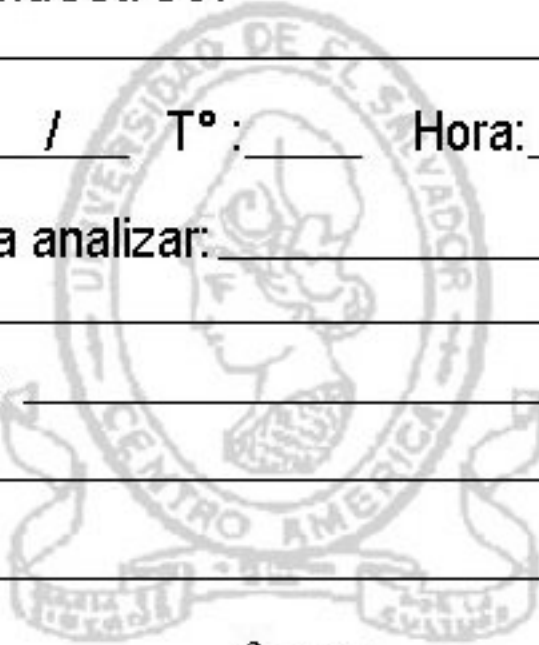


Figura 17. ETIQUETA DE IDENTIFICACIÓN DE LAS MUESTRAS

ANEXO 8

FOTOGRAFÍAS DEL EQUIPO DESMINERALIZADOR



Fotografía 1. Pared e Iluminación del área del equipo de desmineralización.



Fotografía 2. Fuga de agua.



Fotografía 3. Refrigeradora.



Fotografía 4. Cajas de cristalería, hielera.



Fotografía 5. Filtros.



Fotografía 6. Microscopios, balanza de torsión.



Fotografía 7. Tanque de almacenamiento.



Fotografía 8. Monitor, Máquina de escribir, escoba y contenedores con regenerantes.



Fotografía 9. Rotafolio.



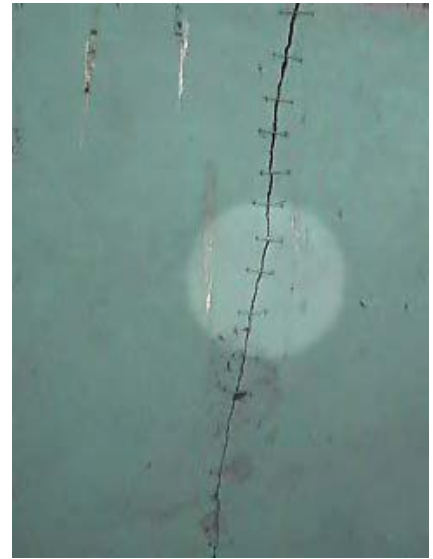
Fotografía 10. Equipo desmineralizador.



Fotografía 11. Resina Catiónica (1); Resina Aniónica (2).



Fotografía 12. Tapa del Tanque de Almacenamiento



Fotografía 13. Vista Superior de la tapa del Tanque de Almacenamiento



Fotografía 14. Monitor.



Fotografía 15. Cajas térmicas.



Fotografía 16. Equipo desmineralizador.



Fotografía 17. Prefiltro.



Fotografía 18. Válvula de bola.



Fotografía 19. Manguera del dispensador de agua desmineralizador .



Fotografía 20. Caja térmica.



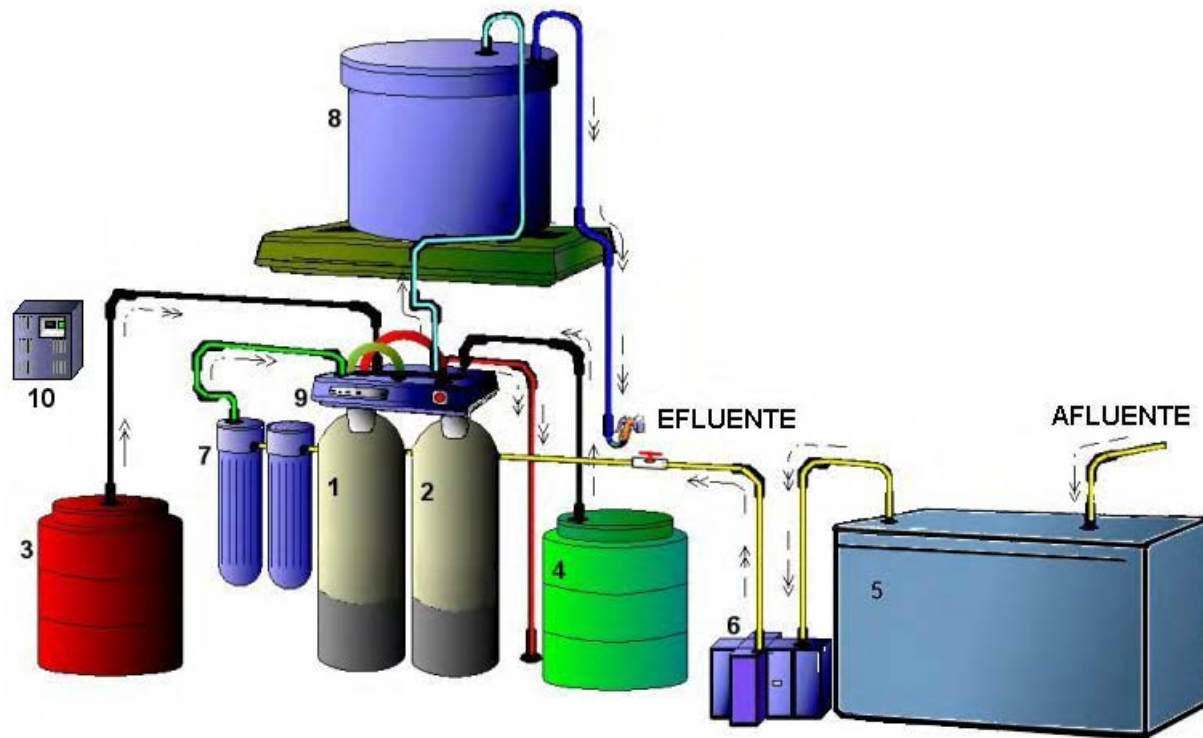
Fotografía 21. Piso.



Fotografía 22. Pared y puerta pintada.

ANEXO 9
DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO DE DESMINERALIZACION DEL
AGUA DE LA FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA DE LA UNIVERSIDAD
DE EL SALVADOR

DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO DE DESMINERALIZADOR DEL AGUA DE LA FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA DE LA UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR



1. Resina Catiónica.
2. Resina Aniónica.
3. Ácido Clorhídrico
4. Hidróxido de Sodio
5. Tanque de abastecimiento
6. Bomba de succión
7. Filtro
8. Tanque de almacenamiento
9. Panel de Control.
10. Caja Térmica

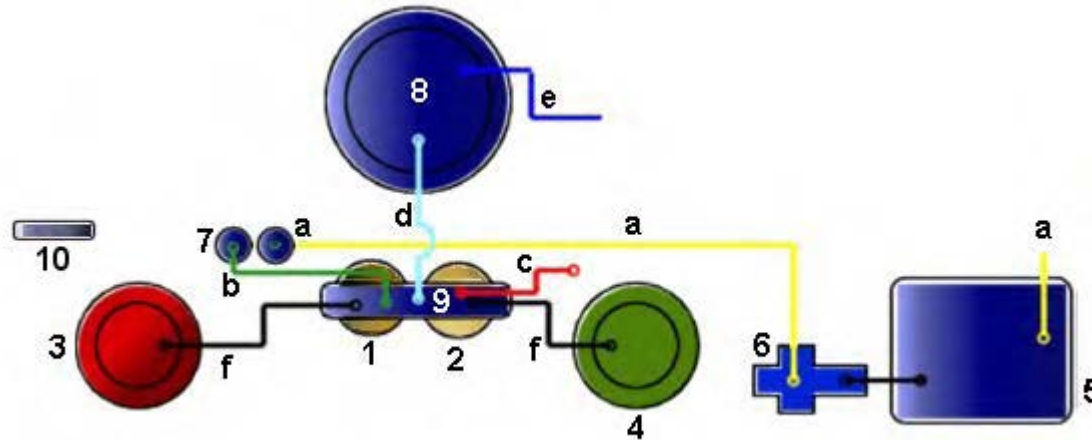
Simbología:

- Agua Impura
- Agua Filtrada
- Agua de Descarte
- Agua Desmineralizada (tanque de almacenamiento)
- Agua Desmineralizada (efluente)
- Regenerante

ANEXO 10

**VISTA EN PLANTA DEL EQUIPO DESMINERALIZADOR DEL AGUA DE LA
FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA DE LA UNIVERSIDAD DE EL
SALVADOR**

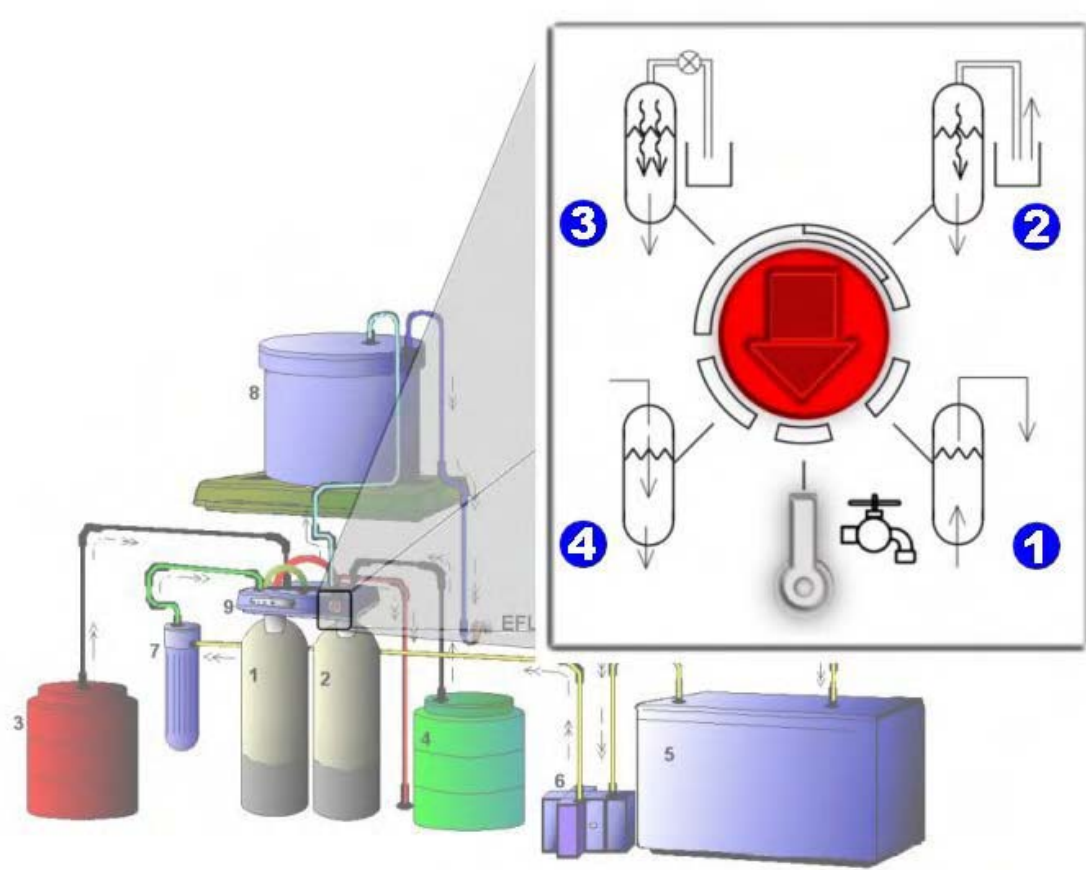
VISTA EN PLANTA DEL EQUIPO DESMINERALIZADOR DEL AGUA DE LA FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA DE LA UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR



Partes del equipo	Simbología del Flujo de Agua
1. Resina Catiónica	a. Agua Impura
2. Resina Aniónica	b. Agua Filtrada
3. Ácido Clorhídrico	c. Agua de descarte
4. Hidróxido de Sodio	d. Agua desmineralizada (tanque de almacenamiento)
5. Tanque de abastecimiento	e. Agua desmineralizada (efluente)
6. Bomba de succión	f. Regenerante
7. Filtro	
8. Tanque de almacenamiento	
9. Panel de Control	
10. Caja Térmica	

ANEXO 11
DIAGRAMA DE PANEL DE CONTROL DEL EQUIPO DESMINERALIZADOR DEL
AGUA DE LA FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA DE LA UNIVERSIDAD DE
EL SALVADOR

DIAGRAMA DE PANEL DE CONTROL DEL EQUIPO DESMINERALIZADOR DEL AGUA DE LA FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA DE LA UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR



Panel de control:

1. Etapa de Retrolavado
2. Etapa de Succión del HCL ó NaOH
3. Enjuague Lento
4. Enjuague Rápido

ANEXO 12

ESPECIFICACIONES DEL AGUA PARA REACTIVOS

PARAMETRO DE CALIDAD	Tipo I	Tipo II	Tipo III
Bacterias, UFC/mL	10	1000	NA
pH	NA	NA	5-8
Resistividad, megaohm/cm a 25°	>10	>1	0.11
Resistividad, megaohm/cm a 25°	>10	>1	0.1
Conductividad, μ mho/cm 25°	<0.1	1	10
SiO ₂ , mg/ L	<0.05	<0.1	<1
Sólidos Totales, mg/L	0.1	1	5
Carbono orgánico oxidable total, mg/L	<0.05	<0.2	<1

NA = No aplicable

ANEXO 13

APARTADOS DE PRUEBAS DE HIERRO Y SILICE¹

SECCION 3030 B:

FILTRACION PRELIMINAR

Si se trata de determinar metales disueltos o suspendidos, filtrar la muestra en el momento de recogerla con un dispositivo filtrante de plástico preacondicionado mediante vacío o presión y que lleve un soporte de filtro de plástico o TFE haciéndolo pasar por un filtro de membrana (policarbonato o acetato de celulosa) de 0.4 a 0.45 μm de diámetro de poro prelavado y sin rejilla. Antes de usarlo filtrar un blanco de agua de calidad para reactivos, para asegurar la ausencia de contaminación. El preacondicionamiento del filtro y dispositivo del filtro se realiza enjuagando con 50 mL de agua desionizada. Si el blanco del filtro contiene concentraciones significativas de metales, sumérgase los filtros de membrana en HCL 0.5 N o HNO₃ (1+1).

SECCION 3030 C:

TRATAMIENTO PRELIMINAR DE METALES EXTRAÍBLES POR ACIDO

Los Metales extraíbles se absorben ligeramente sobre material en partículas. Debido a que puede resultar inevitable la digestión de algunas muestras, deberá de operarse en condiciones estrictamente controladas a fin de obtener resultados significativos y reproducibles. Manteniendo constante el volumen de la muestra, el volumen de ácido y el tiempo de contacto. Expresar lo resultados en metales extraíbles y especificar las condiciones de extracción.

En cuanto de toma la muestra, se acidula con 5.0 mL de HNO_3 conc/L de muestra. Para preparar la muestra, mezclar y pasar a un matraz de 100.0 mL y añadir 5.0 mL de HCL (1+1).

Calentar durante 15 minutos en un baño de vapor. Filtrar a través de un filtro de membrana y ajustar el volumen del filtrado a 100 mL con agua y proceder al análisis.

SECCION 3030 D:

DIGESTION PRELIMINAR DE METALES

Con objeto de reducir la interferencia de la materia orgánica y convertir el metal asociado a las partículas en una forma (normalmente el metal libre) que pueda determinarse por espectrometría de absorción atómica, utilizar una de las técnicas de digestión señaladas después utilizar el método de digestión menos complejo que permita alcanzar una recuperación completa y consistente, compatible con el método analítico y con el metal que se analiza.

El ácido nítrico digiere la mayoría de la muestra en forma adecuada (sección 3030 E). El nitrato es una matriz aceptable tanto para la llama como para la absorción atómica. Algunas muestras pueden necesitar la adición de ácido perclórico, ácido clorhídrico ó ácido sulfúrico para una digestión completa estos ácidos pueden interferir en análisis de algunos metales y todo ellos proporcionan una matriz muy pobre para análisis electrotérmicos.

Confirmar la recuperación del metal para cada digestión y procedimiento analítico utilizado. Utilizar la tabla 3030 I como una guía para determinar los ácidos que se pueden emplear (además HNO_3) para llegar a una digestión completa por regla general el ácido nítrico solo es adecuado para muestras limpias o materiales que se oxidan con facilidad; la digestión con $\text{HNO}_3 - \text{H}_2\text{SO}_4$ o con $\text{HNO}_3 - \text{HCl}$ es adecuada para la materia orgánica fácilmente oxidable; en el caso de materia orgánica o minerales de difícil oxidación es necesario emplear $\text{HNO}_3 - \text{HClO}_4$ ó $\text{HNO}_3 - \text{HF}$ para la digestión si existen grandes cantidades de materia orgánica es útil para combustión seca.

Preparar siempre muestras de blancos de ácido para cada tipo de digestión realizada. La experiencia demuestra que un blanco hecho con los mismos ácidos y sometido al mismo procedimiento de digestión que la muestra puede proporcionar la corrección de las impurezas presentes en los ácidos, en el agua para reactivos o en el material de vidrio.

Tabla 3030 I: Ácidos utilizados junto con el ácido nítrico para preparación de la muestra.

Ácido	Recomendado para	Puede ser útil para	No recomendado para
HCL	-	Sb, Ru, Sn	Ag, Th, Pb
H ₂ SO ₄	Ti	-	Ag, Pb, Ba
HClO ₄	-	Materiales orgánicos	-
HF	-	Materiales silíceos	-

SECCION 3030 E:

DIGESTIÓN POR ÁCIDO NÍTRICO

1. Material:

- a. Baño de vapor.
- b. Erlenmeyer de 125 mL, lavados con ácidos y enjuagados con agua.

2. Reactivos:

Ácido nítrico, concentrado.

3. Procedimiento:

Mezclar la muestra y pasar un volumen adecuado de la misma (50.0 a 100.0 mL) a un erlenmeyer. Añadir 5.0 mL de HNO₃ y unas perlas de ebullición. Llevar a ebullición lenta y evaporar sobre un hot plate hasta el menor volumen posible (aproximadamente 10.0 a 20.0 mL) antes de que tenga lugar una

precipitación. Continuar calentando y añadir el ácido nitrito concentrado, necesario para completar la digestión perceptible por que la solución se hace transparente y ligeramente coloreada. No dejar que la muestra se seque durante la digestión.

Lavar las paredes del erlenmeyer y filtrar si es necesario (véase sección 3030 B) pasar el filtrado a un erlenmeyer de 10.0 mL junto con dos partes de agua de 5.0 mL, añadiendo este líquido de lavado a un erlenmeyer. Enfriar, diluir hasta la señal y mezclar cuidadosamente. Tomar porciones de estas soluciones para las determinaciones del metal requerida. Alternativamente toma un volumen mayor de muestra en todo el procedimiento, para concentración. (Véase sección 3030 B).

SECCION 3030 F:

DIGESTIÓN POR ÁCIDO NÍTRICO- ÁCIDO CLORHIDRICO

1. Material:

Véase 3030 E. 1.

2. Reactivos:

- a. Ácido nítrico, concentrado.
- b. Ácido clorhídrico (1+1)

3. Procedimiento

a. Ácido nítrico/ ácido clorhídrico en total:

Pasar a un erlenmeyer un volumen medido de muestra, bien mezclado y mantenido con ácido, apropiado a las concentraciones de metales esperada (Véase 3030 E.1b). Añadir 3.0 mL de ácido nítrico concentrado. Colocar en un

erlenmeyer sobre un hot plate y evaporase con precaución hasta menos de 5.0 mL, asegurándose de que la muestra no hierva y no se reseque. Enfriar y añadir 5.0 mL de ácido nítrico concentrado. Cubrir el recipiente con un vidrio de reloj y vuelva a colocar sobre el baño de vapor. Aumente la temperatura de la hot plate para dar lugar a un reflujo suave. Continuar calentando, añadir más ácido si es necesario hasta completar la digestión (lo que queda indicado por lo general por un ligero color o ausencia de cambio en su apariencia al continuar el reflujo). Evaporar 5.0 mL y enfriar. Añadir 10.0 mL de ácido clorhídrico (1+1) y 15.0 mL de agua por 100.0 mL de volumen final. Calentar 15 minutos más para disolver cualquier posible precipitado o residuo. Enfriar, lavar las paredes del erlenmeyer y el vidrio reloj, filtrar para eliminar el material insoluble que podría obstruir el nebulizador. Alternativamente, centrifugar o dejar sedimentar durante la noche. Ajustar un volumen predeterminado basándose en las concentraciones de metales esperadas.

b. Ácido nítrico / Ácido clorhídrico recuperable:

Para este procedimiento de digestión, menos preciso, pasar a un erlenmeyer medido de muestra bien mezclada y mantenida en ácido. Añadir 2.0 mL de ácido nítrico (1+1) y 10.0 mL de ácido clorhídrico (1+1) y calentar en hot plate hasta que el volumen se reduzca a unos 25.0 mL, asegurándose de que la muestra no hierva. Enfriar y filtrar para eliminar la materia insoluble o bien centrifugar o dejar sedimentar durante toda la noche. Ajustar el volumen a 100.0 mL y mezclar.

SECCION 3030 G:

DIGESTIÓN POR ÁCIDO NÍTRICO – ÁCIDO SULFÚRICO

1. Material:

Véase 3030 E.1.

2. Reactivos:

- a. Solución de indicador naranja de metilo.
- b. Ácido nítrico concentrado.
- c. Ácido sulfúrico concentrado.

3. Procedimiento:

Mezclar la muestra y tomar con la pipeta un volumen adecuado a un erlenmeyer (véase 3030 E.1 b). Si la muestra no esta acidulada, acidular con ácido sulfúrico concentrado. Hasta un punto final con naranja de metilo y agregar 5.0 mL de ácido nítrico concentrado. Y perlas de ebullición. Llevar a ebullición lentamente sobre un hot plate y evaporar hasta 15.0 a 20.0 mL y agregar 5.0 mL de ácido nítrico concentrado. Y 10.0 mL de ácido sulfúrico concentrado. Evaporar sobre el hot plate hasta la aparición de humo blanco de SO_3 . Si la solución no es transparente agregar 10.0 mL de ácido sulfúrico concentrado. Y repita la evaporación hasta la aparición de SO_3 . Calentar hasta eliminar todo el HNO_3 antes de continuar el tratamiento. Cuando la solución es transparente no aparece humo parduzco, todo el ácido nítrico estará eliminado. No dejar que la muestra se seque durante la digestión.

Enfriar y diluir con agua hasta 50.0 mL aproximadamente. Calentar hasta la ebullición con el objeto de eliminar las sales que sean casi insolubles. Filtrar si

es necesario, completar el procedimiento tal como se indica en la sección 3030 E. 3 desde que comienza con “pasar el filtrado a un erlenmeyer de 10.0 mL”.

SECCION 3030 H:

DIGESTIÓN POR ÁCIDO NÍTRICO – ÁCIDO PERCLORICO

1. Material:

Véase 3030 E.1. Se necesita además lo siguientes:

Pantalla de seguridad y gafas protectoras

3. Reactivos:

- a. Solución acuosa de indicador de naranja de metilo.
- b. Ácido nítrico concentrado.
- c. Ácido perclórico.
- d. Solución de acetato de amonio: preparada disolviendo 500g de $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ en 600.0 mL de agua.

4. Procedimiento:

Precaución:

“Las mezcla de HClO_4 y materias orgánicas calentadas pueden explotar violentamente. Evitar este riesgo tomando las siguientes precauciones:

- a. No añadir HClO_4 a una solución caliente que contenga materia orgánica.
- b. Tratar siempre previamente con HNO_3 las muestras que contenga materia orgánica antes de la adición de HClO_4 .

- c. Evitar la repetida formación de humo trabajando en cámara de extracción (para operaciones de rutinas basta conectar la trampa de agua a un extractor de humos de vidrio. Existe en el comercio campanas extractoras de humos en acero inoxidable con una adecuada instalación de lavado con agua que son aceptables cuando se utiliza HClO_4).
- d. No evaporar nunca a sequedad las muestras que se están digiriendo con HClO_4 .”

Mezclar la muestra y pasar un volumen apropiado de la misma a un erlenmeyer adecuado (véase sección 3030 E. 1 b). Si la muestra no está acidulada, acidular con HNO_3 concentrado. Hasta un punto final con naranja de metilo. Añadir 5.0 mL de HNO_3 y unas perlas de ebullición, evaporar sobre un hot plate hasta 15.0 a 20.0 mL. Agregar 10.0 mL de HNO_3 concentrado. Y 10.0 mL de HClO_4 concentrado. Enfriar el erlenmeyer entre las adiciones. Evaporar suavemente sobre el hot plate hasta que aparezcan humos blancos densos de HClO_4 . Si la solución no es transparente se cubre el recipiente con un vidrio reloj y se mantiene en ebullición hasta que se hace transparente. Si es necesario, añadir 10.0 mL de HNO_3 concentrado. Para completar la digestión. Enfriar y diluir hasta 50.0 mL aproximadamente con agua y llevar a ebullición para expulsar el cloro o los óxidos de nitrógeno. Filtrar y completar el procedimiento siguiendo lo señalado en 3030 E. 3 comenzando por “pasar el filtrado a un erlenmeyer de 10.0 mL”.

SECCION 3030 I:

DIGESTIÓN POR ÁCIDO PERCLORICO – ÁCIDO FLUORHÍDRICO

1. Material:

- a. Hot plate
- b. Vasos de TFE de 250.0 mL, lavados con ácido y enjuagados con agua.

2. Reactivos:

- a. Ácido nítrico concentrado.
- b. Ácido perclórico.
- c. Ácido fluorhídrico 48 a 51 por 100.

3. Procedimiento:

Precaución:

“Véase las precauciones de 3030 H para utilizar el HClO_4 :

Manipular con mucho cuidado el HF proporcionando una ventilación adecuada, sobre todo a la solución calentada. Evitar cualquier contacto con la piel. En el caso de quemadura con HF hay que solicitar ayuda médica”.

Mezclar la muestra y pasar un volumen adecuado de la misma a un vaso de TFE de 250.0 mL. Añadir perlas de ebullición y llevar a ebullición lenta. Evaporar sobre el hot plate hasta 15.0 a 20.0 mL. Añadir 12.0 mL de HNO_3 concentrado. Y evaporar aproximadamente a sequedad. Repetir la adición de HNO_3 y la evaporación. Dejar enfriar la solución y añadir 20.0 mL de HClO_4 Y 1.0 mL de HF y llevar a ebullición hasta que la solución sea transparente y aparecen humos blanco de HClO_4 . Enfriar y añadir 50.0 mL de agua y proceder como se indica en la sección 3030 E.3 comenzando por “pasar el filtrado a un erlenmeyer de 10.0 mL”

SECCION 3030 J

COMBUSTION SECA

1. Material:

- a. Placas de evaporación : fabricada con unos de los materiales siguientes:
 1. Cápsula de porcelana de 90 mm diámetro.
 2. Cápsula de platino.
 3. Vaso alto de sílice.
- b. Horno de mufla para operar a $550 \pm 50^{\circ}$.
- c. Baño de vapor.
- d. Desecador.
- e. Horno de secado para operaciones a $103 - 105^{\circ}$.
- f. Balanza analítica capaz de pesa hasta 0.1 mg.
- g. Disco de filtrado de fibras de vidrio, sin aglutinante orgánico.
- h. Aparato de filtrado: elegir entre los dispositivos siguientes el mas adecuado para el disco de filtrado seleccionando :
 1. Embudo de filtrado de membrana.
 2. Crisol de Gooch, 25 a 40 mL de capacidad con adaptador.
 3. Dispositivo de filtrado con reservorio y disco de arandela gruesa (40-60 μm) como soporte del filtro
- i. Matraz de solución de capacidad suficiente para el tamaño de la muestra seleccionado.
- j. Horno de secado para operaciones a $180 \pm 2^{\circ}$.

2. PROCEDIMIENTO:

Mezclar la muestra y pasar un volumen adecuado de la misma a un evaporador de platino o de vidrio de alto contenido en sílice. Evaporar a sequedad en un baño de vapor. Pasar el evaporador a un horno de mufla y calentar la muestra hasta obtener una ceniza blanca. Si se va a determinar elementos volátiles, mantener la temperatura entre 400 y 450°. Si solo se va a determinar sodio llevar a cabo la combustión seca de la muestra hasta una temperatura de 600°. Disolver la ceniza en una cantidad mínima de HNO₃ concentrado. Y agua caliente. Filtrar la muestra diluida y ajustar a volumen conocido preferiblemente de modo que la concentración final de HNO₃ sea aproximadamente de 1 por 100. Tomar porciones de esta solución para la determinación de metales.

SECCION 3111 B. 4b

Funcionamiento del Equipo.

Debido a las diferencias entre las diversas formas y modelos de espectrómetros de absorción atómica aplicables a cada equipo. Ver el manual de procedimiento de cada fabricante.

SECCION 4500 Si D: 4 b

Para detectar la presencia de sílice molibdato – no reactiva, digerir la muestra con NaHCO₃ antes del desarrollo del color. Esta digestión no es necesariamente suficiente para convertir toda la sílice no molibdato – reactiva en la forma reactiva. Los silicatos complejos y polímeros con más sílice pueden precisar una función prolongada con álcalis a temperatura elevada o una

digestión bajo presión para su conversión completa. Omitir la digestión si se sabe que toda la sílice reacciona con molibdato.

Preparar una muestra transparente por filtración si fuera necesario. Agregar 50.0 mL o una porción menor diluida a 50.0 mL en una cápsula de platino de 100.0 mL. Agregar 200.0 mg de NaHCO₃ excepto de sílice y digerir en un baño de vapor durante una hora enfriar y añadir lentamente, con agitación, 2.4 mL de H₂SO₄ 1 N. No interrumpir el análisis. Si bien proceder en seguida con los pasos restantes. Transferir cuantitativamente a un tubo Nessler de 50.0 mL y completar hasta la señal con agua destilada (Es conveniente utilizar tubos de 50.0 mL de forma alta para mezclar, incluso si luego se pasa la solución a un celda para la medición fotométrica.

TABLA 4500- Si: I

Selección de la longitud del recorrido de luz para varias concentraciones de sílice.

Recorrido de la luz cm	METODO D	METODO E	
	Sílice en volumen final de 55 mL µg	Sílice en volumen final de 55 mL µg	
		Longitud de onda 650 nm	Longitud de onda 815 nm
1	200 - 1.300	40 - 300	20 – 100
2	100 - 700	20 - 150	10 – 50
5	40 - 250	7 - 50	4 – 20
10	20 - 130	4 - 30	2 – 10

APARTADOS

Apartado 3d:

Solución de Calcio: Disolver 630 mg de CaCO_3 en 50.0 mL de HCL (1+5). Llevar a ebullición suave para obtener una disolución completa. Enfriar y diluir con agua hasta 1000.0 mL.

Apartado 3f:

Solución de Lantano: Disolver 58.65g de La_2O_3 , en 250.0 mL de HCL concentrado. Añadir el ácido lentamente hasta que el material sea disuelto, diluyendo después con agua hasta 1000.0 mL.

Apartado 3j:

Solución patrón de metales:

Preparar una serie de soluciones patrón de metales en un intervalo óptimo de concentraciones por dilución apropiada de las siguientes soluciones de metales de reserva con agua que contiene 1.5 mL HNO_3 concentrado. Secar cuidadosamente los reactivos antes de emplearlos. Es necesario utilizar reactivos de alta pureza si se trata de hidratos utilice reactivo reciente:

Hierro: Disolver 0.100 g de alambre de hierro en una mezcla de 10.0 mL de HCL (1+1) y 3.0 mL de HNO_3 conc. Agregar 5.0 mL de HNO_3 conc. Y diluir con agua hasta 1000.0 mL ; 100.0 mL = 100.0 μm de hierro.

Apartado 3k:

Solución de metales patrón:

Preparar una serie de soluciones patrón de metales en un intervalo óptimo de concentraciones por diluyendo apropiadamente las siguientes soluciones de metales de reserva con agua que contiene 1.5 mL HNO₃ conc /L:

Sílice: No secar. Disolver 0.4730g de Na₂ SiO₃.9H₂O en agua. Agregar 10.0 mL de HNO₃ concentrado. Y diluir con agua hasta 1000.0 mL. 100.0mL = 100.0 μm Si Conservar en frasco de polietileno.

ANEXO 14

**RESULTADOS OBTENIDO DE LOS ANALISIS REALIZADOS DURANTE EL
MES DE JULIO A SEPTIEMBRE.**

DETERMINACION DE ALCALINIDAD

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		UNIDADES	SEMANA								PROMEDIO
			220703	290703	120803	190803	260803	030903	090903	160903	
1	Tanque de abastecimiento	mg/L	251.86*	241.08	220.97	236.17	97.02	247.45	187.67	272.93	219.39
2	Después del filtro	mg/L	226.38	224.91	211.92	236.70	119.56	242.06	207.76	276.36	218.20
3	Dispensador de agua desmineralizada	mg/L	4.90	5.14	5.63	5.88	6.37	4.90	4.41	3.92	5.14
4	Recipiente de almacenamiento de agua desmineralizada	mg/L	5.84	5.39	5.39	5.39	5.88	5.88	4.90	3.92	5.32

* Ejemplo de cálculos

Continuación

DETERMINACION DE CLORUROS

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		UNIDADES	SEMANA								PROMEDIO
			220703	290703	120803	190803	260803	030903	090903	160903	
1	Tanque de abastecimiento	mg/L	25.72*	25.78	26.21	27.70	20.96	26.32	26.54	38.20	27.18
2	Después del filtro	mg/L	24.90	24.84	22.34	22.77	19.97	26.20	27.85	39.01	25.98
3	Dispensador de agua desmineralizada	mg/L	7.68	16.73	13.10	7.77	5.80	15.85	15.47	4.80	10.90
4	Recipiente de almacenamiento de agua desmineralizada	mg/L	9.98	13.29	14.73	7.40	5.55	15.57	15.57	5.80	10.98

* Ejemplo de cálculos

Continuación

DETERMINACION DE CONDUCTIVIDAD

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		UNIDADES	SEMANA								PROMEDIO
			220703	290703	120803	190803	260803	030903	090903	160903	
1	Tanque de abastecimiento	mmhos/cm	600*	500	475	600	200	600	450	350	471.87
2	Después del filtro	mmhos/cm	600	550	475	450	300	550	350	300	446.87
3	Dispensador de agua desmineralizada	mmhos/cm	7.00	2.75	2.60	5.25	6.00	1.62	1.77	2.50	3.68
4	Recipiente de almacenamiento de agua desmineralizada	mmhos/cm	8.75	4.30	2.70	9.00	9.00	4.37	6.52	11.25	6.98

* Ejemplo de cálculos

Continuación

DETERMINACION DE DUREZA

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		UNIDADES	SEMANA								PROMEDIO
			220703	290703	120803	190803	260803	030903	090903	160903	
1	Tanque de abastecimiento	mg/L	5.77*	5.82	5.16	2.90	1.00	2.78	2.26	2.70	3.55
2	Después del filtro	mg/L	5.57	5.50	4.41	2.78	1.33	2.75	2.33	2.67	3.42
3	Dispensador de agua desmineralizada	mg/L	0.04	0.04	0.05	0.06	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04
4	Recipiente de almacenamiento de agua desmineralizada	mg/L	0.04	0.04	0.06	0.06	0.04	0.06	0.04	0.04	0.04

* Ejemplo de cálculos

Continuación

DETERMINACION DE HIERRO

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		UNIDADES	SEMANA								PROMEDIO
			220703	290703	120803	190803	260803	030903	090903	160903	
1	Tanque de abastecimiento	mg/L	0.01	0.01	0.10	0.20	0.01	0.01	0.01	0.01	0.04
2	Después del filtro	mg/L	0.01	0.01	0.01	0.05	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
3	Dispensador de agua desmineralizada	mg/L	0.10	0.10	0.10	0.15	0.15	0.10	0.10	0.01	0.10
4	Recipiente de almacenamiento de agua desmineralizada	mg/L	0.06	0.06	0.05	0.15	0.01	0.01	0.10	0.05	0.06

Continuación

DETERMINACION DE pH

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		SEMANA								PROMEDIO
		220703	290703	120803	190803	260803	030903	090903	160903	
1	Tanque de abastecimiento	7.14	7.18	7.16	7.05	7.16	7.30	7.06	7.17	7.15
2	Después del filtro	7.15	7.22	7.18	7.15	7.27	7.48	7.15	7.31	7.24
3	Dispensador de agua desmineralizada	7.07	7.12	7.31	3.93	5.03	7.01	4.97	4.21	5.83
4	Recipiente de almacenamiento de agua desmineralizada	6.64	6.65	7.07	3.79	4.93	6.93	5.78	4.83	5.83

Continuación

DETERMINACION DE SILICE

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA	UNIDADES	SEMANA									PROMEDIO
		220703	290703	120803	190803	260803	030903	090903	160903		
1	Tanque de abastecimiento	mg/L	36.25	34.60	34.85	34.50	16.75	41.65	37.40	45.75	35.21
2	Después del filtro	mg/L	30.55	34.30	32.85	35.70	21.00	22.07	35.35	48.70	32.56
3	Dispensador de agua desmineralizada	mg/L	16.80	19.10	21.70	0.73	4.95	21.04	20.16	49.15.	19.20
4	Recipiente de almacenamiento de agua desmineralizada	mg/L	11.25	14.00	12.50	1.50	29.12	1.49	1.54	29.20	12.57

Continuación

DETERMINACION DE SÓLIDOS TOTALES

PUNTOS DE TOMA DE MUESTRA		UNIDADES	SEMANA								PROMEDIO
			220703	290703	120803	190803	260803	030903	090903	160903	
1	Tanque de abastecimiento	mg/L	239.30	249.00	425.00*	474.50	12.00	457.50	412.50	525.00	349.35
2	Después del filtro	mg/L	400.00	408.00	580.00	435.00	16.50	417.50	417.50	557.50	404.00
3	Dispensador de agua desmineralizada	mg/L	92.65	93.00	29.50	245.00	10.00	32.50	120.00	120.00	92.83
4	Recipiente de almacenamiento de agua desmineralizada	mg/L	72.25	74.60	5.75	292.50	10.00	10.00	32.50	90.00	73.45

* Ejemplo de cálculos