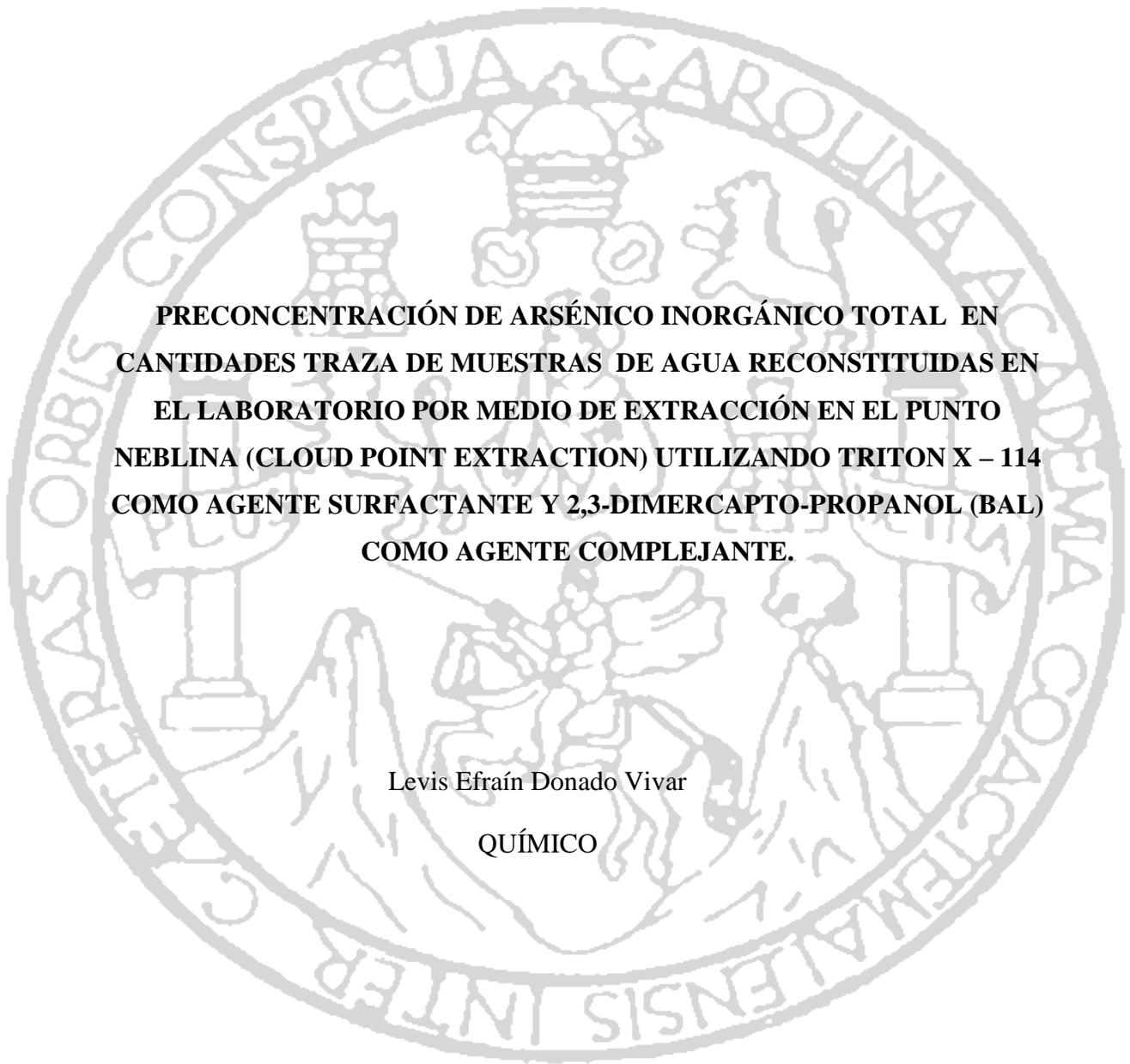


UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS Y FARMACIA

The seal of the University of San Carlos of Guatemala is a large, circular emblem in the background. It features a central shield with a crown on top, flanked by two figures. The shield is supported by two pillars. The Latin motto "SALUTEM ALIENIS INTER" is inscribed at the bottom, and "CONSPICUA CAROLINA" is at the top. The full name "ACADEMIA COACATEMALTENSIS" is written around the inner border of the seal.

**PRECONCENTRACIÓN DE ARSÉNICO INORGÁNICO TOTAL EN
CANTIDADES TRAZA DE MUESTRAS DE AGUA RECONSTITUIDAS EN
EL LABORATORIO POR MEDIO DE EXTRACCIÓN EN EL PUNTO
NEBLINA (CLOUD POINT EXTRACTION) UTILIZANDO TRITON X – 114
COMO AGENTE SURFACTANTE Y 2,3-DIMERCAPTO-PROPANOL (BAL)
COMO AGENTE COMPLEJANTE.**

Levis Efraín Donado Vivar

QUÍMICO

Guatemala, agosto de 2013

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS Y FARMACIA

**PRECONCENTRACIÓN DE ARSÉNICO INORGÁNICO TOTAL EN
CANTIDADES TRAZA DE MUESTRAS DE AGUA RECONSTITUIDAS EN
EL LABORATORIO POR MEDIO DE EXTRACCIÓN EN EL PUNTO
NEBLINA (CLOUD POINT EXTRACTION) UTILIZANDO TRITON X – 114
COMO AGENTE SURFACTANTE Y 2,3-DIMERCAPTO-PROPANOL (BAL)
COMO AGENTE COMPLEJANTE.**

Proyecto de Investigación

Presentado por

Levis Efraín Donado Vivar

Para Optar al Título de

QUÍMICO

Guatemala, agosto de 2013

JUNTA DIRECTIVA

Oscar Cóbar Pinto, Ph.D.	Decano
Lic. Pablo Ernesto Oliva Soto, M.A.	Secretario
Licda. Liliana Vides de Urizar	Vocal I
Dr. Sergio Alejandro Melgar Valladares	Vocal II
Lic. Luis Antonio Galvez Sanchinelli	Vocal III
Br. Fayver Manuel de Leon Mayorga	Vocal IV
Br. Maily Graciela Córdova Audón	Vocal V

Acto que dedico a:

Mis Viejos: Luis Efraín Donado y Zita Guillermina Vivar Aguirre

Mis hermanos: Jorge Luis, Juan Ramón y Carmen María

Mi novia: María Gabriela Chaulón Vélez

Y a todas las personas que en algún momento depositaron su confianza en mí, en especial a la Licda. Diana Pinagel y el Lic. Ricardo Veliz.

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad de San Carlos de Guatemala

A la Escuela de Química

Al Departamento de Análisis Inorgánico

Al Laboratorio de Investigación Química y Ambiental (LIQA)

Al Lic. Ricardo Véliz

INDICE

I. AMBITO DE LA INVESTIGACIÓN	1
II. RESUMEN	2
III. ANTECEDENTES	3
1. Arsénico.....	3
1.1. Historia	3
3. Espectrometría de absorción atómica.....	19
IV. JUSTIFICACIÓN.....	24
V. OBJETIVOS	25
4.1. Objetivo general:	25
4.2. Objetivos específicos:.....	25
VI. HIPOTESIS	26
VII. MATERIALES Y MÉTODOS	27
7.1. Población:	27
7.2.1. Humanos.....	27
7.2.2. Institucionales.....	27
7.2.3. Económicos	27
7.3. Metodología.....	28
7.3.1. Extracción en punto de Neblina.....	28
7.3.2. Análisis de las fases colectadas	28
7.3.2.1. Curva de calibración.....	28
7.4. Diagramas de flujo.....	30
7.4.1. Extracción en Punto de Neblina	30
7.4.2. Preparación de Muestras.....	30
VIII. Aval de la Unidad de Investigacion.....	31
IX. RESULTADOS	32
X. DISCUSION DE RESULTADOS.....	35
XI. CONCLUSIONES	40
XII. RECOMENDACIONES.....	41
XIII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	42
IX. Anexos.....	45

PRECONCENTRACIÓN DE ARSÉNICO INORGÁNICO TOTAL EN CANTIDADES TRAZA DE MUESTRAS DE AGUA RECONSTITUIDAS EN EL LABORATORIO POR MEDIO DE EXTRACCIÓN EN EL PUNTO NEBLINA (CLOUD POINT EXTRACTION) UTILIZANDO TRITON X – 114 COMO AGENTE SURFACTANTE Y 2,3-DIMERCAPTO-PROPANOL (BAL) COMO AGENTE COMPLEJANTE.

I. AMBITO DE LA INVESTIGACIÓN

Guatemala, Ciudad Universitaria Zona 12, Edificio T – 12, Escuela de Química,
Departamento de Análisis Inorgánico, Laboratorio de Investigación Química y Ambiental -
LIQA –

II. RESUMEN

El presente trabajo de investigación aborda la implementación de la metodología de Extracción en el Punto de Nube para el tratamiento de muestras de agua preparadas en el laboratorio con el fin de extraer y preconcentrar arsénico inorgánico total antes de realizar su cuantificación por medio de espectrometría Absorción Atómica de flama.

El objetivo principal de esta investigación es estudiar la preconcentración de arsénico inorgánico total por medio de CPE usando 2,3 – dimercaptopropanol como agente complejante y Tritón X – 114 como agente surfactante.

Las pruebas realizadas en la investigación se llevaron a cabo siguiendo una metodología basada en estudios similares. Sin embargo fue necesario desarrollar una metodología modificando varios de los pasos de la metodología propuesta y optimizando varios de los factores que afectan los resultados obtenidos con dicha metodología. Para fines de la investigación se eligieron solamente dos de las variables más importantes que influyen en la eficiencia de la extracción y preconcentración del arsénico inorgánico por medio de CPE Las variables estudiadas fueron el pH y la concentración de agente surfactante, buscando determinar los valores a los cuales se obtuviera la mayor eficiencia en la extracción y preconcentración, además se de determinar el porcentaje de recuperación y el factor de preconcentración del arsénico inorgánico luego de la aplicación de CPE a muestras de agua preparadas en el laboratorio. Las muestras se prepararon a partir de un estándar de arsénico conociendo la concentración en las muestras sobre las que se realizaron los ensayos

Los resultados obtenidos permitieron determinar la concentración de agente surfactante y el pH en que la se obtiene una mayor eficiencia en la recuperación y preconcentración de de arsénico inorgánico total luego de tratar la muestra con CPE siendo estas 0.25 % P/V para la concentración del agente surfactante y un valor de pH de 2. Sin embargo no fue posible la determinación del grado de preconcentración ya que solamente se realizo el análisis de la fase acuosa pudiendo calcular su volumen y concentración obteniendo resultados favorables pero no reproducibles. La fase rica en surfactante no fue analizada ya que por cuestiones de tiempo no fue posible la optimización del análisis de esta fase por espectrometría de Absorción atómica de flama.

III. ANTECEDENTES

1. Arsénico

1.1. Historia

El arsénico ha sido uno de los elementos más mencionados en la historia. Chinos, romanos, griegos y hasta los babilonios dejaron evidencias escritas de compuestos de este elemento. Así en la biblioteca de ladrillos cuneiformes del palacio de Asurbanipal en Nínive (668 a.C.), se describe prácticamente el sulfuro de arsénico. Los griegos usaron el actual óxido de arsénico (III) como depilatorio¹, y no podemos olvidar que 4000 años antes de la era cristiana el arsénico intervenía en la elaboración de los primeros bronce. Sin embargo el arsénico va a divulgarse en las civilizaciones primitivas a través de compuestos o sustancias que contenían dicho elemento, que por su color (amarillo o dorado) y aspecto (polvillo), se creía que podían favorecer la conversión de los metales en oro y por esto, entrará de lleno dentro del campo de la alquimia, como medio para la elaboración de la píldora de la inmortalidad, la conclusión de la Gran Obra o búsqueda de la piedra filosofal para transmutar los elementos de partida, en oro. Las tres sustancias claves son: una resina de madera, conocida como sandárac, nombre derivado del sánscrito candraragah (de color rojo brillante) procedente de raga (color rojizo) y candra (resplandeciente), el rejalg (con el significado persa y después árabe de "polvo de caverna"), y el oropimente (auripigmentum, de los latinos, cuyo nombre indicará su uso). Todas ellas se pueden reducir a polvos de color amarillo o rojizo; ésa fue la clave, pues eran capaces de ejercer un efecto de colorante. (Albores, 1997; Litter, 2008)

La alquimia china en textos que datan del 122 a.C. nos presenta al oro en el centro de la Tierra, en relaciones místicas con el chu (rejalg), el "mercurio amarillo" y la vida futura. Estas sustancias eran las fuentes amarillas necesarias para obtener, a través del oro, la píldora de la inmortalidad. Dioscórides, médico griego del siglo I d.C. es el primero en rebautizar a la sandaraca oriental, como arsenikós, refiriéndose a lo que más tarde sería el arsénico rojo. (Albores, 1997)

1.2. Características Químicas

1.2.1. Generalidades

El arsénico es un elemento, cuyo símbolo es As, su número atómico es 33, su masa atómica es 74.92 g/mol y su configuración electrónica [Ar] 3d¹⁰4s⁴d³. Está clasificado como metaloide, pertenece al grupo 15 (antiguo V A) de la tabla periódica y comparte propiedades con el nitrógeno y el fósforo. (Albores, 1997)

El arsénico se presenta en forma natural en rocas sedimentarias y rocas volcánicas (forma el 0,00005% de la corteza terrestre) y también en aguas geotermales y se encuentra con mayor frecuencia en forma de sulfuro de arsénico (oropimente, As₂S₃) y arsenopirita (FeAsS). (Carbonell, 2003)

Los estados de oxidación más comunes en los cuales se puede encontrar al arsénico son el As (III) y el As (V) en forma de arsenitos (AsO₃³⁻) y arseniatos (AsO₄³⁻). (Abbas, 2006)

Con el estado de oxidación As (III) se forma el trióxido, As₂O₃, los arsenitos y el catión AsO⁺ (frecuentemente formulado como As³⁺), todos ellos de gran interés analítico y toxicológico. (Albores, 1997)

Entre sus isótopos se encuentran ⁶⁹As, ⁷⁰As, ⁷¹As, ⁷³As, ⁷⁴As y ⁷⁵As; siendo este último el más estable, seguido del ⁷³As el cual sufre un decaimiento por captura de electrones y con una vida media de 80.3 días. Este elemento presenta tres formas alotrópicas. La forma a cúbica de color amarillo se obtiene por condensación del vapor a muy bajas temperaturas. La polimórfica negra, que es isoestructural con el fósforo negro. Ambas revierten a la forma más estable, gris o metálica, del arsénico romboédrico, al calentarlas o por exposición a la luz. La forma metálica es un conductor térmico y eléctrico moderado, quebradizo, fácil de romper y de baja ductilidad. (Acuña, 2004)

1.2.2. Química del Arsénico

El arsénico es un elemento cuya química es bastante compleja por lo que es uno de los elementos que continúan siendo ampliamente investigados. Este elemento puede estar

presente es distintos estados de oxidación (-3, 0, 3, 5) en formas inorgánicas y orgánicas. (Carbonell, 2003)

El arsénico (As) es un elemento que está clasificado como metaloide y que comparte propiedades con el nitrógeno y el fosforo ya que pertenece al grupo V de la tabla periódica. Los estados de oxidación más comunes en los cuales se puede encontrar al arsénico son el As (III) y el As (V) en forma de arsenitos (AsO_3^{3-}) y arseniatos (AsO_4^{3-}).

Con el estado de oxidación As (III) se forma el trióxido As_2O_3 , los arsenitos y el catión AsO^+ (frecuentemente formulado como As^{3+}), todos ellos de gran interés analítico y toxicológico. En disolución acuosa puede existir como catión, hidróxido, oxi-ión negativo e ión negativo sulfarsenito. (Abbas, 2006)

El As (III) tiene una especial tendencia a formar compuestos con ciertos radicales orgánicos. Tienen interés analítico los derivados del ácido arsenioso, entre los que podemos encontrar compuestos de trialquilarsénico y ésteres de ácidos arseniosos. (Abbas, 2006)

El más conocido es el pentóxido de arsénico, As_2O_5 , cuya toxicidad es menor que la del As_2O_3 . Además, el efecto tóxico del ácido arsénico disminuye notablemente cuando se sustituyen los grupos OH por radicales orgánicos que pueden conferir a la molécula resultante interesantes propiedades farmacológicas. Entre estos compuestos tenemos la arsenobetaina (AsB), la arsenocolina (AsC), el ácido metilarsónico (MMA), ácido dimetilarsénico (DMA) y el ácido tetrametilarsénico (TMA). (Cáceres, 1999; Nasser, 2008)

1.3. Fuentes de Arsénico

El arsénico (As) es un metaloide que se extrae de minas de minerales que lo contienen en la aleación (arsenalita, cobaltita, oro pigmento). Al calentar los materiales a 72°C se desprenden vapores en forma de gases sulfurosas y al precipita estas, el arsénico puede ser recobrado como trióxido o arsénico blanco; con el aire el arsénico se convierte en ácido arsenioso, muy tóxico cuando es impuro. También se haya arsénico en el agua, el aire, en algunos vegetales, animales y organismos marinos. Estos últimos lo concentran en cantidades mínimas. El arsénico puede provenir también de los volcanes. En el altiplano de América del Sur, situado desde el extremo sur del Perú hasta el norte argentino, se han hecho estudios geológicos en la llamada Puna de Atacama donde confluyen Argentina,

Chile, Perú y Bolivia y se ha encontrado arsénico en altas cantidades, el cual se vuelca en lagunas y ríos, así como al Océano Pacífico.

El arsénico ha sido históricamente el veneno clásico; su uso como veneno y sus repercusiones políticas son mencionadas en el capítulo de generalidades, cuando se relata el comportamiento de cortes y familias como los Borgia, quienes con el uso de este elemento determinaban hechos históricos.

Madame Toffana pasa a la historia por sus preparaciones arsenicales su “agua toffana” y sus útiles artimañas empleadas en la eliminación de víctimas. Su nombre arsénico quiere decir colorante mineral es un metal frágil y volátil de color pardo y olor aliáceo a “ojos o cebolla” que en los casos de intoxicación puede llevar al examinador a confusión especialmente con organofosforados, con fósforo metálico y aun con el suministro de “medidas caseras” con base en ajo o cebolla. Se sublima a 633°C sin fundirse, lo cual hace posible las intoxicaciones que mencionamos como el caso del Pontífice Clemente VII. (Albores, 1997)

1.4. Usos del Arsénico

El arsénico se utiliza en la fabricación de vidrios, esmaltes, pinturas, extracción de salitre, manipulación de aleaciones de metales, fundiciones y otras industrias (Abbas, 2006).

En el campo de la agroindustria se utiliza como germicida y conservador de viñedos y cultivos de algodón, cereales, papa, soya tabaco, etc. Como pesticida en baños de animales, conservación de maderas, rodenticida y exterminio de distintos animales dañinos y gérmenes.

Uno de los usos más importantes del arsénico, actualmente en decadencia fue en la medicina humana y veterinaria.

En medicina humana se utilizó como tónico, en procesos febriles, antianémico. Se utilizaba en el paludismo, la leucemia mieloide. En dermatología aún se sigue usando en psoriasis, liquen, eczemas y lupus eritematoso. Antes de la aparición de la penicilina fue el remedio más útil contra la sífilis.

1.5. El Arsénico en el Medio Ambiente

El As es un elemento ampliamente distribuido en la naturaleza, constituyendo aproximadamente un 5×10^{-4} % de la corteza terrestre. El As presente en el medioambiente proviene de fuentes naturales, generalmente asociadas a procesos geológicos, como la meteorización a partir de rocas parentales o las emisiones volcánicas; también puede originarse de actividades antrópicas como la minería, fundición de metales, o su uso en fórmulas de pesticidas y conservantes de la madera.

Los niveles de As en el ambiente son variables ya que puede unirse a partículas y cambiar de estado de oxidación al reaccionar con oxígeno o con otras moléculas del aire, del agua o del suelo, o por acción de microorganismos. De allí proviene su particular disposición a estar presente en muchos espacios ambientales.

El As está presente en aguas naturales, generalmente en formas oxidadas extremadamente tóxicas. La toxicidad depende de la especie química, incluidas las especies orgánicas; el As (III) es considerado unas 10 veces más tóxico que el As (V).

En el agua, los niveles de As son, en general, menores en aguas superficiales (mares, ríos y lagos), y más elevados en aguas subterráneas, especialmente en áreas con depósitos de roca volcánica o de minerales ricos en As. Los niveles de base de As en suelos y sedimentos aumentan, por supuesto, cuando hay fuentes de contaminación naturales o antropogénicas.

1.5.1. El arsénico en aguas naturales

1.5.1.1. Formas del arsénico en aguas

En aguas naturales, el As se encuentra en general como especie disuelta, formando oxianiones. Los estados de oxidación que predominan son As (III) y As (V) y, con menos frecuencia, As (0) y As (-III). El As (V) aparece como H_3AsO_4 y sus correspondientes productos de disociación $\text{H}_2\text{AsO}_4^{4-}$, HAsO_4^{2-} y AsO_4^{3-} que presentan valores de pK_{a1} : 2,3; pK_{a2} : 6,8 y pK_{a3} : 11,6 respectivamente, mientras que el As (III) aparece como H_3AsO_3 y sus correspondientes derivados protolíticos dependiendo del pH, $\text{H}_4\text{AsO}_3^{3+}$, $\text{H}_2\text{AsO}_3^{3-}$, HAsO_3^{2-} y AsO_3^{3-} presentan valores de pK_{a1} : 9,2 y pK_{a2} : 12,7. (Litter, 2008)

El estado de oxidación del As y, por lo tanto, su movilidad, están controlados fundamentalmente por las condiciones redox (potencial redox, Eh) y el pH

Tanto el As (V) como el As (III) son móviles en el medio, aunque este último es el estado más móvil y de mayor toxicidad. (Litter, 2008)

El As es un elemento particular entre los elementos traza por su sensibilidad a movilizarse en los valores de pH típicos de las aguas subterráneas (pH 6,5-8,5). En términos generales, bajo condiciones oxidantes, el estado As (V) predomina sobre el As (III), encontrándose fundamentalmente como H_2AsO_4^- a valores de pH menores que 6,9, mientras que, a pH más alto, la especie dominante es HAsO_4^{2-} . En condiciones de extrema acidez, la especie dominante será H_3AsO_4 , mientras que en condiciones de extrema basicidad, la especie dominante será AsO_4^{3-} . En condiciones reductoras, a pH inferior a 9.2, predominará la especie neutra. (Litter, 2008)

En general, en aguas superficiales, el As (V) predomina sobre el As (III). En aguas subterráneas pueden encontrarse ambos estados de oxidación ya que las concentraciones de As (III) y As (V) dependen de la entrada de As en el sistema, de las condiciones redox y de la actividad biológica. (Litter, 2008)

1.5.1.2 Formas Orgánicas del Arsénico

Los compuestos orgánicos arsenicales contienen arsénico unido a un átomo de carbono por medio de uniones covalentes; el arsénico puede estar tanto en su forma trivalente como pentavalente. Estas especies están ampliamente distribuidas en la atmósfera, en sistemas acuáticos, suelos, sedimentos y tejidos biológicos. Además, un número elevado de derivados son sintetizados para uso comercial como biocidas en agricultura. Sin embargo, salvo por descargas localizadas, la cantidad de los compuestos antropogénicos es pequeña. De mayor relevancia son los compuestos orgánicos producidos dentro del ciclo biogeoquímico. (Litter, 2008)

Las reacciones de metilación mediadas biológicamente que ocurren en organismos terrestres y marinos convierten el arsenito y arseniato inorgánico en compuestos metilados de toxicidad moderada como el monometilarsonato [MMA (V)] o ácido monometilarsónico [MMAA, $\text{CH}_3\text{AsO}(\text{OH})_2$], el dimetilarseniato [DMA(V)] o ácido dimetilarsínico [DAMA, $(\text{CH}_3)_2\text{AsO}(\text{OH})$], el óxido de trimetilarsina (TMAO) y el ion tetrametilarsonio (TMA^+). Estos compuestos son precursores de formas orgánicas más complejas y prácticamente no tóxicas, los arsenolípidos, como la arsenobetaína (AB) y la arsenocolina (AC), y los

arsenoazúcares (AsAz). Los organismos bioacumulan As generalmente como compuestos orgánicos no tóxicos, hecho que sugiere que podrían tratarse de productos finales del metabolismo como forma de desintoxicación del As ingerido. (Litter, 2008) (Nasser, 2008)

En el ácido monometilarsónico, uno de los grupos hidroxilo del As inorgánico ha sido sustituido por un grupo metilo. Se encuentra ampliamente distribuido como especie minoritaria en el medio ambiente y en seres vivos. El ácido monometilarsenioso [MMA (III)] es una forma reducida monometilada, producto del metabolismo de As inorgánico, encontrada recientemente en muestras biológicas (orina y células). (Nasser, 2008). En la actualidad, está considerada como la especie arsenical con mayor grado de toxicidad. Sus sales sódicas se emplean como herbicidas.

En el ácido dimetilarsínico [DMA(V)], dos de los grupos hidroxilo del arsénico inorgánico han sido sustituidos por grupos metilo. El compuesto está ampliamente distribuido en el medio ambiente y seres vivos y, en algunos casos, puede ser la especie mayoritaria. Es el metabolito mayoritario del arsénico inorgánico. Se emplea como herbicida y preservante de madera. Se lo considera teratogénico y genotóxico in vitro a dosis elevadas. (Nasser, 2008)

1.5.2 Arsénico en agua superficial

En los ríos, el valor promedio de concentración de As informado en la literatura es, en general, inferior a 0,8 µg/L, aunque puede variar dependiendo de factores como recarga (superficial y subterránea), drenaje de zonas mineralizadas, clima, actividad minera y vertidos urbanos o industriales.

En los lagos, el contenido de As es similar al observado en los ríos, ya que los factores determinantes son similares. En algunos casos, la circulación restringida de agua en los lagos tiene como consecuencia la intensificación de los procesos de evaporación (p.ej., lagos de climas áridos), o la estratificación de la columna de agua, que genera la aparición de un ambiente oxigenado en el epilimnio (capa superior) y otro de condiciones anóxicas en el hipolimnio (capa inferior). Por lo tanto, también se produce una estratificación relativa de las especies de As, con tendencia al predominio de As(V) en el epilimnio y As(III) en el hipolimnio, además de una variación de la concentración de As

con la profundidad. Sin embargo, la especiación de As en los lagos no siempre sigue las pautas descritas. (Litter, 2008)

En el agua de mar, el valor medio de concentración de As es de aproximadamente 1,5 g/L. Sin embargo, las concentraciones en zonas de estuarios son variables, como resultado del aporte de aguas continentales y sedimentos continentales, y de variaciones locales de salinidad y gradientes redox. De todas maneras, en la mayor parte de los casos no afectados antropogénicamente, siguen estando por debajo de 4 g/L (Litter, 2008) (Nasser, 2008)

1.5.3 Arsénico en agua subterránea

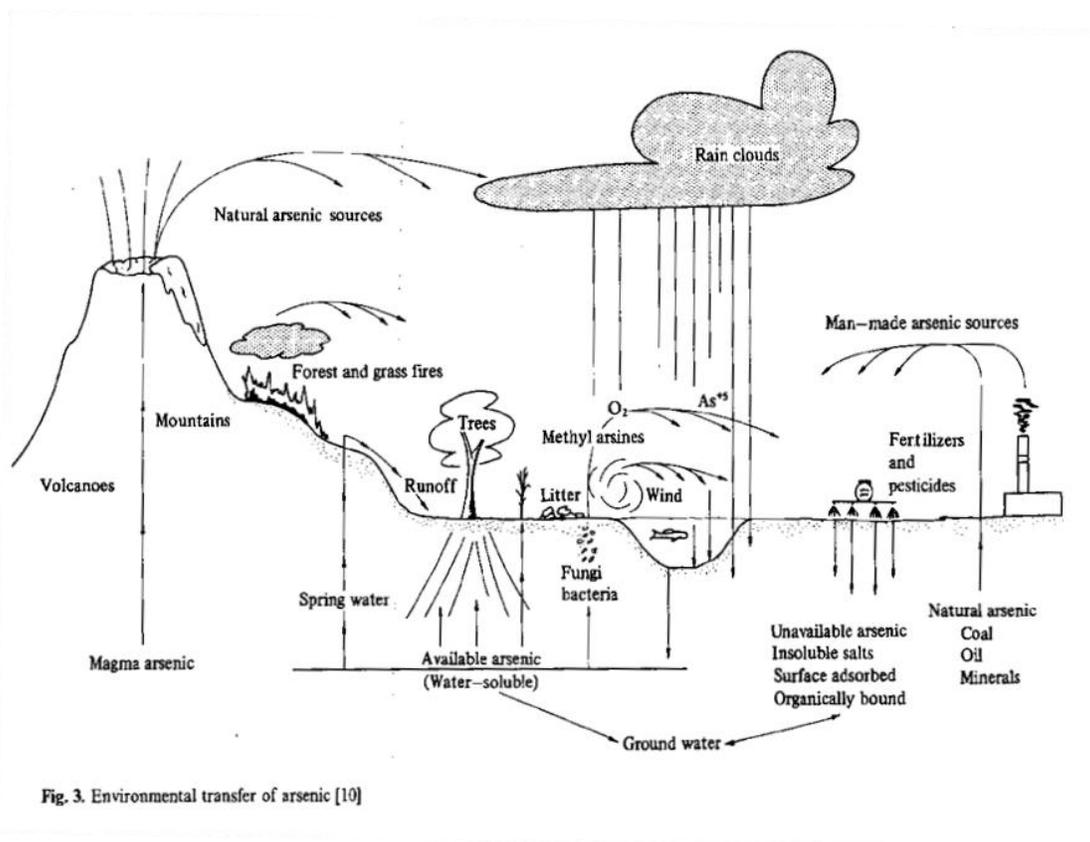
En los valores típicos de pH de las aguas subterráneas, las formas estables de As son As_2O_5 y $\text{As}_2\text{O}_3(\text{s})$, sólidos que son suficientemente solubles para sobrepasar las concentraciones permitidas en agua de bebida. Bajo condiciones oxidantes, las especies estables de As son: H_3AsO_4 , H_2AsO_4^- , HAsO_4^{2-} y AsO_4^{3-} . En condiciones medianamente reductoras, H_3AsO_3 , H_2AsO_3^- y HAsO_3^{2-} son predominantes. (Nasser, 2008)

A bajos valores de pE en aguas con concentraciones de azufre moderadas o elevadas, los sulfuros As_2S_3 y AsS son estables. Bajo estas condiciones, el As total disuelto está limitado por la solubilidad de las fases minerales en cuestión muy por debajo de los niveles requeridos para agua de bebida. A altos valores de pE, sin embargo, las especies de As disueltas pueden dar lugar a concentraciones claramente superiores a los niveles establecidos. El hecho de que las especies disueltas predominantes estén cargadas negativamente o bien no posean carga, sugiere que los fenómenos de sorción y de intercambio iónico no causarán un retraso importante, puesto que las especies serán mayoritariamente transportadas por el flujo del agua subterránea. (Carbonell, 2003) (Nasser, 2008)

La concentración de As en aguas subterráneas varía en un rango de 0.5 a 5.0 g/L. Si bien las concentraciones elevadas no se restringen a determinadas condiciones, y se registran en acuíferos con condiciones oxidantes y de pH alto, acuíferos con condiciones reductoras, acuíferos con circulación geotermal, acuíferos relacionados con depósitos minerales, y acuíferos ligados a procesos antropogénicos (actividad industrial, minera, asentamientos urbanos, actividad agropecuaria, etc.), la mayor parte de los acuíferos con

contenidos altos de As se originan, sin embargo, a partir de procesos geoquímicos naturales. (Carbonell, 2003)

A diferencia de la contaminación debida a actividades humanas, que producen en general una problemática de carácter localizado, las concentraciones elevadas de As de origen natural afectan a grandes áreas. Los numerosos casos de presencia de As en agua subterránea en el mundo están relacionados con ambientes geológicos diferentes: formaciones volcánicas, formaciones vulcano-sedimentarias, distritos mineros, sistemas hidrotermales, cuencas aluviales terciarias y cuaternarias. (Carbonell, 2003; Litter, 2008)



1.6. Toxicidad del Arsénico

El arsénico es uno de los elementos más tóxicos que se conoce. El arsénico, como se mencionó anteriormente se encuentra en la corteza terrestre formando compuestos ya sea en su forma reducida As (III) o en su forma oxidada As (V) y en muy raras ocasiones como arsénico elemental. (Acuña, 2004)

En lo que se refiere a su toxicidad el As (III) es diez veces más tóxico que el As (V) la escala de toxicidad de los compuestos de arsénico es la siguiente: arsina > As (III) inorgánico > As (III) orgánico > As (V) inorgánico > As (V) orgánico > compuestos arsenicales y arsénico elemental. (Cáceres, 1999)

La contaminación por arsénico en los cuerpos de agua, así como de las aguas subterráneas se da por procesos como la sedimentación de rocas que contienen minerales de arsénico, la descarga de desechos de industria que utilizan arsénico en sus procesos y la lixiviación por mencionar algunas de las fuentes de contaminación las cuales descargan arsénico en su forma inorgánica ya sea como As (III) o As (V) por lo que la contaminación de agua por arsénico es un problema de gran importancia no solo nacional. Cabe mencionar que la principal fuente de arsénico en la dieta son los mariscos, lo cual es también un indicador de la importancia del constante monitoreo de los niveles de arsénico en agua. (Carbonell, 2003)

1.6.1. Causas de la intoxicación arsenical

La ingestión suicida, accidental o criminal provoca por lo general manifestaciones agudas. Casi siempre se trata de rodenticidas o germicidas con alto contenido arsenical.

De origen industrial: es uno de los más frecuentes. Es raro que sea de carácter agudo, produciéndose en general cuadros subagudos o crónicos.

En países de América del Sur es frecuente la intoxicación crónica regional o “endémica”, producida por el agua de consumo (acre) debido al arsénico proveniente de pozos artesianos y de la contaminación de ríos o lagunas por desechos industriales.

1.6.2 Mecanismo de Toxicidad

Aunque fue descrito como veneno protoplasmático, el arsénico no es un precipitante activo de proteínas. Esto sugirió que su efecto ocurre sobre las actividades funcionales, esto es, sobre el sistema de enzimas, más que sobre factores estructurales de las células vivas.

Se ha explicado como el arseniato desacopla la fosforilación oxidativa mitocondrial, sustituyendo competitivamente el ion fosfato por arseniato.

Los arsenicales trivalentes tienen gran afinidad por radicales sulfhidrilos enzimáticos especialmente con aquellos que presentan en su estructura dos radicales contiguos, formando entre sí estructuras cíclicas en ángulos de 45 grados. El sistema piruvato deshidrogenasa es especialmente sensible a los arsenicales trivalentes por su interacción con dos grupos sulfhidrilos del ácido lipioico, para formar un anillo estable de seis miembros.

1.6.3. Toxicocinética

Cualquiera que sea la forma de un arsenical, todas sus acciones importantes pueden atribuirse a su forma trivalente. En vivo los arsenicales pentavalentes son reducidos parcialmente a la forma trivalente.

1.6.3.1. Absorción

El arsénico inorgánico se absorbe significativamente en contacto con la piel. Cuando se aplican unturas lipídicas se aumenta su absorción.

La absorción en el tracto digestivo depende de su solubilidad. Los compuestos solubles se absorben bien a través del tracto digestivo y desde todas las superficies de las mucosas incluyendo el pulmón.

La poca acción que puede hacer el ácido clorhídrico gástrico sobre el arsénico metálico hace que este sea casi totalmente inabsorbible por vía oral, pero al contrario las sales son de gran solubilidad y por lo tanto su absorción es mayor por vía oral.

Cuando se somete a combustión el arsénico metálico presenta gran peligro por inhalación.

1.6.3.2. Distribución

Después de la absorción por cualquier superficie, del 95 al 96% del arsénico de localiza en los glóbulos rojos en combinación con la globina de la hemoglobina. Sale rápidamente de la sangre en 24 horas y se distribuye hacia el hígado, riñón, pulmones, paredes del tracto gastrointestinal y bazo. Se encuentran pequeñas cantidades a nivel muscular y tejido nervioso.

Después de dos semanas de continua administración de arsenicales, la piel, el pelo y los huesos acumulan el metal.

1.6.3.3. Biotransformación

El arsénico causa serios daños al combinarse con los grupos sulfhidrilos de las proteínas celulares. Los compuestos tioarsenicales son relativamente estables, pero pueden ser metabolizados a arsenioóxidos.

El arsénico se presenta mayormente en forma inorgánica y pentavalente frente a la forma orgánica y trivalente, siendo la metilización es camino más frecuente y el producto más importante es el dimetilarsénico. Así mismo, la forma inorgánica se elimina más lentamente que la forma orgánica..

Su acción lleva a la inhibición del dihidrolipoato que es un cofactor de la piruvato deshidrogenasa, ocasionando así un bloqueo del ciclo de Krebs y llevando al bloque de la fosforilación oxidativa. Inhibe también la transformación de la acetil-CoA.

1.6.3.4. Tolerancia

La tolerancia al arsénico está relacionada presumiblemente con la habilidad de los arsenicales para inducir enzimas microsomales hepáticas y para incrementar la capacidad de convertir el arsénico trivalente en pentavalente, menos toxico.

1.6.3.5. Excreción

La principal vía de excreción es la urinaria. La vida media del arsénico inorgánico es de 10 horas y del 50% al 80% es excretado en tres días. El arsénico se elimina también

por la piel, pelo, uñas, por excreción sudoral y sebácea, por materias fecales y por la leche en la mujer lactante.

1.6.4. Indicadores biológicos

Los indicadores biológicos de exposición son: sangre, orina, cabello y uñas.

Debido a la vida corta media del arsénico, los niveles sanguíneos sirven solamente para exposiciones recientes, pero no para exposiciones crónicas. Sin embargo, determinaciones de arsénico en la orina son los mejores indicadores tanto para exposiciones crónicas como recientes.

Las concentraciones de arsénico en pelo y en uñas ayudan a evaluar exposiciones pasadas, sin embargo se hace difícil su interpretación porque muchas veces se puede presentar también contaminación externa. (Galvao, L. 1987)

1.6.5. Tratamiento

En las intoxicaciones agudas, lo fundamental es evitar la pérdida de líquidos, prestando especial atención al volumen intravascular

Ya que el arsénico puede producir colapso hipovolemico. La hipotensión arterial requiere la reposición de líquidos y a veces apoyo farmacológico con dopamina.

Se proponen medidas generales de descontaminación, haciendo lavado gástrico. Para neutralizar el arsénico se recomienda el hidróxido de magnesio al 8% y el hiposulfato de sodio al 1%. A continuación dar un purgante salino. Simultáneamente debe hacerse la terapia quelante con dimercaprol, en dosis de 3 mg/kg, vía intramuscular cada 4 horas, hasta que desaparezcan los síntomas abdominales, entonces se puede sustituir el BAL por penicilamina, vía oral, en dosis de 1 g/día, dividida en cuatro administraciones. Debido a los efectos adversos de los quelantes hay que tener especial precaución en su administración.

En los casos que presenten anuria, la administración del quelante debe alternarse con la hemodiálisis.

En la intoxicación crónica se administra BAL y penicilina, aunque muchas veces se prefiere esta última por la comodidad del paciente debida a su administración oral. La

prolongación del tratamiento dependerá del estado del paciente y de los análisis de laboratorio especialmente de los niveles de arsénico en las muestras de orina.

2. Extracción en el Punto de Neblina (Cloud Point Extraction – CPE –)

Las propiedades de los sistemas micelares de solubilizar compuestos de variada naturaleza ha permitido el desarrollo de métodos de preconcentración donde los analitos pueden ser concentrados en una fase extrayente de volumen pequeño. Este proceso de extracción es particularmente ventajoso para el caso de surfactantes no iónicos, por el típico fenómeno de separación de fases que experimentan estos sistemas al alcanzarse una temperatura, conocida como *punto de nube*. La posibilidad de extracción de elementos trazas en la fase rica en surfactante permite desarrollar y modificar métodos analíticos basados en la preconcentración por punto de nube de quelatos metálicos y compuestos orgánicos. (Farzaneh, Shiva, 2004)

2.1 Agentes Surfactantes o Tensoactivos

Son sustancias que presentan actividad en la superficie, reduciendo la tensión superficial del líquido en el que esta disuelto o bien la tensión superficial de la interface si hubiera otra fase presente. Para que una sustancia sea tensoactiva se requiere que contenga dos grupos: uno polar o hidrófilo y otro no polar o hidrófobo. Se clasifican en 4 grupos de acuerdo con sus propiedades fisicoquímicas.

Aniónicos: son aquellos que se ionizan en disoluciones quedando el grupo hidrófobo cargado negativamente. Se caracterizan por la existencia en su molécula de cationes orgánicos e inorgánicos (Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Mg^{2+} , NH_4^+ , etc.) y una parte hidrofílica que contiene los grupos aniónicos ($-\text{COO}^-$, $-\text{SO}_3^-$, $-\text{O}-\text{PO}_3^{2-}$, etc.) unido a la fracción orgánica. (OMS, 2006)

Son de importancia por su empleo en la formulación de detergentes de uso doméstico e industrial. Son del tipo: sulfonato, sulfato, fosfato, sulfosuccinato, sulfoacetato, derivados de aminoácidos, etc. (OMS, 2006)

Catiónicos: Son aquellos que se ionizan en disolución, quedando el grupo hidrófobo cargado positivamente. Son compuestos de por lo menos una cadena de 8 a 25 átomos de carbono, derivada de ácidos grasos o de un derivado petroquímico y un nitrógeno cargado

positivamente, el anión suele ser un Cl^- , Br^- , OH^- , SO_4^{2-} , etc. La mayoría están constituidos por una cadena larga de sales de amonio cuaternarias o sales de alquilaminas. La cadena larga es el grupo hidrofóbico y el grupo hidrófilo pequeño y altamente ionizado lo constituye el nitrógeno cuaternario. Son importantes en la industria por su eficiencia bactericida, germicida, algicida, etc. Tipos: metosulfato, derivados de imidazolina, óxidos de amina y sales de aminas. (OMS, 2006)

No Iónicos: sin ionizarse, se solubilizan mediante un efecto combinado de un cierto número de grupos solubilizantes débiles (hidrófilos) como éter, y OH^- . Son derivados polioxietilenados y polioxipropilenados, derivados de sorbitán y alcanolamidas grasas, etc.

Tienen la ventaja de que son estables frente a la mayoría de los productos químicos en las concentraciones usuales de empleo, al no ionizarse en agua, no forman sales con los iones metálicos y son igualmente efectivos en agua blanda o dura. Su naturaleza química los hace compatibles con otros agentes tensoactivos catiónicos, aniónicos y coloides con cargas positivas y negativas. Por otra parte sus características los hacen altamente valiosos como materias primas, base para formulación de diversos productos para la industria de la agricultura, curtido, látex, textiles, procesos de metales, pinturas en emulsión, petróleo, pulpa y papel, limpiadores. El grupo hidrofóbico está formado por una cadena larga que tiene grupos débilmente solubilizantes, por ejemplo enlaces etéreos y grupos OH. La repetición de estas unidades tiene el mismo efecto que un hidrófilo fuerte salvo que no hay ionización. Tipos: alcoholes grasos polioxietilenados, alquilfenol polioxietilenados, ácidos grasos polioxietilenados, etc. Dentro de estos se encuentra el Tritón X – 114 el cual será el agente tensoactivo que se utilizará en esta investigación.

Anfóteros: presentan en su molécula grupos aniónicos y catiónicos, formados por una cadena grasa y un nitrógeno cuaternario, conteniendo un radical aniónico, son productos estables en sistemas ácidos y alcalinos, básicos en el área cosmética, por su buena tolerancia cutánea y en la formulación de limpiadores alcalinos e inhibidores de corrosión. Ejemplo las betainas. (OMS, 2006)

2.2 Propiedades Físicas de Disoluciones Acuosas de Surfactantes no Iónicos

Solubilidad: Para preparar una disolución de agente surfactante hay que tomar en cuenta su solubilidad en agua. Existe una temperatura que se conoce con el nombre de

“punto Kraft” en que un pequeño aumento de temperatura incrementa considerablemente la solubilidad. El largo de la cadena hidrocarbonada afecta este punto. (Ávila, 2003)

Es importante que en caso de la detergencia, la efectividad del agente surfactante se reduce notablemente cuando se trabaja abajo del punto Kraft, ya que a temperaturas inferiores no se forman micelas. Un comportamiento peculiar de las disoluciones de surfactantes no iónicos consiste en que se enturbian al alcanzar la temperatura conocida como “punto de neblina o Cloud Point”. (Ávila, 2003)

Disminución de la tensión superficial: para una serie homóloga de surfactante la concentración necesaria para la misma disminución de tensión superficial es de un factor de 3 por cada grupo CH₂ adicional. Regla de Traube. (Ávila, 2003)

Formación de micelas: las disoluciones de surfactante tienen propiedades no usuales, en disoluciones diluidas se comportan como electrolitos normales, pero a una concentración dada y bien definida ocurren cambios bruscos en su presión osmótica, conductividad eléctrica y tensión superficial. El comportamiento anormal de los surfactantes en disolución se explica por la formación de micelas de los iones del surfactante con las cadenas de hidrocarburo hacia adentro y los grupos hidrofílicos hacia afuera, en contacto con el medio acuoso. La concentración a la cual la formación de micelas es apreciable se llama Concentración Micelar Crítica (CMC) y es justamente la concentración a la cual ocurren los cambios bruscos ya mencionados y por lo tanto se usan para determinar la CMC. La micelación es un mecanismo por el cual se puede disminuir la tensión superficial. En la superficie la agitación térmica y la repulsión eléctrica entre las cabezas se oponen a este tipo de agregación, por consiguiente una baja de la CMC se favorece por los siguientes factores: 1) aumento de la longitud de la cola del surfactante (en una serie homóloga cada grupo CH₂ más, reduce la CMC a la mitad de su valor) 2) descenso de la temperatura, baja de la CMC pero hay un aumento en el tamaño de la micela cerca del punto de neblina. 3) adición de sales simples reducen la repulsión por efecto pantalla, retrasan la migración de iones de surfactante. (Ávila, 2003)

2.3 Fundamento de Cloud Point Extraction.

Cuando una disolución micelar de un tensoactivo no iónico se calienta por encima de un valor de temperatura determinado, conocido como temperatura de punto de neblina,

se forman dos fases. Actualmente, poco se sabe sobre el mecanismo del proceso que tiene lugar a dicha temperatura; algunos autores sugieren que la causa se encuentra en que el tamaño de la micela aumenta al aumentar la temperatura, otros proponen, sin embargo, que se produce un cambio en el tipo de interacción entre las micelas, que es de tipo repulsivo a bajas temperaturas y atractivo a altas temperaturas. (Abbas, 2006)

La temperatura de punto de neblina depende del tipo de tensoactivo, de su concentración y de la presencia de sales, ácidos, bases, polímeros, urea u otros tensoactivos. En la Tabla 1 se puede observar la temperatura a la que algunos surfactantes no iónicos alcanzan el punto de nube.

Asimismo, el fenómeno no es sólo exclusivo de tensoactivos no iónicos, sino que los tensoactivos zwitteriónicos también lo experimentan, aunque recientemente se ha visto también que es posible observar este fenómeno en tensoactivos aniónicos. Sin embargo, no se ha descrito dicho efecto para tensoactivos catiónicos. (Abbas, 2006)

Tabla 1. Temperatura de punto de nube de algunos tensoactivos a una concentración del 1%

Tensoactivo no iónico	Temperatura a la que se alcanza el punto de nube (°C)
Brij – 30	2
PONPE 7.5	1
Tritón X – 100	64
Tritón X – 114	25
Tween 80	93

3. Espectrometría de absorción atómica

En química analítica, la espectrometría de absorción atómica es una técnica para determinar la concentración de un elemento metálico determinado en una muestra. Puede utilizarse para analizar la concentración de más de 62 metales diferentes en una solución.

Aunque la espectrometría de absorción atómica data del siglo XIX, la forma moderna fue desarrollada en gran medida durante la década de 1950 por un equipo de químicos de Australia, dirigidos por Alan Walsh. (Suárez, Gonzales, 2004)

3.1. Principios en los que se Basa la Espectrometría de Absorción Atómica

La técnica hace uso de la espectrometría de absorción para evaluar la concentración de un analito en una muestra. Se basa en gran medida en la ley de Beer-Lambert.

En resumen, los electrones de los átomos en el atomizador pueden ser promovidos a orbitales más altos por un instante mediante la absorción de una cantidad de energía (es decir, luz de una determinada longitud de onda). Esta cantidad de energía (o longitud de onda) se refiere específicamente a una transición de electrones en un elemento particular, y en general, cada longitud de onda corresponde a un solo elemento. (Suárez y Gonzales, 2004)

Como la cantidad de energía que se pone en la llama es conocida, y la cantidad restante en el otro lado (el detector) se puede medir, es posible, a partir de la ley de Beer-Lambert, calcular cuántas de estas transiciones tienen lugar, y así obtener una señal que es proporcional a la concentración del elemento que se mide. (Suárez y Gonzales, 2004)

3.2. Espectrometría de Absorción Atómica de Flama

La Espectrometría de Absorción Atómica de Flama (FAAS) se basa en atomizar la disolución de la muestra dentro de la llama de modo que los elementos a analizar se encuentran en forma de vapor de átomos.

La llama tiene tres funciones básicas: permite pasar la muestra a analizar del estado líquido a estado gaseoso; descompone los compuestos moleculares del elemento de interés en átomos individuales o en moléculas sencillas y excita estos átomos o moléculas.

Las condiciones que debe cumplir una llama para considerarla satisfactoria es que tenga la temperatura adecuada y que en ella se forme un ambiente gaseoso que permita las funciones mencionadas. Además, el ruido de fondo de la llama no debe interferir las observaciones a efectuar. (Suárez y Gonzales, 2004)

Una llama típica consta de: cono interno, cono externo y zona entre conos como podemos observar en la figura 2.

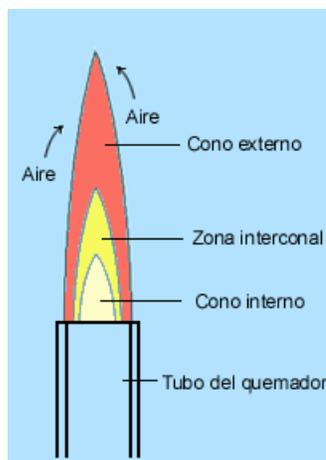


Figura. 2 Configuración para una llama típica usada en Espectrofotómetro de Absorción Atómica

El cono interno es la zona en que tiene lugar, generalmente, una combustión parcial, es decir sin equilibrio térmico. Esta zona se calienta por conducción y radiación a partir de la región más caliente que se encuentra sobre ella. En ella se forman los productos de oxidación intermedios, se produce una gran emisión de luz (a partir del combustible y no de la muestra), una elevada ionización y una gran concentración de radicales libres. Es muy poco utilizada para trabajo analítico.

Inmediatamente encima de la región del cono interno se encuentra la zona interconal. Es la llamada parte caliente de la llama y en ella tiene lugar una combustión completa y se alcanza casi un equilibrio termodinámico. Esta llama es la que se utiliza prácticamente en análisis por fotometría de llama y espectroscopía de absorción atómica. La altura de esta zona sobre el quemador varía considerablemente con el tipo de quemador, la naturaleza de los gases utilizados y su velocidad de flujo.

La región del cono externo es una zona de combustión secundaria en la que los productos parcialmente oxidados como el monóxido de carbono pueden completar su combustión. Esta región se enfría por el aire circundante y es, en general, una región poco útil.

Los fenómenos que tienen lugar en la llama son:

1. Se evapora el agua o los otros disolventes dejando como residuo diminutas partículas de sal seca.
2. La sal seca se vaporiza, es decir, pasa al estado gaseoso.

3. Las moléculas gaseosas, o una parte de ellas, se disocian progresivamente dando lugar a átomos neutros o radicales. Estos átomos neutros son las especies absorbentes en espectroscopia de absorción atómica y son las especies emisoras en fotometría de llama.
4. Parte de los átomos neutros se excitan térmicamente o se ionizan. La fracción excitada térmicamente es importante en análisis por fotometría de llama ya que el retorno al estado fundamental de los electrones excitados es el responsable de la emisión de la luz que se mide.
5. Parte de los átomos neutros o de los radicales que se encuentran en la llama pueden combinarse para formar nuevos compuestos gaseosos. La formación de estos compuestos reduce la población de los átomos neutros en las llamas y constituye las llamadas interferencias químicas que se presentan en los métodos de análisis que utilizan llamas.

La eficacia con que las llamas producen átomos neutros tiene mucha importancia. La llama de óxido nitroso-acetileno, que es más caliente que la de aire acetileno, parece ser más efectiva para la formación de átomos neutros. Los metales alcalinos son una excepción, probablemente debido a que la ionización es apreciable en la llama caliente. En cualquier caso, estos dos tipos de llama son los más adecuados para fotometría de llama y absorción atómica.

A las temperaturas ordinarias de llamas es relativamente baja la fracción de átomos del estado fundamental que se excita. Únicamente si la temperatura de la llama es muy elevada la fracción de átomos excitados empieza a ser apreciable. Este hecho pone de manifiesto la necesidad de controlar la temperatura de la llama cuidadosamente para fotometría de emisión. Por el contrario, la fracción de átomos en el estado fundamental es muy elevada y, por lo tanto, pequeñas fluctuaciones en la temperatura de la llama no son importantes para el análisis por absorción atómica. (Moure, Pérez, González. Muñoz, 2004)

Sin embargo, los límites de detección con esta técnica no son lo suficientemente bajos como para llevar a cabo la determinación y cuantificación de arsénico en la mayoría de las muestras reales y es por esto que se requiere el uso de un generador de hidruros para alcanzar la sensibilidad necesaria en la determinación de arsénico en muestras reales. (Avila, 2003)

La determinación de arsénico por medio de FAAS puede lograrse por medio de la preconcentración del analito lo cual proporciona un aumento de la sensibilidad. Con la implementación de la preconcentración por medio de CPE no solamente se logra el aumento de la sensibilidad sino se explotan las propiedades de las micelas en AAS, básicamente para cambiar las propiedades físicas de la muestra a analizar, obteniéndose de este modo los siguientes beneficios: (Ávila, 2003)

- Una notable mejora en la eficiencia de nebulización, aunque al respecto existen ciertas controversias.
- Se facilita la manipulación de muestras muy viscosas, las que debido a esta propiedad, era necesario diluir o digerir previo a su análisis por espectroscopia atómica. Esto, en el caso particular de muestras con matrices oleosas.
- Se obtiene una buena dispersión de las partículas en suspensiones, en términos de homogeneidad y estabilidad en el tiempo.
- Se observa una mayor sensibilidad de la técnica, al utilizar los sistemas micelares para extraer y/o concentrar compuestos insolubles desde el seno de una disolución en donde se encuentra el analito. (Avila, 2003)

IV. JUSTIFICACIÓN

El agua es un recurso vital para el ser humano y muchas poblaciones dependen exclusivamente de los efluentes de origen natural. Debido a esto, gobiernos y organizaciones de la salud han tomado precaución con respecto a la contaminación de los efluentes naturales pero está en su mayoría había sido enfocada a la contaminación por organismos microbiológicos. Actualmente existe una gran preocupación por la contaminación de cuerpos de agua con sustancias químicas por lo que se han realizado diversas investigaciones sobre este tema ya que la presencia de estos contaminantes en el agua de efluentes naturales tiene un gran efecto tanto en el ambiente como en la salud de la población. Las investigaciones que se realizan sobre el tema de la calidad de agua incluyen el desarrollo de una metodología y técnicas analíticas para la determinación de estos contaminantes.

Dentro de estos contaminantes existen algunos que se encuentran en concentraciones muy pequeñas (ultra traza) pero que aún en estas concentraciones son muy peligrosos para la salud humana debido a su alto grado de toxicidad, uno de estos contaminantes es el arsénico.

En Guatemala, la geoquímica del país hace que las probabilidades de la presencia de arsénico en algunas regiones sea muy alta por lo que se hace necesario el monitoreo de los efluentes de agua de dichas regiones. Como es el caso de Mixco, Chinautla y la periferia de la Ciudad de Guatemala lugares en los cuales las concentraciones de arsénico son elevadas en aguas subterráneas. Actualmente la técnica analítica de elección para la determinación de arsénico inorgánico en muestras de agua es la Espectrofotometría de Absorción Atómica por Generación de Hidruros, ya que su sensibilidad esta en el rango de los $\mu\text{g/L}$, sin embargo muy pocos de los laboratorios de análisis químico del país cuentan con el instrumental necesario para la determinación y cuantificación de arsénico ya que este ensayo es muy costoso y su realización requiere de habilidad técnica para llevarlos a cabo.

Esta investigación pretende utilizar la técnica de Extracción en el Punto de Neblina (Cloud Point Extraction) para preconcentrar arsénico en muestras de agua y realizar su análisis por medio de Espectrofotometría de Absorción Atómica de flama, técnica que resulta más accesible y menos costosa, permitiendo así que un mayor número de laboratorios puedan realizar este análisis y facilitando el monitoreo del arsénico.

V. OBJETIVOS

4.1. Objetivo general:

1. Evaluar la extracción de arsénico inorgánico total en muestras de agua preparadas en el laboratorio por medio de la técnica de Extracción en el Punto de Neblina (CPE).

4.2. Objetivos específicos:

1. Evaluar la extracción de arsénico inorgánico total por medio de la técnica de Extracción en el Punto de Neblina (Cloud Point Extraction) utilizando como agente complejante 2,3 – Dimercaptopropanol.
2. Evaluar la extracción de arsénico inorgánico total por medio de la técnica de Extracción en el Punto de Neblina (Cloud Point Extraction) utilizando como agente surfactante Tritón X – 114
3. Optimizar las variables parámetros (pH y concentración de agente surfactante), usadas en la extracción de arsénico inorgánico total por medio de la técnica de Extracción en el Punto de Neblina (Cloud Point Extraction) para la preconcentración de este elemento.
4. Determinar el grado de preconcentración del arsénico inorgánico total en muestras de agua a través de la metodología de Extracción en el Punto de Neblina (Cloud Point Extraction) por medio de espectrofotometría de absorción atómica por generador de hidruros.

VI. HIPOTESIS

El método de extracción en el punto de nube utilizando 2,3 – dimercaptopropanol como agente complejante y Tritón X – 114 como agente surfactante permite extraer arsénico inorgánico en muestras de agua elaboradas en el laboratorio.

VII. MATERIALES Y MÉTODOS

7.1. Población:

Muestras de agua preparadas en el laboratorio a partir de un estándar de arsénico de concentración de 1000 mg / L (ppm).

7.2.1. Humanos

- Levis Efraín Donado Vivar
- M.Sc. Félix Ricardo Véliz Fuentes

7.2.2. Institucionales

- Laboratorio de Investigación Química y Ambiental – LIQA –, Escuela de Química, Departamento de Análisis Inorgánico.
- Departamento de Análisis inorgánico, Escuela de Química, Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia, Universidad de San Carlos de Guatemala.
- Centro de Documentación y Biblioteca de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia – CEDOBF –
- Biblioteca central de la Universidad de San Carlos de Guatemala – USAC –
- Biblioteca de la Universidad del Valle de Guatemala – UVG –
Dirección General de Investigación – DIGI – bajo el proyecto 78 – 2009.

7.2.3. Económicos

- Esta investigación será realizada como parte del proyecto DIGI 78 – 2009, “Preconcentración y Determinación de Arsénico Inorgánico en Cantidades Ultra Traza de Muestras de Agua de Efluentes Naturales por Medio Extracción En El Punto Neblina (Cloud Point Extraction)”. Avalada por la Dirección General de Investigación – DIGI – y realizada en el Laboratorio de Investigación Química y Ambiental – LIQA –.

7.3. Metodología

7.3.1. Extracción en punto de Neblina

1. En un vaso de precipitados de capacidad 250 mL se pesa 0.25 g de Tritón X – 114 y 0.0014 g de 2, 3 - dimercaptopropanol (BAL).
2. Se prepara una disolución de Arsénico con una concentración de 5 ppm (mg/L) a partir de una disolución estándar con concentración de 1000 ppm (mg/L).
3. El contenido del vaso de precipitados se disuelve con la disolución de arsénico de manera de obtener Tritón X – 114 al 0.25 % p/v, 2, 3 - dimercaptopropanol (BAL) 1×10^{-5} M.
4. Se ajusta el pH con ácido clorhídrico concentrado.
5. La mezcla se agita y luego de alcanzar el punto de neblina se centrifuga por 20 minutos a 3,500 rpm.
6. Luego de la centrifugación se separan la fase acuosa y la fase rica en surfactante.
7. Las fases separadas se guarda para su posterior análisis.

7.3.2. Análisis de las fases colectadas

7.3.2.1. Curva de calibración

1. Preparación de Disolución Stock (1.00 mg/L)

- a. En un balón aforado de capacidad 50.00 mL, agregar 50.00 μ L de estándar de arsénico de 1000 mg/L.
- b. Aforar con agua desmineralizada.

2. Estándares de trabajo

- a. En balones aforados de capacidad 25.00 mL, preparar seis estándares de trabajo de concentraciones 2.00, 5.00, 7.00, 9.00, 12.00 y 15.00 μ g/L.
- b. A cada uno agregar 5 mL de una disolución de yoduro de potasio y ácido ascórbico (25% p/v) y los siguientes volúmenes de disolución stock:

Concentración de estándares de trabajo (μ g / L)	Volumen de disolución stock (μ L)
0.0	0.0
2.0	50.0
5.0	125.0
7.0	175.0
9.0	225.0
12.0	300.0
15.0	375.0

- c. Aforar con HNO_3 5 % v/v.
- d. Dejar reposar durante 45 minutos en un lugar fresco y oscuro, para lograr la reducción completa del arsénico (III) a (V).

7.3.2.2. Preparación de Muestras

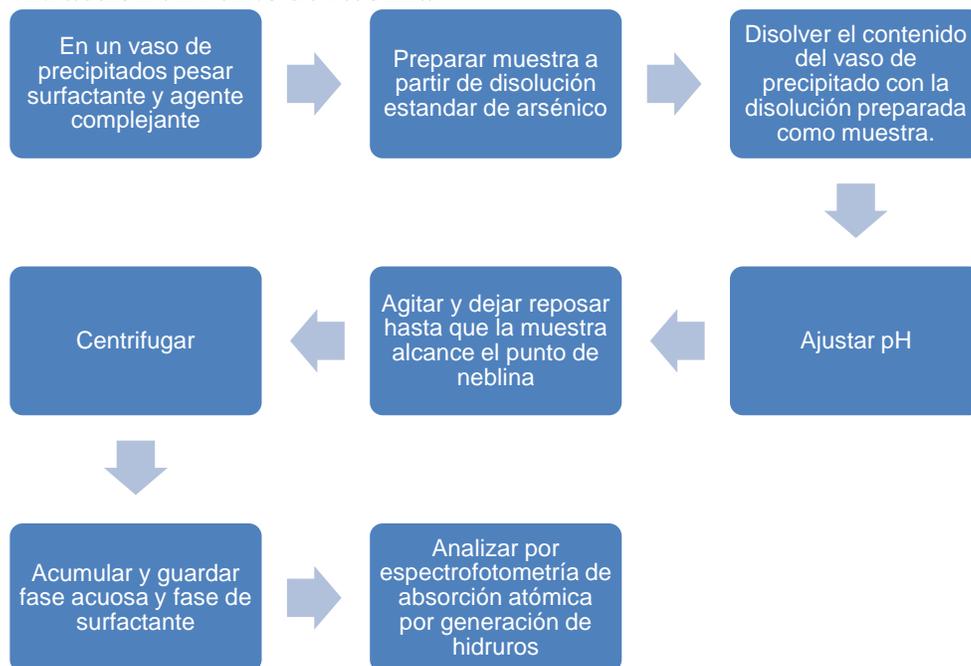
- a. En balones aforados con capacidad de 5.0 mL agregar 1 mL de una disolución de yoduro de potasio y ácido ascórbico (25% p/v)
- b. Medir con micropipeta automática 1 mL de fase acuosa obtenida en las pruebas de extracción.
- c. Aforar con HNO_3 5 % v/v.
- d. Dejar reposar durante 45 minutos, para lograr la reducción completa del arsénico (V).

7.3.2.3. Lectura de Muestras en Absorción Atómica por Generador de Hidruros

- a. Preparar 250 mL de una disolución de ácido clorhídrico al 50 % v/v.
- b. Preparar una disolución de borohidruro de sodio, disolviendo 1.50 g de este reactivo en 250.00 mL de agua desmineralizada y estabilizarla con una disolución de NaOH 5% p/v.
- c. Montar el equipo de generación de hidruros y la celda térmica en el espectrofotómetro de absorción atómica.
- d. Encender la celda térmica del equipo y esperar hasta alcanzar una temperatura de 900 °C
- e. Cargar el método para análisis de arsénico en el programa
- f. Encender la lámpara de cátodo hueco de arsénico y la lámpara de deuterio para corrección de fondo.
- g. Esperar 15 minutos para permitir el calentamiento de las lámparas.
- h. Introducir el número de muestras a leer con nombre y factor de dilución.
- i. Leer curva de calibración y muestras.
- j. Evaluar el análisis leyendo estándares como muestras de referencia. Otro inciso

7.4. Diagramas de flujo

7.4.1. Extracción en Punto de Neblina



7.4.2. Preparación de Muestras



VIII. Aval de la Unidad de Investigacion

IX. RESULTADOS

La primeras variables evaluadas en el trabajo de investigación fueron la concentración de agente surfactante y la temperatura a la que se alcanzaba el punto de nube en la disolución acuosa. Para ello se agregó la disolución etanólica del surfactante en un volumen definido de agua para luego aumentar la temperatura con una estufa, anotando la temperatura a la cual se alcanzaba el punto de nube.

Tabla No 1.

Evaluación de la concentración de Tritón X – 114 en disolución etanólica para la recuperación de fase surfactante con la técnica CPE.

Concentración de Tritón X – 114 (% p/v)	pH	Temperatura ° C	Observaciones	Cantidad de fase rica en surfactante recuperada (mL)
10 %	2.0	25	Se alcanza el punto de neblina	10
10 %	2.0	40	Se alcanza el punto de neblina	8
10 %	2.0	55	No se alcanza el punto de neblina	-
10 %	2.0	60	Se alcanza el punto de neblina sin separación de fases	-
20 %	2.0	25	Se alcanza el punto de neblina	15
20 %	2.0	40	Se alcanza el punto de neblina	6
20 %	2.0	55	Se alcanza el punto de neblina sin separación de fases	-
25 %	2.0	25	Se alcanza el punto de neblina	12

Se evaluó nuevamente la relación de la concentración de agente surfactante con el volumen de fase rica en surfactante recuperada luego de realizar la extracción en punto de nube, puesto que el volumen de agua utilizado al inicio en los ensayos iniciales era de 1 L y dificultaba la separación de las fases por centrifugación, se utilizó un volumen menor de agua para facilitar la separación de fases. Se logró determinar la cantidad de agente surfactante a utilizar y la concentración de este que se tiene que alcanzar en la disolución para recuperar la mayor cantidad de fase rica en surfactante luego de la extracción en punto de nube.

Tabla No 2

Evaluación de la recuperación de fase rica en surfactante mediante la técnica de CPE agregando directamente el Tritón X – 114 a la mezcla extractiva.

Cantidad de Tritón X – 114 (g)	Concentración de Tritón X – 114 en la mezcla extractiva (mg / L)	Promedio	pH	Cantidad de fase rica en surfactante obtenido	% de fase recuperada	Promedio
0.1231	0.0012	0.0012	2.0	0.4036	341%	405 %
0.1184	0.0012		2.0	0.5591	467%	
0.1197	0.0012		2.0	0.5003	406%	
0.2638	0.0026	0.0027	2.0	1.1801	447%	447 %
0.2672	0.0027		2.0	1.1953	447%	
0.2703	0.0027		2.0	1.2092	447%	
0.3506	0.0035	0.0035	2.0	No se alcanzo el punto de nube	---	279 %
0.3512	0.0035		2.0	1.4823	422%	
0.3604	0.0036		2.0	1.4987	416%	

La segunda variable evaluada en fue el efecto del pH en la extracción del arsénico de disoluciones acuosas preparadas en el laboratorio. Se evaluaron tres valores de pH utilizando disoluciones con tres concentraciones diferentes de arsénico, demostrándose que el pH optimo para la extracción de arsénico por medio de CPE es el pH acido en este caso con un valor de 2.

Tabla No 3.

Evaluación del pH para la recuperación de arsénico mediante Extracción en el Punto de Nube.

Concentración de Arsénico en la Disolución Inicial ($\mu\text{g/L}$)	pH	Cantidad de Agente Surfactante	Cantidad de Agente Complejante	Concentración de Arsénico en Fase Acuosa ($\mu\text{g/L}$)	% de As en Fase Acuosa	% de As en Fase Rica en Surfactante
3.72	2.00	0.25 g	0.044 g	0.43	11%	89%
3.72	7.00	0.25 g	0.044 g	1.97	53%	47%
3.72	9.00	0.25 g	0.044 g	3.29	88%	12%
8.49	2.00	0.25 g	0.044 g	1.67	20%	80%
8.49	7.00	0.25 g	0.044 g	1.65	19%	81%
8.49	9.00	0.25 g	0.044 g	11.5	135%	ND
12.78	2.00	0.25 g	0.044 g	30.0	235%	ND
12.78	7.00	0.25 g	0.044 g	105	819%	ND
12.78	9.00	0.25 g	0.044 g	27.1	212%	ND

ND: no determinado

Finalmente se evaluaron las fases acuosas obtenidas en los diferentes ensayos de extracción de arsénico por medio de CPE a muestras de agua preparadas en el laboratorio obteniéndose resultados que aunque no fueron reproducibles demostraron que si es factible extraer arsénico inorgánico de muestras de agua por medio de la metodología de extracción en punto de nube.

Tabla No 4

Evaluación de las fase acuosa obtenidas en muestras de agua tratadas con CPE utilizando BAL como agente complejante y Tritón X – 114 como agente surfactante.

No. Muestra	Absorbancia	Concentración de Arsénico ($\mu\text{g/L}$)	Concentración de Arsénico Corregida por Factor de Dilución ($\mu\text{g/L}$)	Concentración de Arsénico en partes por millón (mg/L)	pH	% As extraído
As M1	0.036	2.76	4430.78	4.43	acido	23%
As M3	0.0717	5.76	9227.02	9.22	acido	48%
As M7	0.0551	4.37	6996.84	6.99	acido	36%
As M8	0.0659	5.27	8447.80	8.44	acido	44%
As M9	0.0502	3.96	6338.53	6.33	acido	33%
Ecuación para la Curva de Calibración*		$y = 0.0119x + 0.003$				

* Ver tabla y grafica de la curva de calibración en anexos.

X. DISCUSION DE RESULTADOS

La concentración del agente surfactante y el pH son dos factores muy importantes para obtener resultados positivos en la preconcentración de un metal utilizando la metodología de CPE ya que estos factores afectan directamente el factor de preconcentración.

El factor de preconcentración se obtiene por la relación de concentraciones del analito en la fase rica en surfactante y en la fase acuosa obtenidas luego de realizar la extracción en el punto de nube. Es importante tomar en cuenta que la cantidad de agente surfactante a utilizar para el tratamiento de muestras a preconcentrar debe estar por arriba de la concentración crítica micelar, que según datos teóricos para el Tritón X - 114 es de 0.0113% p/v. Sin embargo la concentración de agente surfactante se relaciona directamente con la temperatura en la que se alcanza el punto de nube y con el volumen de fase rica en surfactante recuperada. (Pino, 2009.)

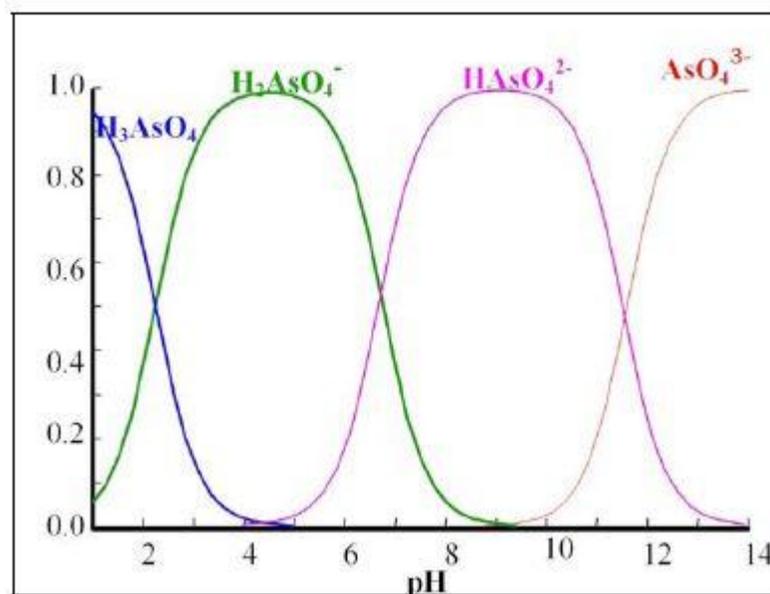
En esta investigación, a los ensayos iniciales de las muestras se les agregó un volumen determinado de disolución etanólica al 10 % p/v y 20 % p/v de Tritón X - 114, alcanzándose en la muestra tratada concentraciones de surfactante de entre 0.1 % p/v y 0.2 % p/v. en estas pruebas se observó que al aumentar la concentración de agente surfactante se obtenía un mayor volumen en la fase rica en surfactante luego del tratamiento de la muestra por CPE. Sin embargo en la tabla No 1 se puede observar que la recuperación de fase rica en surfactante es más eficiente al utilizar la disolución etanólica con concentración de 20 % p/v no existiendo una diferencia significativa al aumentar a 25 % p/v El motivo por el que se decidió realizar las pruebas con disoluciones etanólicas fue debido a la limitada solubilidad que presentó en agua el Tritón X-114 (menor del 5% p/p), mientras que en etanol la solubilidad es de 1 ml/10 ml.

Sin embargo la metodología inicial planteada dentro del proyecto proponía agregar directamente el agente surfactante a la muestra, por lo que tomando como punto de partida los resultados obtenidos en las pruebas iniciales se decidió agregar el agente surfactante directamente en la matriz acuosa de las muestras ya que con la cantidad agregada a las muestras el agente surfactante presentaba muy buena solubilidad, lográndose obtener las concentraciones de 0.1 % p/v y 0.2 % p/v en la muestra

El resultado al agregar directamente el agente surfactante a la muestra corroboró lo obtenido con las disoluciones etanólicas. En la tabla No 2 se observa que la mayor eficiencia con respecto al porcentaje de fase rica en surfactante recuperada se obtuvo a una concentración promedio de agente surfactante de 0.27 % p/v o al agregar 0.27 g de Tritón X - 114. Los porcentajes obtenidos son mayores al 100 % debido a que la fase rica en surfactante se humecta y como consecuencia de esto aumenta su volumen. Partiendo de las pruebas realizadas se fijó la cantidad de Tritón X - 114 en 0.25 g, cantidad que fue utilizada en las pruebas para optimizar el valor de pH en la extracción de arsénico por CPE.

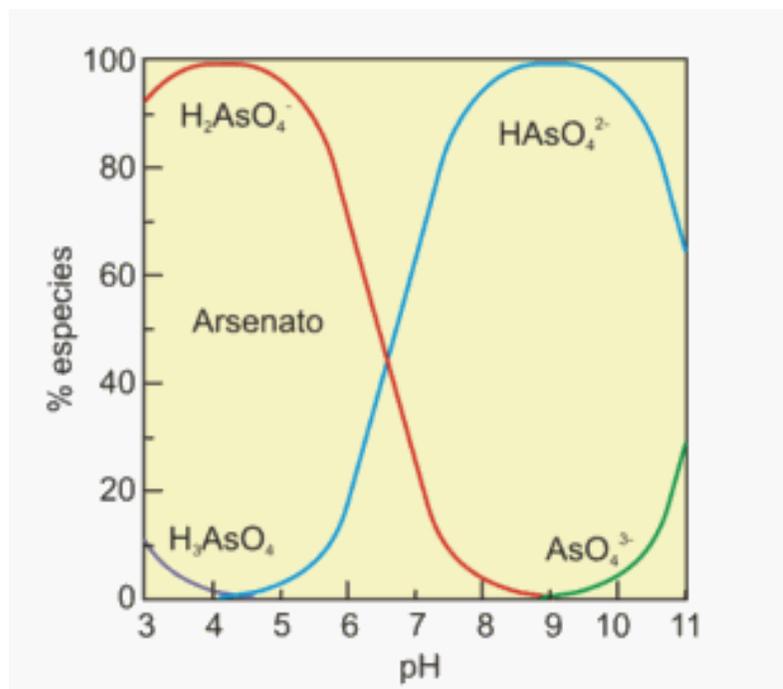
El pH es un factor importante en la extracción de metales por medio de CPE pues la formación del complejo que es extraído se lleva a cabo solamente con ciertas especies del metal, las cuales predominan a determinados valores de pH según se puede observar en las siguientes figuras.

Figura No 2. Especiación del arsénico en disoluciones acuosas en función del pH



(Litter, 2008)

Figura No 3. Especiación acuosa del arsénico trivalente en función del pH



(Litter, 2008)

En la tabla No 3 se pueden observar los resultados obtenidos al ensayar la extracción de arsénico a 3 valores distintos de pH (ácido, neutro y básico). La recuperación de arsénico luego de aplicar CPE a las muestras se da con mayor eficiencia a valores de pH ácido, específicamente a pH = 2; esto se debe posiblemente a la estabilidad del complejo formado entre el arsénico como molécula sin carga y el 2,3 dimercaptopropanol, puesto que la formación de este complejo se da con especies de arsénico trivalente sin carga, las cuales predominan a valores de pH entre 0 y 9. Lo anterior se puede observar en la tabla No 2, la cual muestra las especies dominantes de arsénico a diferentes valores de pH. Por otra parte, el agente complejante puede formar complejos solamente con especies neutras de arsénico. El agente surfactante forma micelas con complejos sin carga y solamente estas especies son extraídas. (Torralba, 2005)

De acuerdo a estudios sobre el mecanismo del 2,3 dimercaptopropanol usado como antídoto para la intoxicación por arsénico; este forma compuestos solamente con el arsénico en su forma trivalente formando el compuesto de coordinación al ligarse los azufres del BAL con el arsénico. Formando un complejo sin carga como se puede observar en la figura No 4. La extracción de este complejo se logra por la solubilidad de este en la fase rica en surfactante, al formar micelas con el agente surfactante.

Los factores que afectan la extracción son: la naturaleza y concentración del agente surfactante, la adición de sales y el pH de la disolución acuosa.

Los surfactantes más hidrofóbicos son los que tienen un menor número de unidades oxietilénicas y las cadenas hidrocarbonadas más largas, que es el caso del tritón x- 114 el cual tiene una cadena de 14 carbonos y de 9 a 10 unidades oxietilénicas.

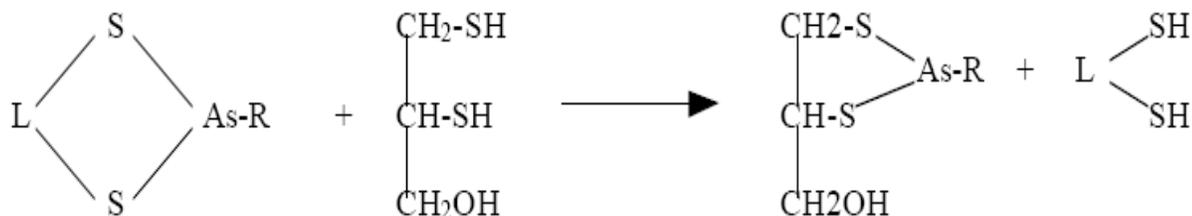
El efecto de la concentración puede observarse en las pruebas iniciales ya que se alcanza una concentración en la que se consigue una recuperación de agente surfactante máxima y por encima de la cual la recuperación de fase rica en surfactante no muestra cambios apreciables.

El efecto del pH se basa en la formación del complejo As - BAL, ya que las especies de arsénico en las que este se encuentra en su forma trivalente predominan solamente a ciertos valores de pH como se discute en párrafos anteriores.

Tabla No 2. Predominio de especies de arsénico en medio acuoso a diferentes rangos de pH

Rango de pH	Valencia del arsénico	Especie dominante
0 – 9	As+ 3	H ₃ AsO ₃
10 – 12	As+ 3	H ₂ AsO ₃ ⁻
13	As+ 3	H ₃ AsO ₃ ⁻²
14	As+ 3	AsO ₃ ⁻³
0 – 2	As+ 5	H ₃ AsO ₄
3 -6	As+ 5	H ₂ AsO ₄ ⁻
7 – 11	As+ 5	H ₃ AsO ₄ ⁻²
12 - 14	As+ 5	AsO ₄ ⁻³

Figura No 4. Formación del complejo entre el 2,3 – dimercaptopropanol y el arsénico.

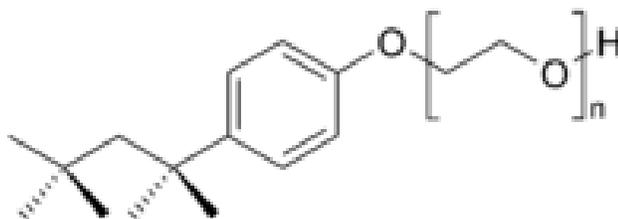


(Torralba, 2005)

La formación del complejo As – BAL se puede explicar por medio de a la teoría de ácidos y bases duros y blandos – ABDB – de Pearson ya que según esta la formación de compuestos se da por interacciones entre ácidos y bases, duro – duro y blando – blando.

En el caso del complejo As – BAL el As se clasifica como una base muy blanda y el BAL como un ácido blando debido al grupo tiol (- SH) el cual forma el complejo con el arsénico. (Rayner, 2000)

Figura No 5. Estructura del agente surfactante Tritón X – 114.



(Torralba, 2005)

En lo que respecta al grado de preconcentración del arsénico inorgánico, no fue posible su determinación ya que solamente se pudo determinar la concentración de arsénico en la fase acuosa y el cálculo del factor de preconcentración involucra el volumen de la fase rica en surfactante y la concentración de arsénico en dicha fase así como el volumen de la misma.

Los resultados expuestos fueron obtenidos al realizar los análisis de las fases recuperadas luego del tratamiento de las muestras con CPE en los cuales se midió la concentración de arsénico en dicha fase, y aunque los resultados no fueron reproducibles si se puede observar que se lleva a cabo la extracción de arsénico de la muestras tratadas con CPE. Las pruebas para la determinación de arsénico en las fases ricas en surfactante no dieron resultados reproducibles ya que luego de realizar el análisis por medio de la metodología propuesta inicialmente se observó que esta debía ser modificada, por lo que se

decidió realizar las pruebas con las fases acuosas para obtener el porcentaje de recuperación de arsénico y calcular el factor de preconcentración.

Los porcentajes de recuperación de arsénico inorgánico obtenidos utilizando Tritón X - 114 como agente surfactante y BAL como agente acomplejante muestran que es posible extraer arsénico de muestras de agua por medio de CPE, pero es importante tomar en cuenta que los análisis se realizaron a las fases acuosas y los porcentajes de arsénico en la fase rica en surfactante que se muestran en la tabla No 3 de los resultados fueron calculados por diferencia respecto al porcentaje de arsénico obtenido en la fase acuosa.

La investigación muestra la factibilidad de extraer arsénico inorgánico total de muestras de agua por medio de CPE usando BAL y Tritón X - 114. Encontrándose que la mayor eficiencia en la extracción se obtiene utilizando una concentración de Tritón X - 114 en la muestra de 0.25 % p/v y a pH ácido (pH = 2).

Respecto a la hipótesis de investigación planteada, esta se comprueba. Ya que a pesar no obtener reproducibilidad en los resultados, estos demuestran que es posible extraer arsénico inorgánico en muestras de agua preparadas en el laboratorio utilizando 2,3 - dimercaptopropanol como agente complejante y Tritón X - 114 como agente surfactante.

XI. CONCLUSIONES

1. Se logró la extracción de arsénico inorgánico aplicando la metodología de CPE a muestras de agua utilizando BAL como agente acomplejante y Tritón X - 114 como agente surfactante obteniendo resultados favorables pero no reproducibles.
2. Se determinó que es posible extraer arsénico inorgánico de muestras de agua utilizando tritón X - 114 en concentración de 0.2 % p/v en disolución acuosa a pH ácido
3. Se optimizó el parámetro de concentración de agente surfactante para la extracción de arsénico inorgánico por medio de CPE, encontrando que la concentración a la que se obtenía un mayor porcentaje de fase rica en surfactante recuperada es de 0.2 % p/v
4. El mayor porcentaje de arsénico inorgánico extraído mediante la aplicación de CPE se consiguió a un valor de pH de 2. Valor de pH en el que las especies dominantes de arsénico son el ácido arsénico y ácido arsenioso las cuales son especies neutras.
5. Se determinó el porcentaje de extracción de arsénico midiendo las fases acuosas obtenidas al aplicar CPE, sin embargo no fue posible determinar el grado de preconcentración ya que no se pudo realizar la determinación cuantitativa del arsénico en la fase rica en surfactante.

XII. RECOMENDACIONES

1. Realizar ensayos de extracción en el rango de valores de pH entre 0 y 9 ya que es en este rango en el que se predomina la especie neutra de arsénico trivalente la cual forma el complejo con el BAL.
2. Evaluar el tiempo y la velocidad de centrifugado en la separación de fases, así como buscar un método para eliminar la mayor cantidad de agua en la fase rica en surfactante de manera de que esta disminuya en el mayor grado posible.
3. Evaluar los parámetros que afectan la determinación cuantitativa de la fase rica en surfactante.

XIII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Abbas Afkhami. (2006). Cloud Point Extraction Spectrophotometric Determination of Trace Quantities of Bismuth in Urine. Brazil: J. Braz. Chem. Soc., 17 (4). 797 – 802
2. Acuña, Auristela. (2004). Diseño de Metodologías para la Determinación de Especies Volátiles. (Tesis de Doctorado). Universidad de Los Andes. Venezuela. Recuperado de
3. Albores, et. al. (1997). Arsénico. Palacios Albert. Introducción a la Toxicología Ambiental. México. 247 – 261.
4. Ávila, M. Rita., Burguera, L. José. (2003) Las micelas en química analítica. Revista de la Sociedad Venezolana de Química. 26 (2), 23 – 31.
5. Cáceres, A. 1999. “Arsénico, Normativas y Efectos en la Salud.” XIII Congreso de Ingeniería Sanitaria y Ambiental. AIDIS. Chile. Recuperado de <http://www.cepis.org.pe/bvsacd/arsenico/Arsenic2004/theme2/paper2.12.pdf>
6. Carbonell, A. et al. (1995) Arsénico en el Sistema Suelo – Planta. España:
7. Daniel Lázaro et al. (2003). Cloud-point extraction for the determination of Cd, Pb and Pd in blood by electrothermal atomic absorption spectrometry, using Ir or Ru as permanent modifiers. J. Anal. At. Spectrom, 18. 501 – 507.
8. Dra. Litter, Martha. (2008). El arsénico en Iberoamérica Distribución, metodologías analíticas y tecnologías económicas de remoción. Red temática CYTED. Argentina.
Espagrafic.
9. Farzaneh Shemirani, Shiva Dehghan Abkenar. (2004). The Application of Cloud Point Extraction for the Preconcentration and Speciation of Chromium by Flame Atomic Absorption Spectrometry. Canadian Journal of Analytical Sciences and Spectroscopy, 49 (1). 31 – 36.
10. Galvao, L., Corey, G. 1987. “Arsénico.” Centro Panamericano de Ecología Humana y Salud. Organización Panamericana de la Salud. Organización Mundial de la Salud. Metepec, México.
http://tesis.ula.ve/postgrado/tde_busca/archivo.php?codArchivo=138.

<http://www.agualatinoamerica.com/http://www.agualatinoamerica.com/docs/PDF/V7N2Tischler.pdf>.

11. Katime et al. (2003). Micelas. *Revista Iberoamericana de Polimeros*, 4(2), 123 – 148.
12. Morand, Enzo E. Determinación de arsénico en agua por espectrometría de absorción atómica con generación de hidruro (HG-AAS). Recuperado de <http://www1.unne.edu.ar/cyt/2002/08-Exactas/E-048.pdf>.
13. Nasser Dalali. (2008). On-line Incorporation of Cloud Point Extraction in Flame Atomic Absorption Spectrometric Determination of Silver. *Turqia: J Chem*. 32. 561 - 570
14. Organización Mundial de la Salud. (2006). Mitigación de los Efectos de Arsénico Presente en las Aguas Subterráneas. Recuperado de http://apps.who.int/gb/ebwha/pdf_files/EB118/B118_14-sp.pdf
15. Pino Estévez, Verónica. 2009 Extracción y preconcentración micelar. Aplicación a la determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos en muestras de interés medioambiental. Tesis de maestría. Universidad de la Laguna. España.
16. Rayner Geoff. (2000). *Química Inorgánica Descriptiva*. México: Prentice Hall.
17. Salager, Jean Louis. (1993). *Surfactantes en Solución Acuosa*. Cuaderno RIRP No 201 A. Laboratorio FIRP Escuela de ingeniería Química, Universidad de los Andes Mérida Venezuela. p. 1 -22.
18. Stephen R. Tischler. (2005) *El Análisis del Arsénico*. *Agua Latinoamérica*, 7 (2).
19. Suárez Solá1, F.J. González-Delgado. (2004). Análisis, diagnóstico y tratamiento de las intoxicaciones arsenicales. España.
20. Torralba M, María. 2005. Mejoras al sistema de generación de hidruros-absorción atómica para la determinación de arsénico total en materiales biológicos. Determinación simultánea de sus especies tóxicas mediante procedimientos de calibración. Tesis de Doctorado, Universidad Complutense de Madrid, España.

21. www.espectrometria.com. (n.d.) Espectrometría de absorción atómica. Recuperado Octubre 12, 2009, desde http://www.espectrometria.com/espectrometra_de_absorcin_atmica

IX. Anexos

Anexo No 1

Curva de calibración realizada para la evaluación de fases acuosas por Espectrometría de Absorción Atómica con Generación de Hidruros

No de Estándar	Concentración de Arsénico en partes por billón	Absorbancia
Blanco	0.0000	0.0004
1	5.0000	0.0628
2	10.0000	0.1243
3	12.0000	0.1496
4	15.0000	0.1812
5	20.0000	0.2382
Pendiente	0.01191	
Intercepto	0.0030	

Grafica y ecuación para la curva de calibración realizada para la evaluación de fases acuosas por Espectrometría de Absorción Atómica con Generación de Hidruros

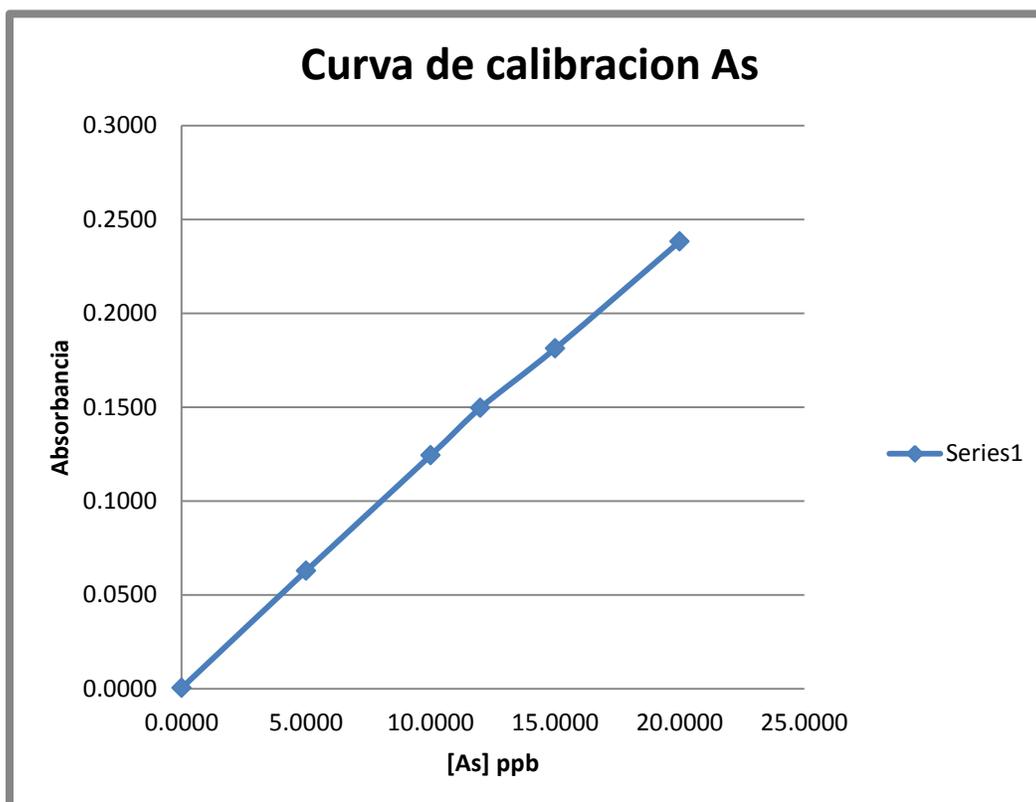


Figura No 1. Separación de fases luego del proceso de centrifugación

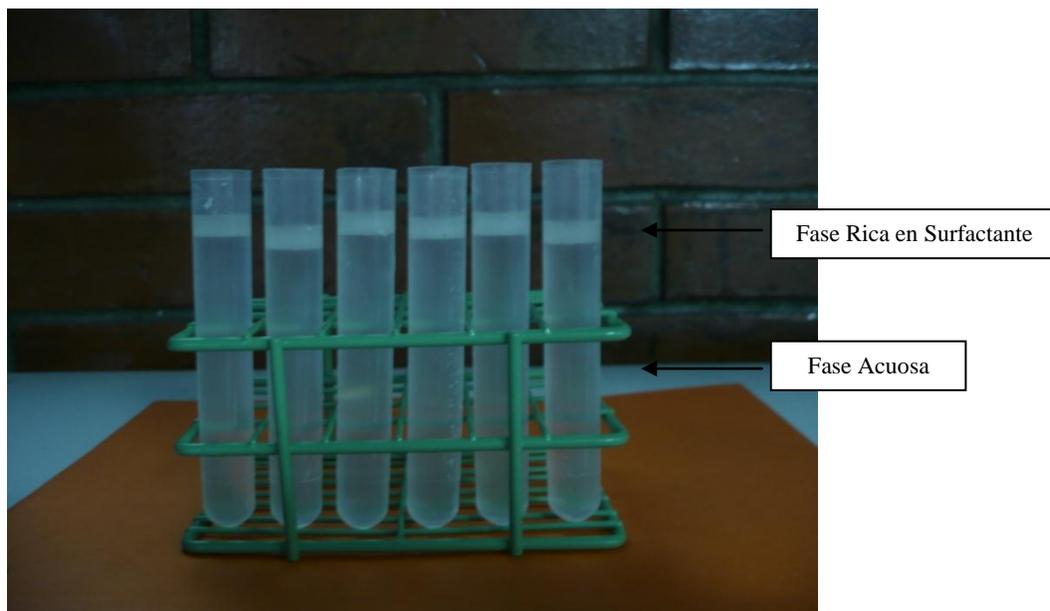


Figura No 2. Muestra de agua antes y después de alcanzar el punto de nube.



Figura No 3. Muestras de Agua en punto de nube antes de ser centrifugadas.

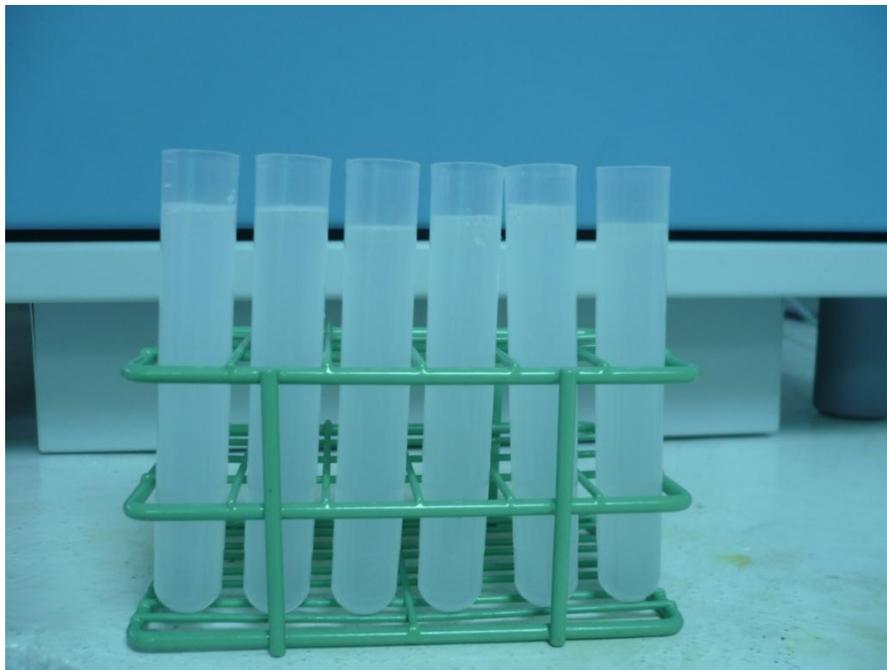


Figura No 4. Equipo de Absorción Atómica con Generador de Hidruros Utilizado para la Medición de las fases recuperadas luego de la extracción de arsénico de las muestra de agua por la técnica de Extracción en Punto de Nube

