



Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Mecánica

**DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA DETECCIÓN Y CARACTERIZACIÓN
DE METALES CONTENIDOS EN EL AGUA POR MEDIO DE ESPECTROFOTOMETRÍA
UV-VISIBLE**

Juan José Ramos Cortéz

Asesorado por el Ing. Jorge Iván Cifuentes Castillo

Guatemala, noviembre de 2021

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA DETECCIÓN Y CARACTERIZACIÓN
DE METALES CONTENIDOS EN EL AGUA POR MEDIO DE ESPECTROFOTOMETRÍA
UV-VISIBLE**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

JUAN JOSÉ RAMOS CORTÉZ

ASESORADO POR EL ING. JORGE IVÁN CIFUENTES CASTILLO

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERO MECÁNICO

GUATEMALA, NOVIEMBRE DE 2021

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANA	Inga. Aurelia Anabela Cordova Estrada
VOCAL I	Ing. José Francisco Gómez Rivera
VOCAL II	Ing. Mario Renato Escobedo Martínez
VOCAL III	Ing. José Milton de León Bran
VOCAL IV	Br. Kevin Vladimir Cruz Lorente
VOCAL V	Br. Fernando José Paz González
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANA	Inga. Aurelia Anabela Cordova Estrada
EXAMINADOR	Ing. Mynor Roderico Figueroa Fuentes
EXAMINADOR	Ing. Milton Alexander Fuentes Orozco
EXAMINADOR	Ing. Carlos Snell Chicol Morales
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

En cumplimiento con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA DETECCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE METALES CONTENIDOS EN EL AGUA POR MEDIO DE ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VISIBLE

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Mecánica, con fecha 19 de marzo de 2021.

Juan José Ramos Cortéz

Guatemala, 16 de septiembre de 2021

Ingeniero
Gilberto Enrique Morales Baiza
Director de Escuela de Ingeniería Mecánica
Facultad de Ingeniería
Universidad de San Carlos de Guatemala

Ingeniero Morales:

Por este medio le comunico que he procedido a la revisión del trabajo de graduación elaborado por el estudiante **Juan José Ramos Cortéz**, quien se identifica con registro académico **201503882** y CUI **2863016950101** de la carrera de ingeniería mecánica, cuyo título es **“DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA DETECCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE METALES CONTENIDOS EN EL AGUA POR MEDIO DE ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VISIBLE”**.

Trabajo elaborado bajo mi supervisión, el cual he revisado en su totalidad, y cuenta con mi aprobación considerando que cumple con los métodos y objetivos planteados. Por tal motivo, solicito darle el trámite correspondiente.

Sin otro particular me suscribo atentamente,



Jorge Iván Cifuentes Castillo
Maestr en Ciencias Ingeniero Mecánico,
Colegiado No. 3413

Jorge Iván Cifuentes Castillo
Ingeniero Mecánico
Colegiado No. 3413
ASESOR



USAC

TRICENTENARIA
Universidad de San Carlos de Guatemala

Facultad de Ingeniería

Escuela de Ingeniería Mecánica

Ref.EIM.122.2021

El Coordinador del Área Complementaria de la Escuela de Ingeniería Mecánica, luego de conocer el dictamen del Asesor y habiendo revisado en su totalidad el trabajo de graduación titulado: **DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA DETECCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE METALES CONTENIDOS EN EL AGUA POR MEDIO DE ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VISIBLE** desarrollado por el estudiante: **Juan José Ramos Cortéz** con Registro Académico **201503882** y CUI **2863016950101** recomienda su aprobación.

“Id y Enseñad a Todos”

Carlos Humberto Pérez Rodríguez
INGENIERO MECÁNICO INDUSTRIAL
Colegiado 3071

ESUELA DE INGENIERIA MECANICA
COORDINADOR
AREA
COMPLEMENTARIA
USAC

Ing. Carlos Humberto Pérez Rodríguez
Coordinador Área Complementaria
Escuela de Ingeniería Mecánica

Guatemala, septiembre 2021



USAC

TRICENTENARIA
Universidad de San Carlos de Guatemala

Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Mecánica

Ref.E.I.M.155.2021

El Director de la Escuela de Ingeniería Mecánica, de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del Asesor y con la aprobación del Coordinador del Área Complementaria del trabajo de graduación titulado: **DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA DETECCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE METALES CONTENIDOS EN EL AGUA POR MEDIO DE ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VISIBLE** del estudiante de **Juan José Ramos Cortéz, CUI 2863016950101**, Reg. Académico **201503882** y luego haberlo revisado en su totalidad, procede a la autorización del mismo.

"ID Y ENSEÑAD A TODOS"



Ing. Gilberto Enrique Morales Baiza
Director
Escuela de Ingeniería Mecánica

Guatemala, noviembre 2021

/aej



USAC
TRICENTENARIA
Universidad de San Carlos de Guatemala

Decanato
Facultad de Ingeniería
24189101- 24189102
secretariadecanato@ingenieria.usac.edu.gt

DTG. 649.2021

La Decana de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Mecánica, al Trabajo de Graduación titulado: **DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA DETECCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE METALES CONTENIDOS EN EL AGUA POR MEDIO DE ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VISIBLE**, presentado por el estudiante universitario: **Juan José Ramos Cortéz**, y después de haber culminado las revisiones previas bajo la responsabilidad de las instancias correspondientes, autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE:


Inga. Anabela Cordova Estrada

Decana



Guatemala, noviembre de 2021.

AACE/cc

ACTO QUE DEDICO A:

Dios

Por las bendiciones otorgadas en todo sentido a lo largo de este camino. Por ser una luz y fortaleza en momentos difíciles. Por mostrarme qué tipo de persona puedo ser y alcanzar la mejor versión de mí.

Mis padres

Ana Coralia Cortéz y Juan José Ramos. Quienes me inspiran y motivan, gracias por su apoyo moral y material. Este logro y los que vendrán, son de ustedes.

Mis hermanos

Glenda Marleny, Mayra Janeth y Oscar Amado. Por el apoyo y cariño brindado durante estos años que me impulsaron a salir adelante.

Mis sobrinos

De la más grande al más pequeño. Porque mi anhelo es que ellos puedan dar un paso más del que yo algún día daré.

AGRADECIMIENTOS A:

**Universidad de San
Carlos de Guatemala**

Mi *alma mater*. Que a donde quiera que vaya y en donde sea que este siempre pondré su nombre en alta estima.

Facultad de Ingeniería

Por brindarme una vida académica colmada de sabiduría, lucha y verdad.

Ing. Jorge Iván Cifuentes

Por su valioso tiempo otorgado y el acompañamiento brindado durante el proceso de este trabajo.

**Unidad de Investigación
de la Escuela de
Ingeniería Mecánica**

Por haber prestado las instalaciones y el equipo requerido para este trabajo de graduación.

**Mis amigos de la
facultad**

Por haber hecho los días en la universidad más interesantes y agradables.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	V
LISTA DE SÍMBOLOS	VII
GLOSARIO	IX
RESUMEN.....	XIII
OBJETIVOS.....	XV
INTRODUCCIÓN.....	XVII
1. ANTECEDENTES	1
1.1. El agua	1
1.1.1. Características del agua	2
1.1.2. Agua para uso humano, agrícola e industrial.....	4
1.1.3. El recurso hídrico en Guatemala	9
1.2. Ámbito legal y técnico.....	10
1.2.1. Legislación ambiental	10
1.2.2. Constitución Política República de Guatemala .	11
1.2.3. Código de Salud y Código Penal	12
1.3. Características de los elementos objeto de estudio	15
1.3.1. Reactivo.....	15
1.3.2. Características generales	16
1.3.2.1. Aluminio	18
1.3.2.2. Cobre	20
1.3.2.3. Cromo	21
1.3.2.4. Hierro	22
1.3.2.5. Manganeso	24
1.4. Efectos de la presencia de metales en el agua	25

1.4.1.	Salud humana	25
1.4.2.	Manejo industrial	27
2.	MARCO TEÓRICO	29
2.1.	Introducción a los métodos instrumentales de análisis	29
2.1.1.	Generalidades de los instrumentos	29
2.1.1.1.	Campo de medida	29
2.1.1.2.	Alcance.....	30
2.1.1.3.	Error	30
2.1.1.4.	Exactitud.....	31
2.1.1.5.	Precisión.....	31
2.1.1.6.	Sensibilidad	32
2.1.1.7.	Histéresis.....	33
2.1.1.8.	Selectividad	33
2.1.2.	Tipos de errores y fuentes de ruido	33
2.1.3.	Los métodos analíticos.....	38
2.1.4.	Clasificación de métodos instrumentales ópticos.	41
2.2.	Espectrofotometría	44
2.2.1.	Panorama histórico	46
2.2.2.	Características de la radiación electromagnética	48
2.2.3.	Análisis de longitud de onda y frecuencia	51
2.2.4.	Interacción materia-radiación electromagnética	53
2.2.5.	Medidas del espectro y dispersión de la luz	55
2.2.6.	Espectros de absorción y emisión	57
2.2.7.	Generalidades de absorbancia y transmitancia	61
2.2.8.	Ley de Lambert-Beer y sus limitaciones.....	63

	2.2.9.	Curvas de calibración	68
2.3.		Espectrofotometría de absorción ultravioleta visible.....	69
	2.3.1.	Leyes de absorción de la radiación	70
	2.3.2.	Desviaciones y fuentes errores.....	72
	2.3.3.	Aplicaciones.....	76
2.4.		Diseño general de los instrumentos ópticos	79
	2.4.1.	Monocromador y policromador	80
	2.4.2.	Anchura de banda y rendija espectral	83
	2.4.3.	Resolución del espectro	83
	2.4.4.	Fuentes de radiación	84
	2.4.5.	Selectores de longitud de onda	86
	2.4.6.	Recipientes para muestras	89
	2.4.7.	Transductores de radiación	90
	2.4.8.	Procesadores de señal y lectura.....	94
	2.4.9.	Tipos de instrumento ópticos	94
2.5.		Métodos complementarios para análisis en líquidos	96
	2.5.1.	Otros métodos instrumentales	96
	2.5.2.	Introducción a los métodos electroanalíticos	99
	2.5.3.	Introducción a los métodos cromatográficos...	102
3.		FASE DE INVESTIGACIÓN	105
	3.1.	Metodología.....	105
		3.1.1. Normas	106
		3.1.1.1. APHA.....	107
		3.1.1.2. COGUANOR NTG 29001	111
		3.1.1.3. Parámetros de calidad del agua ..	112
	3.2.	Recursos	113
		3.2.1. Humanos	114
		3.2.2. Físicos	114

3.2.3.	Materiales.....	114
3.2.4.	Instrumentación.....	115
3.2.5.	Reactivos.....	116
3.3.	Procedimiento.....	117
3.3.1.	Consideraciones previas.....	117
3.3.2.	Comprobación de la calibración del instrumento.....	118
3.3.3.	Preparación de muestras para medición.....	118
3.3.3.1.	Reactivo para aluminio.....	121
3.3.3.2.	Reactivo para cobre.....	121
3.3.3.3.	Reactivo para cromo hexavalente.....	122
3.3.3.4.	Reactivo para hierro total.....	122
3.3.3.5.	Reactivo para manganeso total... ..	123
3.4.	Resultados.....	123
3.5.	Discusión de resultados.....	126
4.	APLICACIONES ACADÉMICAS.....	133
4.1.	Metodología.....	133
4.2.	Cursos relacionados.....	135
4.3.	Estructura teórico-práctico.....	136
	CONCLUSIONES.....	139
	RECOMENDACIONES.....	141
	BIBLIOGRAFÍA.....	143
	APÉNDICES.....	147
	ANEXOS.....	155

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Molécula del agua	3
2.	Regulación para agua y saneamiento	14
3.	Metales en un motor de propulsión PW2037	17
4.	Pasivación del aluminio.....	19
5.	Diagrama hierro-carburo de hierro	23
6.	Exactitud y precisión	32
7.	Relación señal/ruido.....	36
8.	Diagrama de flujo para seleccionar un método instrumental.....	39
9.	Tipos de métodos instrumentales ópticos	42
10.	Espectros de varias sustancias	45
11.	Variaciones del campo eléctrico y magnético de un haz luz	49
12.	Espectro electromagnético en espectrofotometría	54
13.	Medición del espectro de alguna muestra ejemplo	55
14.	Geometría de un haz de luz dispersa.....	57
15.	Absorción de radiación y el incremento de energía	59
16.	Espectrofotometría de emisión de plasma acoplado.....	61
17.	Diseño general de un espectrofotómetro	61
18.	Camino de un haz de luz a través de una muestra absorbente	64
19.	Representación gráfica de la ley de Lambert-Beer	65
20.	Curva de calibración típica	68
21.	Límites de detección en ng/ml, para los elementos seleccionados	73
22.	Errores en la transmitancia, absorbancia y la concentración	75
23.	Instrumentos básicos en espectrofotometría.....	80

24.	Muestra de un policromador y un monocromador.....	81
25.	Gráfica de la salida de un selector de longitud de onda	87
26.	Filtro de interferencia de fluoruro de calcio en películas de plata ..	88
27.	Recipientes de muestra para espectrofotometría	90
28.	Sección transversal de una celda fotovoltaica	92
29.	Fototubo y sistema de lectura de amplificación	92
30.	Sección transversal de un tubo fotomultiplicador.....	93
31.	Cotejo de datos calculados vs referencia	125

TABLAS

I.	Características físicas y organolépticas del agua	5
II.	Características químicas del agua para el consumo humano.....	6
III.	Parámetros de agua de alimentación para calderas.....	28
IV.	Propiedades base de los métodos instrumentales.....	40
V.	Colores de las diferentes longitudes de onda	51
VI.	Términos y símbolos aplicados en espectrofotometría	63
VII.	Longitudes de onda seleccionadas para la medición.....	105
VIII.	Ecuación de concentración para cada metal	106
IX.	Rangos estandarizados en la norma COGUANOR NTG 29001 ..	112
X.	Rangos estandarizados por EPA.....	113
XI.	Atributos del espectrofotómetro VW-R Uv 1600 PC	116
XII.	Comprobación de la calibración del espectrofotómetro	118
XIII.	Resultados de absorbancia para los metales seleccionados.....	124
XIV.	Concentraciones calculadas y sus limitaciones	124
XV.	Porcentaje de desviación respecto a COGUNOR NTG 29001	125
XVI.	Sesiones teóricas para espectrofotometría.....	137

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
Abs	Absorbancia
Å	Ángstrom, equivalente a 0,1 nm
cm	Centímetro
CV %	Coeficiente de variación
C	Concentración
σ	Desviación estándar
°C	Grados Celsius
l	Litro
λ	Longitud de onda
b	Longitud de trayectoria óptica
IR	Luz infrarroja
Uv	Luz ultravioleta
Vis	Luz visible
m	Metro
μ	Micro, equivalente a 10^{-6}
mg	Miligramo
ml	Mililitro
nm	Nanómetro
ppm	Partes por millón, equivalente a mg/l
P	Potencia radiante
pH	Potencial de hidrógeno
T	Transmitancia

GLOSARIO

Absorbancia	Medida en la que se establece la atenuación de luz cuando es absorbida por una muestra.
Alcalinidad	Capacidad que posee el agua para neutralizar distintos tipos de ácidos.
Analito	Elemento o muestra de interés analítico.
APHA	American Public Health Association.
COGUANOR	Comisión Guatemalteca de Normas.
Concentración	Expresa la cantidad de metales presentes en determinado volumen de agua.
EPA	Environmental Protection Agency.
Espectrofotómetro	Instrumento utilizado para medir la cantidad de luz absorbida por una sustancia en función de la concentración, absorbancia o transmitancia.
Estado de oxidación	Indica el grado en el que los átomos de un elemento ganan o pierden electrones y forma diferentes compuestos.

Fotocelda	Dispositivo electrónico con la capacidad de cambiar la corriente eléctrica proporcional al cambio de luz.
Fotodiodo	Dispositivo electrónico con la capacidad de producir una corriente eléctrica cuando es expuesto a la luz.
Fotoelectrón	Emisión de electrones de un material cuando es inducido por la acción de la luz.
Ion	Átomo o molécula que ha ganado o perdido electrones y que no es eléctricamente neutro.
ISO	International Organization for Standardization.
Lixiviar	Proceso de separación de sustancias contenidas en una sola matriz.
Muestra	Porción de agua representativa de toda la red de distribución.
Muestra en blanco	Muestra de agua a la que no se le aplica ningún procedimiento analítico y se utiliza para calibrar la absorbancia cero.
Organoléptico	Característica que posee el agua y que es percibida por los sentidos.
Polarización	Proceso por el cual una onda puede dividirse y oscilar en diferentes direcciones.

Presión osmótica	Presión mínima que se debe aplicar para detener el flujo en una membrana o filtro semipermeable.
Radiación	Combinación de campos eléctricos y magnéticos que se propagan en el espacio en forma de luz.
Reactivo	Sustancia química utilizada para detectar o medir otras sustancias de interés.
Redox	Procedimiento para inducir la transferencia de electrones.
Sales	Sustancia formada por la sustitución de átomos de hidrogeno por átomos metálicos.
Transmitancia	Magnitud física que expresa la relación del cambio de la energía de radiación cuando incide en una muestra.

RESUMEN

La Universidad de San Carlos de Guatemala a través de la facultad de Ingeniería posee un rol fundamental para la búsqueda de soluciones en beneficio de la población guatemalteca y de la protección del medio ambiente, sumando esfuerzos en conjunto con los estudiantes, personal docente y demás instituciones privadas y estatales.

El presente trabajo de graduación evalúa una metodología basada en espectrofotometría ultravioleta visible para la detección de metales contenidos en agua de grifo, representativo de la red de distribución de la Facultad de Ingeniería con alcance para agua potable y aguas residuales. Específicamente se analizaron los metales aluminio, cobre, hierro total, cromo hexavalente y manganeso total; analizando de manera individual cada elemento.

La metodología se desarrolló para ser un proceso rápido y sencillo para funcionar como una primera medida para la detección de parámetros fuera de límites establecidos. Cada metal fue sometido a una específica longitud de onda seleccionada, basado en la interacción entre radiación electromagnética y la muestra, la cual, fue sometida a un proceso químico por reactivos específicos siguiendo el procedimiento de cada fabricante.

Para lograr cuantificar el metal presente en la muestra de agua, según la longitud de onda seleccionada, se midió la absorbancia de tres ensayos independientes y se utilizó el promedio de los resultados. Para obtener una ecuación que relacionara la absorbancia con la concentración, se utilizaron curvas de calibración basadas en la ley de Lambert-Beer. Con el objetivo de tener

un proceso detallado, las curvas de calibración preparadas a concentraciones conocidas se consultaron bibliográficamente para cada metal. Los resultados de las concentraciones calculadas fueron comparados con las normativas según la Comisión Guatemalteca de Normas y la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos.

El trabajo se desarrolla en cuatro capítulos principales. Primero se analiza el recurso hídrico desde perspectivas científicas y legislativas; se caracteriza cada metal estudiado y sus consecuencias a nivel humano y comercial. Seguidamente se hace un repaso teórico relacionado con el método descrito y se describe los procesos y métodos seguidos, los resultados y su consecuente análisis. Finalmente, se hace una observación sobre cómo podría influir este tema y su relación con algunos cursos de la Escuela de Ingeniería Mecánica.

Como uno de los fines del presente trabajo de graduación se expuso una metodología detallada para la detección de metales contenidos en el agua para poder habilitar el equipo de espectrofotómetro VWR Uv 1600 PC de la Unidad de Investigación de la Escuela de Ingeniería Mecánica, se verificó que a pesar del poco uso del equipo, y de su relativa simpleza, es de gran utilidad para un sinnúmero de aplicaciones académicas, científicas y comerciales con el fin de mejorar la calidad de agua.

OBJETIVOS

General

Desarrollo de una metodología para la detección y caracterización de metales contenidos en el agua por medio de espectrofotometría Uv-Visible.

Específicos

1. Categorizar normas y leyes nacionales aplicadas al uso del agua, así como describir a los elementos metálicos objetos de estudio.
2. Conceptuar los tipos de métodos e instrumentos utilizados en la espectrofotometría para análisis en líquidos.
3. Estudiar el método instrumental óptico Uv-Visible para la detección de metales contenidos en el agua.
4. Realizar un análisis de aplicación práctica y teórica dentro de la Escuela de Ingeniería Mecánica para el método descrito.

INTRODUCCIÓN

A pesar de que no se ha logrado demostrar a ciencia cierta cómo empezó la vida en la Tierra, los hallazgos geológicos sugieren que comenzó cuando está aún era joven. La vida era simple, apenas eran algunos organismos unicelulares y cianobacterias que adaptaron el agua como un componente fundamental para su existencia. Con el paso del tiempo, la vida se acento en la tierra, pero el agua aún era parte esencial para la gestión de su organismo, como lo es hoy en día y como lo seguirá siendo.

El mundo evolucionado en el que hoy vivimos ha solicitado un gran ingenio para suplir todas las necesidades que han surgido con el objeto de satisfacer los requerimientos humanos. La firme demanda de materias primas, ha provocado una explotación intensiva de elementos metálicos como lo son el aluminio, cobre, hierro, cromo y manganeso entre otros. Este aumento justificado, ha conectado como una fuente más de contaminación, sobre todo, por el mal manejo que tiene alcance desde niveles industriales hasta los hogares. La estimación de contaminación por estos elementos está sujeto a sus características físicas y químicas. Debido a esto, los recursos hídricos son los más afectados por la contaminación.

El agua es el fluido más importante para nosotros; es un componente vital para nuestro metabolismo, transfiere energía en los procesos industriales, regula el clima del planeta, da forma a nuestros alimentos, entre otros. Entonces, cuando se habla de calidad de agua, está implícito que encierra muchas características y variables que se deben cumplir para calificarla como apta para el uso que se le solicita; industrial, humano o agrícola. Dado que, en cada campo los oficios del

agua son variables, es difícil determinar cuándo se reúnen las características hidrológicas, fisicoquímicas y biológicas ideales para su aplicación; se precisa de un método adecuado que permita un análisis cuantitativo aplicado al agua. Así mismo, son muchas las consecuencias, a nivel industrial y humano, derivadas de la mala calidad del recurso hídrico; para agua potable son las entidades estatales que dictan las especificaciones, mientras que para uso industrial cada proceso requiere de parámetros específicos.

Para la detección y cuantificación de metales contenidos en el agua, se precisó de una técnica que mide la interacción entre la materia y la radiación electromagnética. Con el motivo de habilitar el equipo, se utilizó el espectrofotómetro de la Unidad de Investigación de la Escuela de Ingeniería Mecánica. Este método, de manera general, comprende toda aquella ciencia que estudia la interacción de la luz con la materia.

Para el desarrollo del trabajo y según la metodología seguida, se recapitulo todo lo relacionado con la legislación guatemalteca, incluidas normas, leyes y estándares relacionados a la gestión del agua, seguidamente se teorizo los métodos e instrumentos ópticos desarrollados para su análisis cuantitativo. Para lograr la cuantificación de los metales en la muestra de agua, se realizaron mediciones de absorbancia y según informes antecedentes, se utilizaron curvas de calibración que relaciona una ecuación con la concentración. Con esta metodología examinada y los recursos con los que se contó, se abre una ventana de posibles aplicaciones para el instrumento que puedan desarrollarse entre la facultad, los alumnos y demás instituciones.

1. ANTECEDENTES

1.1. El agua

La vida comenzó en el agua. Al volverse más complejas y especializadas las cosas vivas, abandonaron el mar y se asentaron en la Tierra, tomando el agua como componente principal de sus cuerpos. Sobre el planeta Tierra, el agua es vida.¹

Hablar de la calidad del agua puede reunir una considerable cantidad de variables como los son el color, olor, sabor, alcalinidad, entre otros. En vistas de esta complejidad, los cuerpos de agua se pueden caracterizar analizando tres componentes básicos: su hidrología, sus características fisicoquímicas y la parte biológica. El estudio de estos tres componentes conlleva a una evaluación completa sobre el estado del agua.

La disponibilidad del agua en cantidad y calidad para su uso, sobre todo para consumo humano, es una de las principales necesidades de cualquier sociedad. Por esta razón, el estudio del agua es la rama de la ingeniería que pretende diagnosticar los problemas relacionados con la calidad y su conexión con los diferentes usos deseables de este vital líquido; juzgar qué variables de calidad del agua se necesita controlar y los medios o recursos disponibles para hacerlo.

El aire y el agua son los fluidos con más movimiento en todo el planeta. Una migración constante en la superficie de la Tierra desde tiempo inmemorial, circulando continuamente en los mares, los océanos, la atmósfera, lagos y ríos.

¹ KEMMER, Frank. *Manual del agua*. p. 1.

Esta movilidad, de volumen constante, permite regular el clima de la tierra y operar el ciclo del agua. A partir de los movimientos del agua, por ejemplo, en los ríos esta se puede difundir en las corrientes subterráneas cuando su nivel es bajo; o el agua puede entrar al río a partir de estas corrientes cuando el nivel es alto. Esto puede influir en la composición química, sobre todo la del hierro y manganeso.

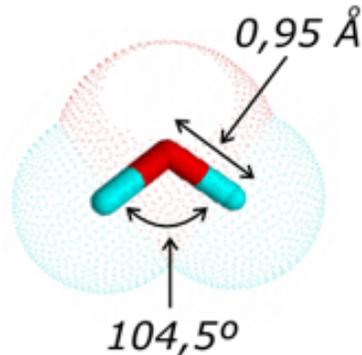
1.1.1. Características del agua

A aquellas características que posee el agua, ya sea que se encuentren contenidas o no, se les conoce como propiedades y que la distinguen de los demás líquidos.

El agua se conoce como una sustancia química compuesta por 2 átomos de hidrógeno y 1 de oxígeno y que puede presentarse en cualquiera de los tres estados: líquido, gaseoso y sólido. Los dos átomos de hidrógeno están separados entre sí por 104,5 grados, adyacentes al átomo de oxígeno, de forma que la molécula es asimétrica; con carga positiva del lado del hidrógeno y carga negativa del lado del oxígeno. Así pues, el hidrógeno de una molécula atrae al oxígeno de la molécula vecina. La unión de las moléculas da como resultado una fuerza de atracción que recibe el nombre de puentes de hidrógeno.

La energía requerida para romper los puentes de hidrógeno y liberar una molécula de agua para formar vapor es mucho mayor que la requerida por otros compuestos químicos. A causa de esto el vapor de agua tiene un alto contenido energético y es un medio efectivo para transferir energía durante las operaciones de una industria, en la construcción y en los hogares. Además, el agua libera más calor durante la congelación que otros compuestos.

Figura 1. **Molécula del agua**



Fuente: Sociedad Española de Bioquímica y Biología Molecular. *El agua*.
<https://www.sebbm.es/>. Consulta: marzo de 2021.

La congelación del agua es bastante distinta a la de otros líquidos. Los puentes de hidrógeno producen un arreglo cristalino que hace que el hielo se expanda más allá de su volumen líquido original, de forma que su densidad es menor que la del líquido, y así el hielo flota. Si este no fuese el caso, los lagos se congelarían empezando por el fondo, y la vida en la forma en que la conocemos no existiría.

Sobre la conductividad del agua, esta se ioniza muy ligeramente, produciendo iones de hidrógeno e hidroxilo que actúan como aislantes, ya que estos no pueden conducir la corriente eléctrica. Al disolver sales u otros materiales ionizantes en el agua, se desarrolla la conductividad eléctrica. Así, es posible proporcionar una medida del contenido de minerales disueltos en el agua.

La viscosidad es una propiedad final del agua que puede afectar su tratamiento y su empleo. Es una medida de la fricción de una capa de moléculas que se mueve una sobre otra o en contacto con el recipiente que lo rodea. Al

aumentar la temperatura del agua, esta fricción interna disminuye. Debido a este efecto, las sales, gases y metales contenidos en el agua pueden difundirse más rápidamente; el tratamiento químico se acelera y los procesos físicos de sedimentación y desgasificación se realizan con mayor rapidez.

1.1.2. Agua para uso humano, agrícola e industrial

Según sean las aplicaciones para las que estén destinadas el uso del agua, así serán las cualidades y características que se deban cumplir en cuestión de calidad, para asegurar los procesos correctos en los sistemas biológicos e industriales.

Las fuentes de agua que sirven para alimentar los distintos procesos, requieren un tratamiento especial antes de ser entregada para el consumo destinado y según sea su origen y condiciones hay que modificar sus características físicas, químicas y bacteriológicas a fin de que se cumplan las normas o requisitos establecidos. En Guatemala, la Comisión Guatemalteca de Normas COGUANOR,² dicta las especificaciones de calidad en materia de agua para consumo humano.

Algunas de las definiciones importantes respecto al agua son las siguientes:

- Agua potable: es aquella que, por sus características organolépticas, físicas, químicas y bacteriológicas, no presenta un riesgo para la salud del consumidor y cumple con lo establecido en la norma.

² Decreto No. 1523. *Diario de Centro América, Guatemala*, 5 de mayo de 1962.

- Límite máximo aceptable, LMA: valor de la concentración de cualquier característica del agua, arriba de las cuales estas son percibidas por los consumidores, pero sin que implique un daño a la salud.
- Límite Máximo Permisible, LMP: valor de la concentración de cualquier característica del agua, arriba de la cual no es adecuada para consumo humano.
- Características físicas y organolépticas: son aquellas que se detectan sensorialmente o por medios de laboratorio.

Tabla I. **Características físicas y organolépticas del agua**

Características	LMA	LMP
Color	5,0 u	35,0 u ^a
Olor	No rechazable	No rechazable
Turbiedad	5,0 UNT	15,0 UNT ^b
Conductividad eléctrica	750 μ S/cm	1 500 μ S/cm ^d
Potencial de hidrógeno	7,0 – 7,5	6,5 – 8,5 ^{c, d}
Sólidos disueltos totales	500,0 mg/L	1 000,0 mg/l
^a Unidades de color en la escala de platino-cobalto. ^b Unidades nefelométricas de turbiedad, UNT. ^c En unidades de pH. ^d Límites establecidos a una temperatura de 25 °C.		

Fuente: Comisión Guatemalteca de Normas.

Norma técnica guatemalteca COGUANOR NTG 29001. p. 6.

- Características químicas del agua: son aquellas debidas a elementos o compuestos químicos orgánicos e inorgánicos.

Tabla II. **Características químicas del agua para el consumo humano**

Características	LMA en mg/L	LMP en mg/L
Cloro residual libre ^a	0,5	1,0
Cloruro Cl ⁻	100,0	250,0
Dureza total CaCO ₃	100,0	500,0
Sulfatos SO ₄ ⁻	100,0	250,0
Aluminio Al	0,050	0,100
Calcio Ca	75,0	150,0
Zinc Zn	3,0	70,0
Cobre Cu	0,050	1,50
Magnesio Mg	50,0	100,0
Manganeso total	0,1	0,4
Hierro total ^b	0,3	----

^a El Ministerio de Salud Pública y Asistencia Social será el ente encargado de indicar límites mínimos y máximos según sea necesario.

^b No incluye LMP por la OMS establece que no es un riesgo para la salud de consumidor, sin embargo, la apariencia puede ser afectada.

Fuente: Comisión Guatemalteca de Normas.

Norma técnica guatemalteca COGUANOR NTG 29001. p. 7.

En términos agrícolas, la calidad del agua se utiliza para indicar sus características con fines de riego, donde generalmente se toman como base las características químicas del agua, según la tolerancia de los cultivos a las sales, las propiedades de los suelos y las condiciones climatológicas.

El agua utilizada para riego está determinada por la concentración y composición de los constituyentes disueltos que tenga.

Algunas de las características más importantes que determinan la calidad del agua para riego son:

- Contenido de sales solubles: el efecto nocivo de las sales solubles, se debe a que producen presiones osmóticas en la solución del suelo que está en contacto con las raíces de las plantas, las cuales, al pasar de ciertos valores ocasionan disminuciones en los rendimientos o pérdida total de las cosechas.
- Concentración de bicarbonatos: en aguas ricas en iones de bicarbonato hay tendencia del calcio y del magnesio a precipitarse en forma de carbonatos a medida que la solución del suelo se vuelve más concentrada, así las concentraciones de calcio y magnesio se van reduciendo, aumentando la proporción relativa del sodio.
- Contenido de boro: esencial para el crecimiento de las plantas, pero demasiado tóxico cuando excede apenas ligeramente el nivel óptimo.
- Contenido de cloruros: según se ha reportado, el ion cloruro es especialmente tóxico en árboles frutales, como cítricos y en algunos cultivos de fresa. En vista de que en la actualidad se carece de información sobre la tolerancia de otros cultivos, sólo se recomienda utilizar este índice cuando se vaya a regar alguno de los cultivos especificados.

Los usos industriales del agua son variados y dependen en gran medida del tipo de producto para el que ha sido destinado su uso. En términos generales, se puede afirmar que los procesos industriales implican el consumo de agua como medio dinámico para transporte de sustancias, elaboración de sus productos, operaciones de limpieza, generación de energía, refrigeración, producción de vapor, entre otros.

De modo que resulta difícil la creación y estandarización de una norma de calidad que pueda ser aplicada a la multitud de procesos industriales existentes. Generalmente los requisitos del agua para uso industrial exceden muy a menudo de los límites recomendados para uso humano.

En algunas industrias alimenticias, fabricantes de papel y textiles necesitan establecer ciertas exigencias de tipo biológico. La presencia de microorganismos como bacterias y pseudomonas pueden causar problemas; bacterias, algas, hongos como mohos y levaduras, pueden producir daños en los productos finales de la industria de textiles y papeleras.

Uno de los parámetros más importantes a considerar en varios tipos de industria lo constituye la dureza, por ocasionar incrustaciones y depósitos de sales de calcio, sobre todo en evaporadores y sistemas de enfriamiento, en industrias textiles y lavanderías, una dureza alta causa severos daños a la eficiencia del proceso.

En industrias alimenticias se producen precipitados de sales de calcio y magnesio con azúcares en pérdidas de ácido ascórbico, originando deposiciones de calcio durante el blanqueado de frutas y legumbres. En la industria cervecera se prefiere que el agua tenga un contenido considerable de dureza, para asegurar la reacción óptima de enzimas que intervienen en el proceso, es necesario agregar sales como cloruros y sulfatos de calcio.

Las industrias del café soluble emplean agua blanda, por lo que aplican procesos de intercambiadores de iones y de ablandamiento para reducir la dureza del agua al mínimo; la presencia de hierro y magnesio, puede conducir a la producción de manchas más tenaces en equipos industriales y cantidades excesivas de éstos pueden afectar el sabor y color de alimentos y bebidas.

1.1.3. El recurso hídrico en Guatemala

Desde el traslado de la ciudad de Guatemala al Valle de la Ermita, se estiman que eran 1 860 metros cúbicos de agua que abastecían a los vecinos de la ciudad en esa época.³ La red era alimentada por los ríos Las Vacas, Mixco y Pinula, siendo este último el principal. Aún hoy, se puede ver los rastros del sistema de distribución en lo que se conoce como el acueducto de Pinula en la zona 13 de la ciudad capital.

Guatemala es un país montañoso de posición geográfica intertropical que posee un clima cálido la mayor parte del año, con algunas variaciones regionales que depende del relieve montañoso y de la distancia al mar. Ubicado en el centro del continente americano, colinda con las masas continentales de América del Norte y América del Sur.

La precipitación promedio anual es de aproximadamente 2 000 milímetros, con variaciones que van desde 700 milímetros en las regiones secas del oriente del país, hasta 3 300 en las zonas norte y de occidente.⁴ La lluvia se concentra en los meses de junio a septiembre. El país se divide en tres vertientes de escurrimiento superficial, la del Pacífico, la del Caribe y la del Golfo de México.

La vertiente del Pacífico tiene una extensión de 24 237 kilómetros cuadrados que constituye un 22 % del territorio nacional, 18 cuencas y un caudal promedio anual de 808 metros cúbicos. La vertiente del Caribe tiene una extensión de 33 799 kilómetros cuadrados que abarca un 31 % del territorio,

³ MONROY, Elizabeth. *Análisis de la situación jurídica actual de los recursos hídricos en la República de Guatemala y la necesidad de crear una ley de aguas y rectoría del recurso hídrico*. Trabajo de titulación (Licenciada en Ciencias Jurídicas y Sociales). Guatemala: Facultad de Ciencias Jurídicas y Sociales, Universidad de San Carlos de Guatemala, 2011. p. 4.

⁴ *Ibíd.* p. 5.

posee 10 cuencas y un caudal anual de 1 000 metro cúbicos; incluye los ríos de mayor longitud de territorio guatemalteco. Finalmente, la vertiente del Golfo de México, contiene afluentes que cruzan la frontera con dicho país, con un área de 50 852 kilómetros cuadrados completando así el 47 % restante del territorio nacional; conformado por 10 cuencas y un caudal promedio anual de 1 372 metros cúbicos.

La riqueza hídrica del país de incluye 23 lagos y lagunas mayores y más de 120 lagos y lagunas menores. El potencial de agua subterránea, calculado con base en el índice de infiltración se estima en 33 699 millones de metros cúbicos. Los acuíferos aluviales de la costa pacífica son los que se estiman de mayor rendimiento y algunos en el altiplano.

1.2. Ámbito legal y técnico

En Guatemala, el cuidado, mantenimiento y aprovechamiento del agua están distribuido entre códigos, leyes y ordenanzas municipales.

1.2.1. Legislación ambiental

Las leyes y normas respecto a la protección y conservación de los recursos naturales, comprende una serie de instrumentos legales que se relaciona con el actuar y el tipo de convivencia de algún individuo o población en relación con el ambiente. Estructurado por leyes generales, leyes específicas, decretos ministeriales, normas y ordenanzas municipales que controlen el uso, la distribución y el aprovechamiento adecuado de los recursos.

En Guatemala, ante la ausencia de alguna institución o departamento que regule el uso del agua, así como la falta de una ley específica que proteja su uso,

provoca una legislación variada que se distribuye sobre todo en acuerdos ministeriales y ordenanzas municipales; trabajos aislados que provocan un escaso control, dando lugar así a una fácil contaminación y en consecuencia problemas sanitarios.

Sobre la legislación guatemalteca en contexto con el agua, como ejemplo, la Ley de Protección y Mejoramiento del Medio Ambiente,⁵ contiene principios fundamentales, con el propósito de garantizar la protección y mejoramiento de los recursos naturales y así garantizar un ambiente propio de vida para el futuro. Así, aunque esta ley vela por proteger de la contaminación a los recursos naturales no especifica los procedimientos, técnicas o generalidades para un uso integral y responsable del recurso hídrico. No existe una entidad con las atribuciones básicas, como lo son la planificación, investigación y dirección; por lo cual se considera el desempeño de la administración del agua muy pobre, como se puede constatar en el estado físico de las aguas, en la insatisfacción de la demanda, la salud pública y las diversas prácticas de uso.

1.2.2. Constitución Política República de Guatemala

La Constitución Política de la República de Guatemala, llamada también como Carta Magna, es la norma fundamental establecida para regir jurídicamente el país, fijando obligaciones, límites y relaciones entre los habitantes del país y los organismos que legislan. Buscando garantizar al pueblo sus derechos y libertades. Uno de estos derechos es el acceso al agua.

Algunos artículos que tiene relación con el derecho de acceso al agua, se relacionan con los más básicos como el Derecho a la Vida, especificado en el

⁵ Diario de Centro América. Decreto número 68-86. Guatemala, 5 de diciembre de 1986.

artículo 3 y el Derecho a la Salud especificados en el artículo 93. En materia de recursos naturales, donde se incluye el recurso del agua, se puede hacer mención del artículo 97 Medio Ambiente y Equilibrio Ecológico, donde el Estado, las municipalidades y los habitantes están obligados a la prevención de la contaminación a los recursos naturales y así mantener un equilibrio ecológico.

Finalmente, algunas leyes específicas sobre la gestión del agua pueden hacerse mención al artículo 127 Régimen de Aguas: establece que todas las aguas son de dominio público, inalienables e imprescindibles y una ley específica regulara su uso y goce. Al igual que el artículo 128 Aprovechamiento de Aguas Lagos y Ríos: donde establece el aprovechamiento de las aguas de lagos y ríos para fines agrícolas, agropecuarios, turísticos o de cualquier otra naturaleza que pueda contribuir al desarrollo y economía del país, aunque no se satisface el uso integral del agua. Así como en ningún otro artículo alude previsiones para requerimientos futuros.

1.2.3. Código de Salud y Código Penal

El Código de Salud,⁶ establece las políticas en materia de salud, como un derecho fundamental de la población y una obligación de las entidades del estado. Garantiza la participación de todos los guatemaltecos y guatemaltecas en búsqueda de esta, siendo el agua un pilar fundamental del ser humano.

Acceso y Cobertura Universal, según el artículo 78, establece que es deber del Estado y del Ministerio de Salud impulsar políticas prioritarias y de necesidad pública que garantice el acceso y la cobertura de los servicios de agua potable.

⁶ Diario de Centro América. Decreto número 90-97. Guatemala, 7 de noviembre de 1997.

El artículo 79 establece la obligación de las municipalidades de abastecer de agua potable a sus comunidades.

De forma general, el Código de Salud atribuye al Estado, al Ministerio de Salud y a las distintas municipalidades las obligaciones de utilidad pública, la construcción de obras destinadas a los servicios de agua, la dotación de agua a las empresas, la protección de los cuerpos de agua, tratamiento, vigilancia, purificación, entre otros. Las dimensiones de los impactos en la salud, se ven reflejados en la población que no tiene acceso al agua en condiciones de salubridad.

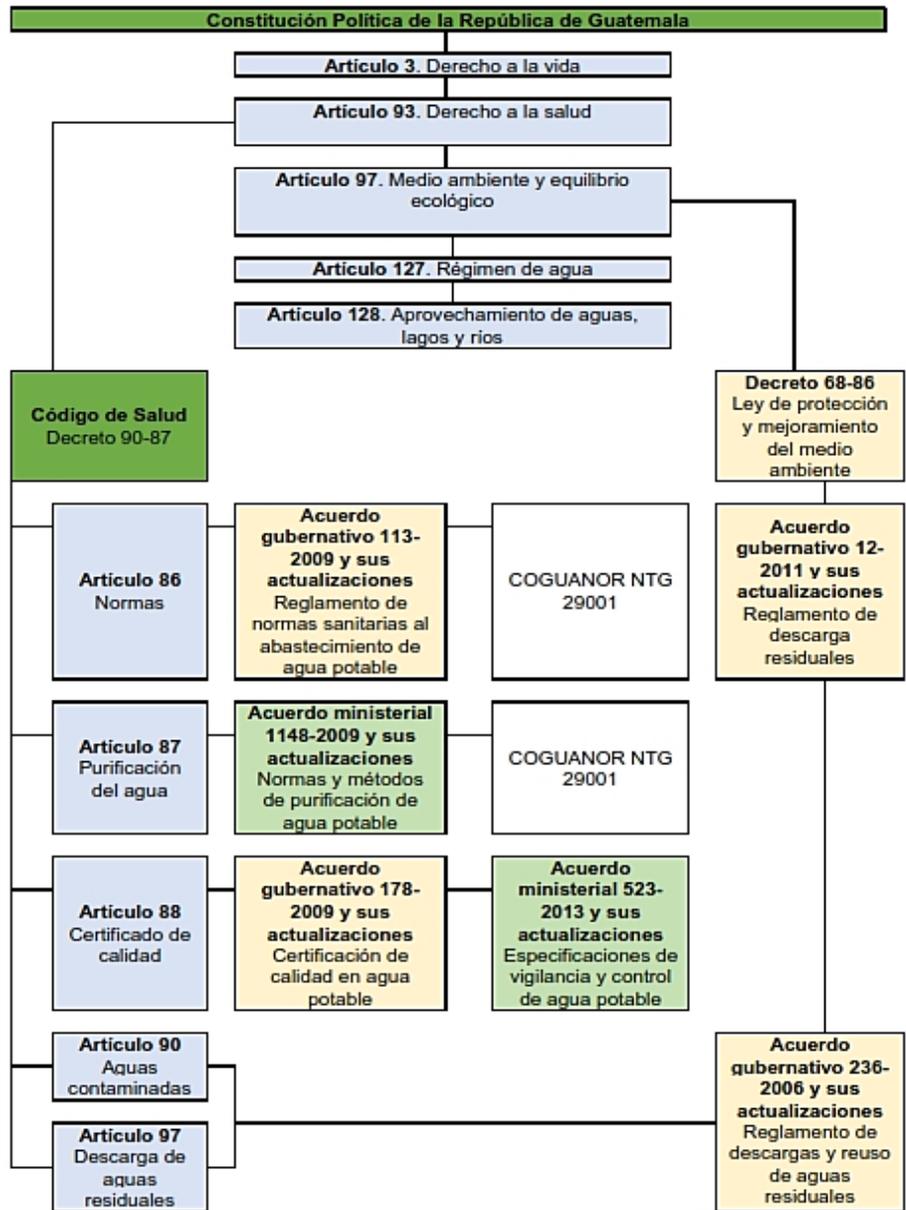
El Código Penal,⁷ es utilizado por la Justicia Guatemalteca con el objetivo de salvaguardar los recursos del país. La necesidad de proteger el recurso del agua garantiza un ambiente sano para la íntegra administración del recurso.

Se establecen las sanciones correspondientes por el mal uso y manejo del agua, pudiendo ser multas monetarias o prisión. Estas sanciones pueden ser impuestas por los delitos como la explotación ilegal de los recursos y la contaminación. El delito ambiental fue incluido en este código.

Como se ha podido evidenciar, actualmente no existe una ley específica en relación con el agua; tampoco existe un marco jurídico para el sector del agua potable y saneamiento propiamente, ya que éste ha sido un tema abandonado por parte de la administración pública, por lo que las comunidades deben valerse por sus propios medios para abastecerse de agua. Estos temas representan un gran desafío para los administradores de los recursos de agua en Guatemala.

⁷ Diario de Centro América. Decreto número 17-73. Guatemala, 30 de agosto de 1973.

Figura 2. Regulación para agua y saneamiento



Fuente: ARGUETA, Silvia. *Guía de normas y estándares técnicos aplicados a agua y saneamiento*. p. 11.

1.3. Características de los elementos objeto de estudio

Dado las actividades humanas, entre los metales de mayor volumen de explotación está el aluminio, cobre, cromo, hierro y manganeso.

1.3.1. Reactivo

Los espectros en la región ultravioleta para el análisis de muestras se miden usando casi siempre soluciones de un analito diluido. Al seleccionar un reactivo no sólo se debe tener en cuenta su transparencia o color, sino también sus posibles efectos sobre el sistema absorbente. Además, los límites máximos de absorción también son afectadas por efectos del reactivo.

La formación de especies absorbentes mediante el uso de reactivos adecuados hace necesario considerar toda una serie de factores, entre los cuales se tiene:

- El pH: es una variable importante ya que el equilibrio de la disolución es dependiente de él, así como su influencia sobre los iones metálicos.
- Concentración de reactivos: se requiere establecer los límites máximos y mínimos, cantidades fuera de los márgenes causa desviaciones de la ley de Lambert-Beer.
- Tiempo adecuado de reacción: cuando la muestra se considera estable y su formación es rápida no es necesario controlar el tiempo de reacción, sin embargo, cabe considerar que se debe de mezclar los componentes durante un período de tiempo prudente.

- Temperatura: en determinadas reacciones se requiere que el procedimiento se lleva a cabo a temperatura elevada para poder aumentar la formación cinética de una determinada combinación.
- Orden de adición de los reactivos: es importante, en ocasiones, añadir más de un reactivo según una secuencia específica. Por ejemplo, para el estudio del cobalto se requiere la formación de óxido de cobalto II, que es utilizado como aditivo en la industria cerámica, por lo cual el peróxido de hidrogeno, como el oxidante, se agrega en último lugar.
- Eliminación de interferencias: hay pocas reacciones que se realicen completamente, lo que hace necesario eliminar las interferencias de determinadas especies. Su eliminación puede llevarse a cabo por medio de algún disolvente orgánico con agua.
- Concentración de sales: las altas concentraciones de electrolitos pueden influir en la absorción de la muestra, debido a la formación de asociaciones iónicas que originan un cambio en la absorbancia.

Un reactivo aplicado a la espectrofotometría uv-vis debe ser transparente en la región del espectro donde la muestra absorbe radiación. La muestra debe ser lo suficientemente soluble en el disolvente para dar un resultado bien definido y homogéneo. Además, se deben considerar las interacciones posibles del disolvente con las especies químicas absorbentes.

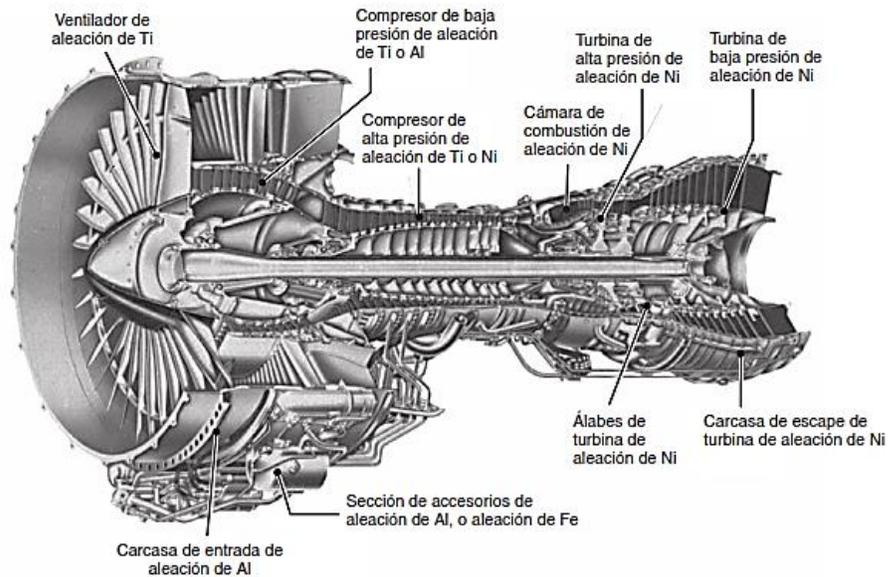
1.3.2. Características generales

Los metales forman parte de una amplia gama, desde los más utilizados como el aluminio, cobre, magnesio, hierro hasta los más resistentes como el

tungsteno y molibdeno. Todos estos elementos metálicos tienen aplicaciones importantes debido a sus características y propiedades únicas como lo puede ser la resistencia a la corrosión, conductividad eléctrica y térmica, ductilidad y su sencillez al ser manejados.

Un motor a propulsión de turboventilador para el avión Boeing 757 contiene en general los siguientes metales y aleaciones: 38 % de titanio, 37 % de níquel, 12 % de cromo, 6 % de cobalto, 5 % de aluminio, 1 % de niobio y 0,02 % de tántalo.

Figura 3. Metales en un motor de propulsión PW2037



Fuente: KALPAKJIAN, Serope. *Manufactura, ingeniería y tecnología*. p. 171.

1.3.2.1. Aluminio

El aluminio, es uno de los elementos más abundante en la corteza de la Tierra, y que representa alrededor del 8 % de la superficie. Se obtiene a través de fuentes naturales, formando silicatos, como los feldespatos; aunque la mayor parte de las veces se obtiene de la bauxita. Es un metal no ferroso, de color plateado, duro y resistente.

En el año 1809,⁸ Humphry Davy fue pionero en el estudio del aluminio, aunque fue hasta en el año 1825 cuando Hans Christian Orsted logró aislarlo mediante la reducción de cloruro de aluminio con una amalgama de potasio. Las propiedades del metal puro fueron estudiadas en el año 1827 por Friedrich Wöhler, para ello calentó potasio metálico con cloruro de aluminio, produciéndose en la reacción aluminio puro.

Aunque es considerado como un elemento metálico, su tipo de química lo coloca al lado de los elementos intermedios. Su punto de fusión es de 660 °C y el de ebullición es de 2 467 °C. El aluminio adopta una estructura cúbica centrada en las caras. El principal atractivo para su uso esta dado por su baja densidad, igual a 2,7 g*cm⁻³.

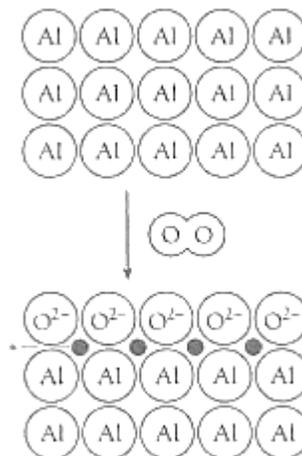
Es un metal no tóxico, ni magnético y no produce chispa. Estas características lo hacen útil para diversos fines de protección eléctrica. Una de sus cualidades más importantes es su maleabilidad, puede ser maquinado y soldado fácilmente, puede ser fundido por cualquier método y laminado a cualquier espesor, estampado, estirado, forjado, entre otros. Para la designación de la aleación del aluminio, términos que están estandarizados; el grupo 1xxx son

⁸ Universidad Nacional Autónoma de México. *La tabla de los elementos*. p. 188.

para aluminio con un mínimo de pureza del 99 % y mayores, en grupos de aleación de 2xxx al 8xxx, los dos últimos dígitos sirven solo para identificar los diferentes metales que se combinan con el aluminio, que pueden ser cobre, manganeso, silicio, magnesio, zinc, entre otros.

El proceso para obtener un lingote de aluminio puro, parte de la bauxita. Este se disuelve en hidróxidos de sodio y se le precipita mediante dióxido de carbono; se le disuelve criolita fundida a 800 °C y a continuación se electroliza. Así se obtiene un metal resistente a la corrosión, debido que en su superficie existe una capa superficial dura y delgada de óxido de aluminio; estas capas pueden ser preparadas para absorber tintes de distintos colores lo que da lugar a un producto con una apariencia agradable. En la figura 4 se puede observar la formación de una capa protectora formada por aluminio y oxígeno dando lugar a la alumina; es un proceso común en algunos metales conocido como pasivación.

Figura 4. **Pasivación del aluminio**



Fuente: RAYNER-CANHAM, Geoff. *Química inorgánica descriptiva*. p. 233.

1.3.2.2. Cobre

Toma su nombre de la palabra en latín, *Cuprum*, derivado de *Cyprium aes*, que es un metal que proviene de Chipre, de donde se extraía este elemento. Es maleable y dúctil, un excelente conductor de calor, el más alto de todos los metales, y buen conductor de electricidad, solo por detrás de la plata, además de ser resistente a los golpes del aire y el agua. Asimismo, es un elemento clave para el metabolismo humano.

El cobre, aunque no es abundante en la Tierra como el aluminio, se encuentra en la naturaleza, como en la mayoría de los metales, conformado con otros elementos y minerales. Generalmente se extrae en forma de sulfuros, como en el caso de la covelita, la calcocita, la calcopirita y la bornita; así como de óxidos como la malaquita, la crisocola y la calcantita. Puede obtenerse mediante los procesos pirometalúrgico o por hidrometalurgia, para después refinarlo electroquímicamente y así obtener un producto con una pureza de cerca del 99,95 %.

Como las propiedades del cobre más importantes son la alta conductividad eléctrica y térmica, resistencia a la corrosión, no es magnético y puede ser unido fácilmente al latón, una de sus mayores utilidades en aleaciones se da como revestimiento metálico. Las aleaciones de cobre comerciales más importantes son: latones, aleación de níquel y hasta 62 % de cobre; bronces, aleaciones de estaño y hasta 12 % de cobre; cuproníqueles y monel, aleaciones de cobre y níquel utilizado sobre todo en monedas.

Debido a sus características de conductividad y precio, el cobre se utiliza en el 75 % de la industria eléctrica, con un 99 % de pureza. Aunque también es ampliamente utilizado en la fabricación de cañerías e instrumentos de cocina, así

también por sus propiedades únicas para la eliminación de bacterias y virus, es muy utilizado en las industrias farmacéuticas y alimenticias, así como en los botones de ascensores o en las perillas de las puertas.

1.3.2.3. Cromo

El cromo toma su nombre de la palabra *chroma* que significa color nombrado así por Nicholas Vauqueli, un naturalista y químico francés del siglo XVIII. El cromo como tal no se encuentra en la naturaleza, sino que es separado de menas como la cromita o piedra de cromo hierro, pero si está ampliamente repartido en la superficie de la Tierra. Estas menas son trituradas o molidas, luego son añadidas cantidades controladas de cal y expuestos a una temperatura de aproximadamente 1 100 °C, así el material se lixivia y se aísla el cromo puro.

El cromo es un metal blanco, duro, brillante y frágil. Se funde a 1 890 °C y es extremadamente resistente a agentes corrosivos ordinarios. A temperaturas elevadas, es común que el cromo se combine con azufre, silicio, carbono y nitrógeno para aplicaciones especiales.

La utilidad más importante que se le da al cromo puro es el cromado de una gran variedad de piezas, como equipos eléctricos, utensilios varios o accesorios de automóviles. Aunque también es utilizado como un protector contra la corrosión por tener la característica de pasivación; así mismo como en aleaciones con hierro y níquel para formas aceros inoxidable.

El cromo se considera como un elemento de aleación de bajo costo, formando aceros al cromo de alta dureza y resistencia al deterioro, estos son denominados aceros serie 5xxx. EL cromo es soluble hasta 13 % en hierro. Como su presencia aumenta también la resistencia al desgaste, son ampliamente

utilizados en cojinetes, así también, de 2 % a 4 % de cromo tiene excelentes propiedades magnéticas y son utilizados en imanes permanentes.

Ciertos factores permiten la existencia de varios compuestos de cromo. Los más importantes son los cromatos y dicromatos. Algunos cromatos son insolubles y de color amarillo, lo que favorece su utilidad al pintar con ellos marcas amarillas en las carreteras. Por su parte, los dicromatos tienen una estructura que incluye un átomo de oxígeno, que lo convierte en un agente oxidante, por ejemplo, con el etanol; esta reacción es utilizada en los analizadores del aliento para detectar un consumo excesivo de alcohol.

1.3.2.4. Hierro

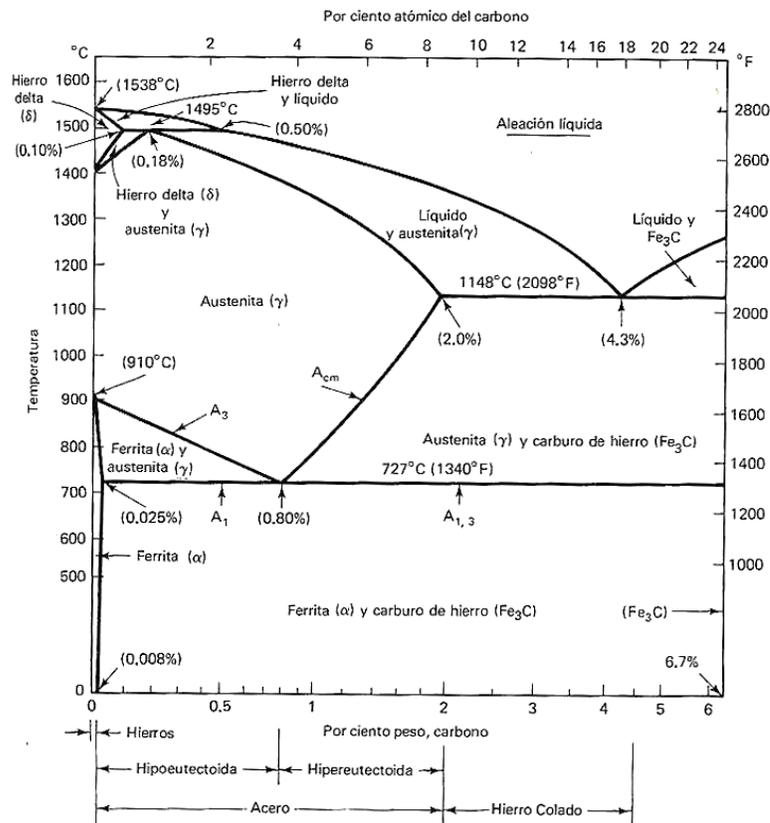
Es bien conocido que gran parte del centro de la Tierra es una masa de hierro fundido en constante movimiento, que genera el protector campo magnético del planeta evitando, sobre todo, la luz ultravioleta del Sol. El hierro también ayuda a teñir ciertos aspectos de nuestra vida, como el rojo de nuestra sangre o el rojo del óxido de hierro en la superficie de Marte.

El hierro constituye el segundo metal más abundante de la corteza de la Tierra. Es extraído de menas de las cuales las más comunes son la hematita que contiene 70 % de hierro, la limonita con un 42 % de hierro y en menor proporción la magnetita, siderita y la pirita. Para la obtención del hierro, estas menas son reducidas en el alto horno para producir arrabio, material que contiene hasta 4 % de carbono y otras impurezas y sirve como materia prima para la producción de hierro fundido en el horno de cubilote y acero en horno eléctrico.

El hierro puro es un metal blanco y brillante que se funde a 1 528 °C. En el aire húmedo se oxida rápidamente, dado que esta capa de óxido se desprende

con facilidad, el hierro no posee la propiedad de pasivación. Su red cristalina varia fuertemente con la temperatura, a 904 °C es cúbica centrada en la cara y de 904 a 1 401 °C es cubica compacta. Hasta la temperatura de Curie, 768 °C, es ferromagnético y por encima de esa temperatura se vuelve paramagnético simple.

Figura 5. Diagrama hierro-carburo de hierro



Fuente: ARONO, Diana. *Conservación de cañones de fundición de hierro del Periodo colonial que forman parte del patrimonio cultural de la ciudad de San Francisco de Campeche.* <https://www.researchgate.net/>. Consulta: abril de 2021.

El hierro por sí mismo no posee altas propiedades de ductilidad y tenacidad, aunque si es resiliente, es decir, tiene la capacidad de absorber trabajo, por esa razón es utilizado, por ejemplo, en la creación de tornillo de banco, aunque requieren de algún tratamiento térmico. La mayor utilidad del hierro se da con la aleación de carbono para la producción del acero, y así su importancia y características están determinadas por la cantidad de carbono que posee, que es de hasta un 2 %. La porción de carbono agregado determina las condiciones del acero más que el hierro.

1.3.2.5. Manganeso

El manganeso es el tercer elemento más abundante de la corteza de la Tierra, es un metal quebradizo con una tonalidad grisácea, es dúctil y maleable y un buen conductor del calor y la electricidad. Su historia comienza en el año 1740 cuando Johann Pott, un químico alemán, determina que la pirolusita no contenía hierro, sino algún otro metal aun no detectado; años después, el químico austriaco Ignatus Gottfried logra separar manganeso impuro de la pirolusita y fue hasta que en el año 1774 que el químico sueco Johan Gahn logra la creación de un metal quebradizo, el manganeso.⁹

Al ser uno de los metales más abundantes, en al menos un centenar de minerales lo contienen. Las más importantes son los carbonatos y silicatos. Rara vez se utiliza en forma pura, su mayor utilidad es en la producción del acero como reactivo para reducir el oxígeno y azufre o es utilizado también como agente de aleación. Además, se utiliza como recubrimiento en los electrodos para soldadura, cerámica y vidrio. El metilciclopentadienil manganeso tricarbonilo,

⁹ Universidad Nacional Autónoma de México. Op. Cit., p. 66.

conocido como MMT, es utilizado como aditivo del combustible para inhibidor de humos y antidetonantes.

Las propiedades físicas y químicas del manganeso son parecidas hasta cierto punto, a las del hierro. El manganeso es duro y frágil, se funde a 1 247 °C. Es bastante electropositivo y se disuelve fácilmente en ácidos diluidos no oxidantes. El manganeso es uno de los elementos para aceros aleados menos costosos y está presente en todos los aceros como desoxidador, posee la designación de aceros serie 13xx. La presencia de manganeso reduce la fragilidad en caliente, aunque solo cuando el contenido de manganeso excede un 0,80 % se puede clasificar como acero aleado.

El manganeso es un metal vital para los organismos vivos; ayuda a convertir los desechos nitrogenados en el compuesto excretable urea. Gran parte del proceso de la fotosíntesis lo necesita o como el sulfato de manganeso usado para el crecimiento de los cultivos; así como en el metabolismo humano. Aunque el exceso de manganeso, se cree que ayuda al desarrollo del Parkinson.

1.4. Efectos de la presencia de metales en el agua

Los efectos nocivos que los metales provocan en el organismo son variados y, por consiguiente, de alta preocupación para la salud humana.

1.4.1. Salud humana

Son variadas las consecuencias producto de la presencia de estos metales en el agua, y que pueden ser contaminadas desde fuentes directas o indirectas. Es difícil de determinar dónde y en que parte del cuerpo se concentra los metales y el tiempo que permanecen ahí, estos pueden distribuirse por los diferentes

tejidos, de forma irregular, ya sea por medio del torrente sanguíneo o por el líquido cefalorraquídeo. Una vez dentro del cuerpo, estos elementos pueden sustituir la vacante al algunos otros, como el calcio en los huesos o el zinc del cerebro; de una forma sustitucional, estos no proporcionarían las cualidades para la correcta función de las actividades metabólicas del cuerpo.

Para el caso del aluminio, existen sospechas que una exposición prolongada a este material es causa de Alzheimer y cáncer, aunque aún sin comprobar, también se cree que altera el calcio del sistema nervioso y causa una demencia grave. En varios informes publicados en los años cuarenta,¹⁰ señalaba casos de fibrosis pulmonar entre los trabajadores de la industria del aluminio; conocida como enfermedad de Shaver; descrita por primera vez en el año 1934. Se ha observado la absorción de niveles elevados de aluminio y daños en el tejido nervioso en individuos que requieren diálisis renal. Los efectos toxicológicos causados por el aluminio siguen teniendo un gran interés por su importancia comercial.

Fragmentos de cobre metálico o de aleaciones en el agua pueden alojarse en los ojos produciendo lo que se conoce como *chalcosis*, que puede dar lugar a uveítis o inflamación del iris, y la posterior pérdida del ojo. Las sales de cobre son generalmente inocuas, ya que la inducción del vomito libera al paciente de gran parte del cobre; aunque algunas personas pudieran parecer la enfermedad de Wilson, una enfermedad rara y hereditaria, que no les permite eliminar el cobre correctamente, acumulándose este sobre todo en el hígado y provocando su inflamación, conocido como hepatitis. Cuando se bebe algún líquido que ha estado en contacto con cañerías, grifos o válvulas de cobre puede producir irritación del tracto gastrointestinal.

¹⁰ MORENO, Carmen et al. *Estudio exploratorio en trabajadores expuestos a aluminio en la central electronuclear "Juraguá"*. <https://scielo.org/es/>. Consulta: abril de 2021.

Se considera al hierro como irritante local para los pulmones al ser inhalado y al tracto gastrointestinal al ser consumido. Los experimentos hechos en animales indican que el óxido de hierro excesivo podría actuar como una sustancia co-cancerígena favoreciendo el desarrollo de cáncer cuando se es expuesto simultáneamente con la exposición de sustancias cancerígenas.

Por su parte, la ingesta o contacto de los compuestos de cromo en ciertos estados de oxidación pueden producir irritación o corrosión cutáneo-mucosa, reacciones cutáneas de tipo alérgico o ulceraciones de la piel. Así afectan principalmente a la piel y al aparato respiratorio. El cromo hexavalente se considera un elemento cancerígeno y altamente tóxico.

Respecto al manganeso, poco se sabe de las consecuencias de una ingesta excesiva. La mayor parte de los estudios se basa principalmente en la inhalación. Pero si se tiene claro que puede llegar al aparato digestivo a través de los alimentos o el agua contaminada; la absorción de manganeso a través de la piel puede considerarse como despreciable. La intoxicación crónica por manganeso, conocido como manganismo, puede tener consecuencias a nivel pulmonar y del sistema nervioso.

1.4.2. Manejo industrial

Las impurezas del agua varían en gran medida de su fuente, generalmente las aguas superficiales presentan un alto contenido de contaminantes de tipo orgánico como inorgánicos; aunque las aguas subterráneas presentan un mayor número de sólidos en suspensión. Es difícil considerar parámetros generales respecto al agua que alimenta la gran variedad de procesos industriales y comerciales que existentes en el mercado mundial, sin embargo, si se puede dar

una guía general para dosificar los problemas que pudiera provocar los metales que estuvieran presentes.

Los límites de las características del agua en la industria son casi siempre de mayores condiciones que el agua destinada al consumo humano, aunque también se exceden en sus parámetros. En la industria, la dureza del agua es uno de los parámetros de mayor interés por controlar; un agua rica en minerales, fundamentalmente con sales de calcio y magnesio, se precipita y concentra dando lugar a incrustaciones indeseadas en calderas, condensadores y turbinas, lo que dificulta el buen funcionamiento del equipo y conlleva una depresión de la eficiencia del proceso.

Tabla III. **Parámetros de agua de alimentación para calderas**

Parámetro	Caldera
Oxígeno disuelto	Cero
Cloro libre	Cero
pH	9,5 a 11,0
Conductividad	Máximo de 4 500 μ S
Dureza total	Cero
Hierro	Máximo de 0,1 mg/l
Sólidos disueltos totales	Máximo de 3 000 μ S

Fuente: ARAUJO, Boris. *Congreso de ingeniería mecánica CIM, año 2020.*

En la industria hidroeléctrica y en equipo de bombeo, se prefiere un agua con un bajo contenido de conductividad y alcalinidad, dado que estos provocan un alto flujo de electrones provocado por las diferencias químicas entre las sustancias; así el equipo empieza a ceder y a comportarse como un ánodo, llevando a una corrosión catastrófica entre las piezas de las máquinas. Esto se presenta en mayor medida en presencia de metales con tendencia al ferromagnetismo como el hierro.

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Introducción a los métodos instrumentales de análisis

Los procesos y métodos presentes en la industria exigen la verificación de una variada cantidad de necesidades, donde se hace absolutamente necesario controlar y mantener constantes algunas magnitudes como la presión, el caudal, la temperatura, el pH, la conductividad, entre otros. Los instrumentos de control y medición permiten una comprobación regular en condiciones de confiabilidad y prontitud.

2.1.1. Generalidades de los instrumentos

Los procesos para el control de variables pueden generalizarse en dos grandes categorías: procesos continuos y procesos discontinuos. En ambos casos se necesita que la variable a controlar sea un valor fijo o un valor cambiante con el tiempo, en una medición que puede ser constante o intermitente.

2.1.1.1. Campo de medida

El campo de medida, o también *range*, es el total de los valores de la variable que están contenidos dentro de los límites máximos y mínimos que posee el instrumento, es decir, la capacidad de medida de este. Está determinado por dos valores extremos: el límite superior de medida y el límite inferior de medida, por ejemplo, la capacidad de un termómetro de patio de medir la temperatura ambiente desde los 0 °C hasta los 100 °C.

2.1.1.2. Alcance

El alcance, conocido como *span*, es una operación algebraica entre los valores del límite superior e inferior del campo de medida del instrumento. Puede entenderse como el valor absoluto del total de valores que están contenidos dentro del instrumento de medición.

2.1.1.3. Error

El error es una desviación de la medida teórica o ideal. Es importante que se reconozca que no se puede obtener un valor exacto de la variable que se esté midiendo, esto es un resultado generalmente de los factores como son las imperfecciones del instrumento y los errores humanos.

El error absoluto es una medida de la desviación entre un valor teórico y un valor real:

$$\text{Error absoluto} = \text{valor leído} - \text{valor verdadero}$$

El error relativo es una medida de la calidad de medición:

$$\text{Error relativo} = \text{error absoluto} / \text{valor verdadero}$$

Cuando una medición se realiza con la participación de varios instrumentos, colocados uno a continuación de otro, el valor final de la medición estará constituido por los errores inherentes de cada uno de los instrumentos. El error máximo posible será la suma de cada uno de estos.

$$+ [\text{Error instrumento 1} + \text{Error instrumento 2} + \dots]$$

Ahora bien, como es improbable que todos los instrumentos tengan al mismo tiempo su error máximo en todas las circunstancias de la medida, suele tomarse como error total de una medición la raíz cuadrada de la suma algebraica de los cuadrados de los errores máximos de cada instrumento:

$$\pm\sqrt{(\text{Error instrumento 1})^2 + (\text{Error instrumento 2})^2 + \dots}$$

2.1.1.4. Exactitud

La exactitud es la cualidad de un instrumento de medición el cual dará lecturas próximas al valor teórico o ideal de la variable que se esté midiendo, siendo considerado el valor medido como si fuera el valor verdadero. Dicho de otra manera, es la reducción al mínimo de la desviación máxima.

La exactitud puede ser expresada de varias formas, puede darse en porcentaje, en unidades de la variable, tanto por ciento de la lectura efectuada o como una escala. El término utilizado en los instrumentos de medición para referirse a la exactitud se da en términos de inexactitud. Así, un manómetro con un campo de medida de 0 a 10 bar puesto en un sistema de 10 bar; el manómetro marcará 9,5 bar y tendrá una inexactitud de $\pm 0,5$ bar o de ± 5 %.

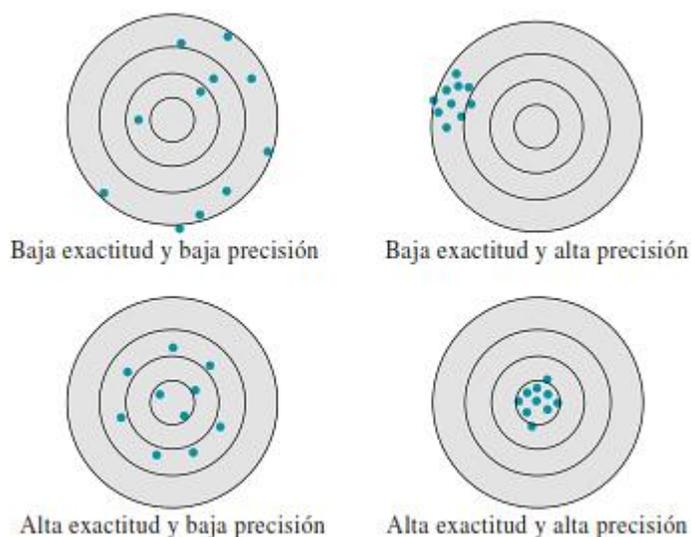
Es importante recalcar que, en los instrumentos, los valores de exactitud son los proporcionados por el fabricante, de tal manera que están establecidos para el usuario sin necesidad de realizar alguna operación matemática.

2.1.1.5. Precisión

La precisión es la capacidad de un instrumento de dar lecturas regularmente muy parecidas, es decir, lecturas muy próximas unas de otras con un mínimo

grado de dispersión de las mismas. Los instrumentos están pensados para que sean precisos, aunque no necesariamente exactos; la exactitud viene dada por la calibración. La precisión es sinónimo de repetibilidad.

Figura 6. **Exactitud y precisión**



Fuente: SKOOG, Douglas. *Fundamentos de química analítica*. p. 85.

2.1.1.6. **Sensibilidad**

La sensibilidad es la razón que existe entre el incremento de la lectura señalada y el incremento de la variable que lo ocasiona, por lo tanto, el instrumento será más sensible cuando menor sea la cantidad que puede medir e indica cuantas de las cifras medidas son significativas.

2.1.1.7. Histéresis

Es la diferencia máxima que se observa en los valores indicados por el índice o la pluma del instrumento, para un mismo valor cualquiera del campo de medida, cuando la variable recorre toda la escala en los dos sentidos, ascendente y descendente.

2.1.1.8. Selectividad

La selectividad se refiere al grado de interferencia de unas especies sobre otras. El caso más favorable de selectividad es aquel en el que ninguna otra sustancia interfiere y la reacción o el método son completamente característicos de la sustancia que se determina; se dice entonces que el método es específico. La selectividad de los métodos instrumentales es muy diversa, existiendo algunos muy específicos, en especial, en algunos métodos ópticos.

2.1.2. Tipos de errores y fuentes de ruido

Como se ha explicado anteriormente, el error es una desviación que presentan las medidas de los valores reales o teóricos. Por su parte, el ruido es cualquier perturbación eléctrica o de señal accidental no deseada que modifica la trasmisión, indicación o registro de los datos medidos.

Es importante determinar las características y diferencias entre ambos conceptos, debido a que son la fuente más común de una incorrecta medición y, por consiguiente, una mala interpretación de los datos de la variable. Son el origen de la degradación de la exactitud y la precisión de un análisis y contribuye a hacer menos favorable el límite de detección.

La precisión de una medición se puede determinar con relativa facilidad al replicar los procesos cuidadosamente. Lastimosamente, la exactitud en una medición o análisis no es sencilla de obtener, debido a que se hace necesario conocer el valor ideal de la variable que se está midiendo, y es ese mismo valor el que se quiere determinar mediante el análisis. Es peligroso suponer que un resultado preciso será exacto, ya que estos pueden ser precisos sin ser exactos o pueden ser exactos sin ser precisos. Un análisis puede ser afectado por varios tipos de errores.

Un error aleatorio, también conocido como indeterminado, provoca que los datos de una medición sean más o menos simétricos alrededor de una media de los mismos, pueden ser datos con precisión, pero sin exactitud. Un error sistemático, o determinado, hace que la media de los datos adquiera un valor diferente al valor ideal, es provocado por una serie de réplicas de las mediciones donde los resultados sean altos o bajos unos de otros; un error sistemático puede darse, por ejemplo, en la pérdida de un analito cuando se evapora de una muestra, así la mezcla ya no será ideal.

Otro tipo de error es el bruto o grueso, estos son errores ocasionales que por lo general son grandes y pueden afectar gravemente la medición ya sea con valores altos o bajos; generalmente son errores humanos. Por ejemplo, al tocar con los dedos las celdas utilizadas para colocar el analito dentro del espectrofotómetro, puede provocar una alteración en la vía del haz de luz y así, una incorrecta lectura. Los errores brutos pueden ser sinónimo de datos atípicos.

De forma general, los errores pueden ser agrupados como se muestra a continuación:

- Los errores instrumentales: dado que todos los aparatos pueden ser fuente de error sistemático, derivados de un comportamiento inadecuado del instrumento, puede ser debido a una mala calibración o a condiciones ambientales no apropiadas. Aunque estos pueden ser detectados fácilmente y corregidos.
- Los errores de método: atados a un comportamiento físico o químico no adecuado al sistema establecido. Este puede ser causado por reacciones químicas incompletas, inestabilidad física o elementos secundarios creados durante el experimento que afecten las mediciones. Estos son difíciles de detectar y por lo tanto uno de los errores sistemáticos más graves.
- Los errores humanos: son inversamente proporcionales al cuidado, atención, limitaciones o experiencia del experimentador. Son variadas las causas que pueden dar lugar a una mala medición, por ejemplo, determinar la posición del puntero de un manómetro, estimar porciones de forma que estén fuera de sus límites, entre otros.

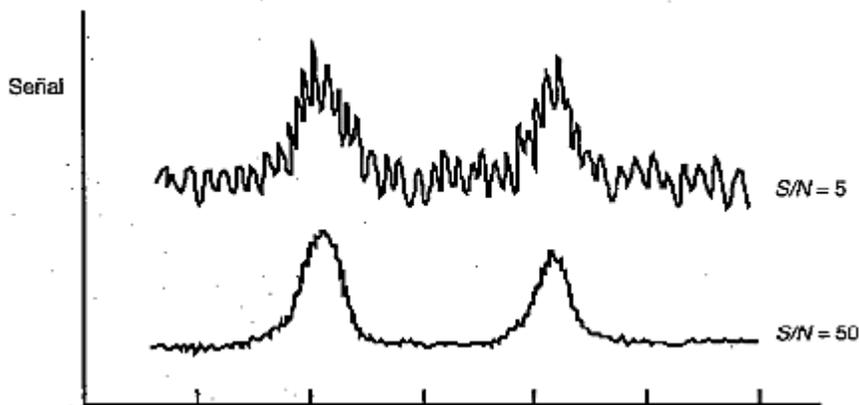
El ruido es un factor presente en todo tipo de elementos instrumentales dedicados a la analítica, lamentablemente en algunas ocasiones esto es inevitable debido a efectos, por ejemplo, termodinámicos que no son posibles de controlar. En la mayoría de las ocasiones, la intensidad con la que se da el ruido N es de manera constante y no depende de la magnitud de la señal de salida S . La relación señal/ruido o relación S/N es una cifra de mucha utilidad utilizada para describir el desempeño del instrumento.

En relación con el parámetro S/N se define como:

$$\frac{S}{N} = \frac{x}{\sigma}$$

En la fórmula anterior, x representa la media de la señal medida y σ la desviación estándar. Se puede argumentar que mientras más grande la relación S/N más favorable serán las condiciones de medición.

Figura 7. **Relación señal/ruido**



Fuente: HERNÁNDEZ, Lucas. *Introducción al análisis instrumental*. p. 29.

Cada medición analítica está constituida por dos componentes. El primero, la señal, lleva información acerca del analito de interés para el científico. El segundo, llamado ruido, es información extraña que no se desea porque degrada la exactitud y precisión de un análisis. El término ruido deriva de la ingeniería de radio, donde la presencia de una señal no deseada se manifiesta como estática de audio o ruido. El término se aplica ahora en ciencia e ingeniería para describir las fluctuaciones aleatorias que se presentan siempre que se hacen mediciones duplicadas en señales que se supervisan de manera continua.

Las fluctuaciones aleatorias se describen y tratan por medio de métodos estadísticos.¹¹ El origen del ruido puede ser químico o instrumental:

- Ruido químico: es aquel que proviene de situaciones químicas y termodinámicas incontrolables y afectan las características a nivel molecular del sistema que se analiza. Pueden ser provocados por un cambio no detectado de temperatura o presión, cambios en la humedad del ambiente, una alteración en la intensidad de luz o vapores resultantes de las reacciones.
- Ruido instrumental: se relaciona directamente con el instrumento. Puede provenir de la fuente de alimentación, los elementos procesadores de señal y los elementos de salida.

El ruido instrumental puede provenir de varias fuentes, como los causados por la agitación de los electrones y de los portadores de carga eléctrica como los capacitores, los transductores, resistencias, las celdas electroquímicas, entre otros. Estos cambios pueden causar fluctuaciones en el voltaje que alimenta al instrumento y se conoce como ruido térmico. Cuando los electrones o partículas cargadas se enlazan, como ocurre con el ruido de disparo, afecta especialmente a las fotoceldas en el espacio en donde se realiza la reacción.

Un tipo de ruido llamado fluctuante se reconoce por la dependencia que tiene de la frecuencia, los cuales son inversamente proporcionales; a veces denominado como ruido 1/f. Finalmente el ruido ambiental es una suma de la interferencia del ambiente que rodea al instrumento, como las numerosas fuentes

¹¹ SKOOG, Douglas. *Principios de análisis instrumental*. p. 110.

de radiación electromagnética, las señales de la radio pública, la televisión, las perturbaciones ionosféricas, y demás.

Algunas de las formas para minimizar los efectos del ruido son:

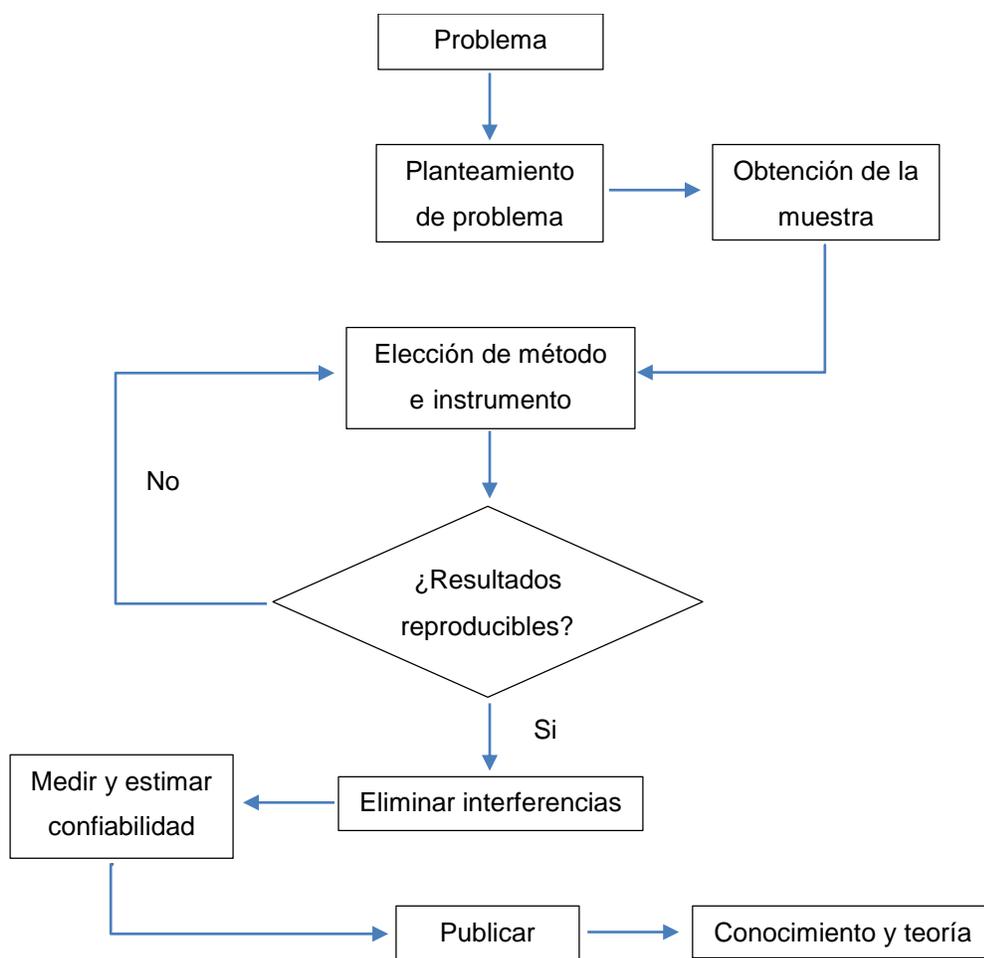
- Disminuir la temperatura del ambiente donde se realiza la medición. Por ejemplo, un sistema de fotodiodos de luz uv-vis llevado desde una temperatura de 25 °C a -196 °C reducirá el ruido térmico a la mitad.
- La interferencia de la radiación electromagnética exterior puede ser controlada por un blindaje del sistema, como una jaula de Faraday, una conexión a tierra o la reducción de la longitud de los conductores eléctricos dentro del sistema del instrumento.
- La instalación de filtros analógicos; como muchas señales de los instrumentos son de baja frecuencia con anchos de banda que se extienden en intervalos de unos pocos Hertz, de tal forma que el filtro eliminara muchos de los componentes de alta frecuencia.

2.1.3. Los métodos analíticos

Para cualquier tipo de análisis o investigación el primer paso será uno de los difíciles, ya que la selección de un método de estudio requiere reunir varios factores como la experiencia, el alcance, presupuesto, disponibilidad de equipo, entre otros. La complejidad de los elementos a estudiar y su número de componentes influenciara siempre en la elección del método.

Durante un análisis típico, los resultados pueden obtenerse a partir de dos medidas; por medios directos como pesar la muestra o determinar su volumen, mientras que la segunda trata de determinar la cantidad proporcional que le da el analito a la muestra. La segunda medida es la que regularmente complementa el análisis y puede determinarse de varias maneras.

Figura 8. **Diagrama de flujo para seleccionar un método instrumental**



Fuente: elaboración propia, utilizando Microsoft Word.

Si lo que se requiere es determinar la masa de un analito o de la alguna mezcla química puede usarse los métodos gravimétricos. Con los métodos volumétricos puede determinar el volumen del analito en una solución, siempre y cuando exista un reactivo que reaccione con la muestra. Para medidas más complejas, como determinar las propiedades eléctricas, puede usarse los métodos electrolíticos. Mientras que los métodos espectroscópicos exploran la relación entre la radiación electromagnética y los átomos del analito.

Tabla IV. **Propiedades base de los métodos instrumentales**

Propiedades	Métodos instrumentales
Emisión de radiación	Espectroscopia de emisión, uv, luz visible, de electrones; fluorescencia, fosforescencia y luminiscencia.
Absorción de la radiación	Espectrofotometría uv, luz visible, IR; resonancia magnética.
Dispersión de radiación	Turbidimetría; espectroscopia de Raman.
Refracción de radiación	Refractometría; interferometría.
Difracción de radiación	Métodos rayos X y difracción electrónica.
Rotación de radiación	Polarimetría dispersión óptica; dicroísmo circular.
Potencial eléctrico	Potenciometría; cronopotenciometría.
Carga eléctrica	Coulombimetría.
Corriente eléctrica	Amperometría; polarografía.
Resistencia eléctrica	Conductimetría.
Masa	Gravimetría.
Razón de masa/carga	Espectrometría de masas.
Velocidad de reacción	Métodos cinéticos.
Características térmicas	Gravimetría térmica y titulometría; análisis térmico; métodos conductimétricos térmicos.
Radiactividad	Métodos de activación y de dilución de isótopos.

Fuente: SKOOG, Douglas. *Principios de análisis instrumental*. p. 2.

Varias de las características que son la base de la aplicación de los instrumentos, han sido conocidas y estudiadas desde del siglo pasado o más. Debido a la carencia de tecnología en esas épocas su aplicación fue retrasada hasta nuestros días. El desarrollo de la electrónica y la computación es

directamente proporcional al desarrollo de nuevos y modernos métodos industriales.

De forma general, los métodos analíticos pueden ser clasificados en dos grupos: aquellos que están basados en interacciones de materia-materia, es decir, reacciones químicas, y por otro lado, como ya se ha planteado, la revolución de la tecnología y el avance humano lleva consigo nuevos problemas, surgen así los métodos instrumentales basados en la interacción materia-energía; conocidos también como métodos físicos debido a que no incluyen la modificación de la composición física o química del sistema.

El objetivo de un instrumento es la medida de percepción sensorial de una propiedad así como la determinación de la intensidad de dicha propiedad. Puede considerarse que un instrumento analítico es un dispositivo que convierte una señal, que no suele ser detectable para el ser humano, en forma que sí lo es. Está constituido por cuatro componentes principales: generador de señal, detector, procesador de señal y dispositivo de lectura.

2.1.4. Clasificación de métodos instrumentales ópticos

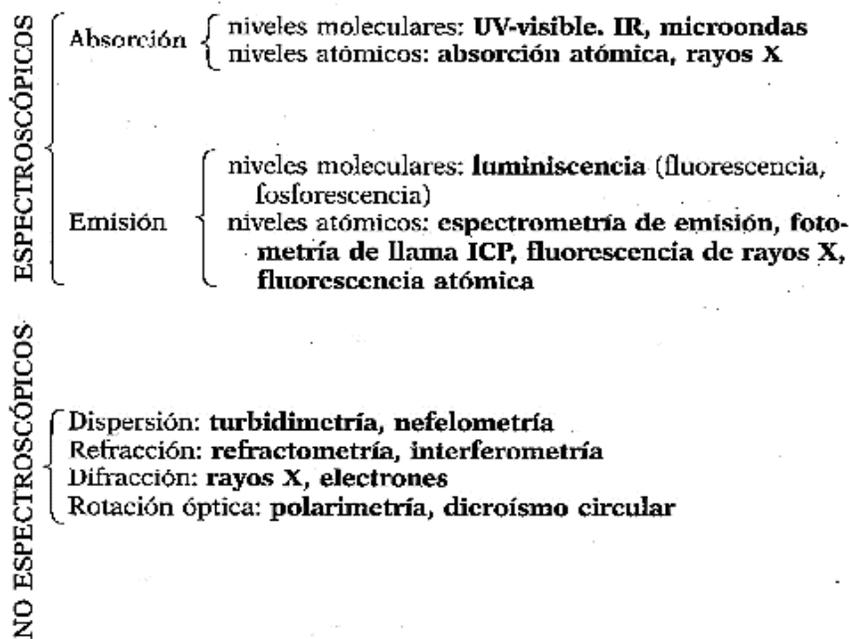
Los instrumentos y métodos utilizados durante un análisis tienden a caracterizarse de la siguiente forma:

- Métodos químicos: análisis cuantitativo y cualitativo
- Métodos instrumentales: de tipo óptico, electroquímico y otros

Tomando en cuenta la anterior consideración, es posible clasificar los métodos instrumentales ópticos en sistemas espectrofotométricos y no espectrofotométricos; derivados de los métodos espectroscópicos.

Los métodos espectroscópicos son todas aquellas disposiciones en las cuales hay un intercambio de energías, específicamente entre la radiación electromagnética y la materia; lo que se desea es determinar el espectro provocado por las transiciones entre distintos niveles energéticos. Los métodos no espectroscópicos, aunque también utilizan la radiación electromagnética, estos miden cambios de dirección o en las propiedades físicas de la propia radiación; no existe un intercambio de energía o una interacción entre estos y la materia.

Figura 9. Tipos de métodos instrumentales ópticos



Fuente: HERNÁNDEZ, Lucas. *Introducción al análisis instrumental*. p. 40.

Los métodos de absorción son los de uso más demandados y, por lo tanto, los más generalizados. Tienen sus bases en la absorción selectiva de radiación por parte de un producto o especie que se desea estudiar. Aquí, las transiciones de interacción se dan a niveles de vibración y rotación molecular por la absorción de radiación ultravioleta, visible, infrarroja y de microondas.

Los métodos de emisión son utilizados en menor medida que los de absorción. Es este tipo de análisis se utiliza la radiación electromagnética emitida por la materia, sin tomar en cuenta las causas que provocan dicha emisión. Los niveles de absorción y de emisión se tratarán, brevemente, más adelante en este capítulo.

Las técnicas analíticas de dispersión, difracción y refracción son basadas en el movimiento de la luz debido a partículas en suspensión en el seno de una disolución, donde el sistema no varía en los distintos niveles energéticos, sino que la radiación que incide en la disolución induce un dipolo eléctrico oscilante que actúa como una nueva fuente de radiación. La intensidad de esta nueva radiación depende en gran medida del número de partículas, del medio y de longitud de onda que incide en un ángulo específico.

Si durante el movimiento de la luz se produce una disminución apreciable en la intensidad de la radiación incidente y pueden observarse un rayo que incide en el mismo sentido, se denomina turbidimetría. Si se requiere de una mayor sensibilidad respecto a la turbidimetría se hace uso de la nefelometría, esta es una medición que se le realiza a la intensidad de radiación a un cierto ángulo respecto al haz incidente, normalmente a 90 grados.

Existen otras técnicas basadas en las medidas de dispersión de la luz que son útiles para determinar la forma y tamaño de las partículas y las masas molares. Estas técnicas basadas en el índice de refracción es la refractometría, una técnica no destructiva útil en pequeñas cantidades de muestra y mediciones rápidas y sencillas. Cuando se miden diferencia entre el índice de refracción de la muestra y el de una sustancia patrón se tiene la interferometría, de mayor precisión.

La difracción de rayos X es el método de más utilidad para estudiar las estructuras cristalinas de los sólidos, durante este método se hace incidir un haz monocromático sobre la muestra a analizar y se obtiene de regreso un espectro de rayos X difractados únicos del sólido. Una analogía similar ocurre con la difracción de rayos gamma y de electrones, la ventaja de estos sobre los rayos X es que cuando se analiza la superficie de un sólido hace que se pueda prescindir del interior, debido al menor poder de penetración de los electrones.

La polarimetría y el dicromismo circular están estrechamente relacionados, basados en la absorción diferencial de la luz polarizada de forma circular en direcciones opuestas, puede obtenerse información complementaria sobre las estructuras de las sustancias. Esto es posible debido a que ciertas sustancias se caracterizan por una asimetría molecular o cristalina, por lo que son ópticamente activas.

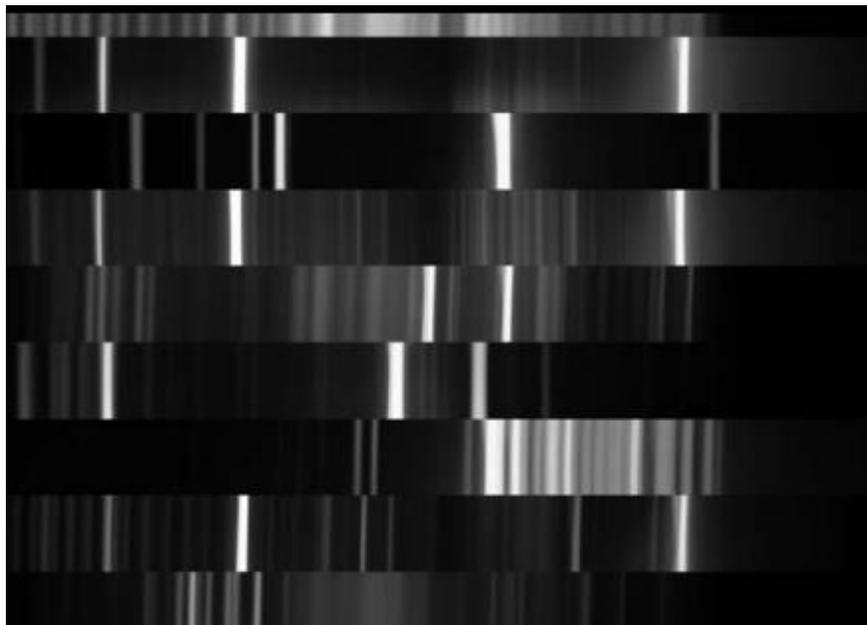
2.2. Espectrofotometría

Los métodos espectrofotométricos son un grupo de métodos y técnicas analíticas basados en la interacción de la radiación electromagnética con alguna sustancia. El termino espectrofotometría, a veces llamado también

espectroscopía, comprende toda aquella ciencia que trata con las interacciones de varios tipos de radiación.

La imagen presentada a continuación contiene los espectros de emisión óptica de varias sustancias gaseosas. Cada espectro es una huella única de la sustancia correspondiente que puede usarse para identificarla. En orden descendente, las sustancias son bromo, deuterio, helio, hidrógeno, criptón, mercurio, neón, vapor de agua y xenón. Las intensidades de las líneas en los espectros producen información relacionada con las concentraciones de los elementos.

Figura 10. **Espectros de varias sustancias**



Fuente: SKOOG, Douglas. *Principios de análisis instrumental*. p. 131.

2.2.1. Panorama histórico

La evidencia del análisis instrumental se remonta a los primeros años del siglo XX, fue durante el año 1903 que los Científicos de la Universidad de Freiberg, Alemania, Kuster y Gruters,¹² realizaron varios experimentos relacionados con potasio, dióxido de carbono e hidróxido de sodio sentando así, las bases de las valoraciones conductimétricas desarrollándose posteriormente las valoraciones potenciométricas; estas técnicas estudian la conducción de una corriente eléctrica a través de una solución de un electrolito donde cargas positivas se mueven hacia el cátodo y cargas negativas hacia el ánodo.

Posteriormente durante la década de 1930 se desarrollaron los primeros avances en electrodos de vidrio que era sensibles a iones de hidrogeno que constituyo el avance más importante de la época para mediciones de pH en medios acuosos, posterior a los electrodos de vidrio se desarrolló la aplicación de los métodos de análisis químico y físico para la determinación de la concentración desconocida de un reactivo, método conocido como el análisis de volumetrías. Durante esa misma época, Jaroslav Heyrovský descubrió la polarografía, útil para obtener el cambio de un analito cuando el potencial que pasa sobre él se modifica.

Para esa época ya se presentaba la necesidad de analizar componentes con concentraciones inferiores al 0,01 % para una gran variedad de muestras, así mismo, aun con el auge la segunda revolución industrial se manifestó la necesidad de realizar diferentes análisis a los productos industriales en un tiempo récord y con resultados confiables. La necesidad de solucionar nuevos

¹² HERNÁNDEZ, Lucas. *Introducción al análisis instrumental*. p. 16.

problemas provocó el desarrollo espontáneo de los instrumentos electrónicos para el análisis, sobre todo en los países más industrializados de la época.

Durante la década de 1940 ya era muy utilizadas, de forma rutinaria, los métodos de los espectrofotómetros de ultravioleta e infrarrojos, los espectrofotómetros de emisión, entre otros. Tecnología que tardó en llegar a los países menos desarrollados y a los laboratorios universitarios; que marcó un riesgo debido a la falta de personal que manejaran dichos instrumentos.

Aunque las bases científicas de la espectrofotometría se remontan muchos años antes, pudiéndose trazar desde los trabajos sobre la luz por Isaac Newton en el año 1664, el descubrimiento de la radiación infrarroja por el científico alemán William Herschel y la radiación ultravioleta por el también físico alemán Johann Ritter, ambos estudios a principios del siglo XIX, hasta el nacimiento de la espectroscopía como rama científica gracias al astrónomo y físico alemán Joseph von Fraunhofer.

Durante los acontecimientos bélicos del siglo pasado, se tuvo lugar a un gran avance en la evolución de la ingeniería y la tecnología. El proyecto Manhattan, nacimiento de la bomba atómica, aceleró los métodos industriales, de producción, el microanálisis y las técnicas instrumentales.

Las técnicas cromatográficas, de la década de 1950, experimentaron un desarrollo continuo hasta la época actual; como un método científico para la separación y la caracterización de mezclas complejas que tiene como objetivo separar los distintos componentes. Unidos a esos progresos, posibilitaron también el avance de la espectrofotometría de masas y la resonancia magnética nuclear.

Para el estudio de los niveles de partes por millón, entre los años cincuenta y sesenta, aparte de que provoco un perfeccionamiento de las técnicas existentes, también sustentó el desarrollo de otras, como el caso de la espectrofotometría de absorción que en muy poco tiempo se hizo casi insustituible para el análisis de metales a nivel de trazas.

Finalmente, durante el inicio del auge de la informática iniciado en la década de 1980, modifíco profundamente las técnicas analíticas instrumentales, desarrollando los microordenadores para el control de los instrumentos como una fácil manipulación de la abundante información obtenido en las medidas experimentales. Las facilidades presentadas por una computadora como la automatización de los análisis controlando los tiempos de muestreo, procesamiento de datos, la evaluación matemática y estadística de estos presenta una gran ventaja, sobre todo en la accesibilidad de estas tecnologías.

2.2.2. Características de la radiación electromagnética

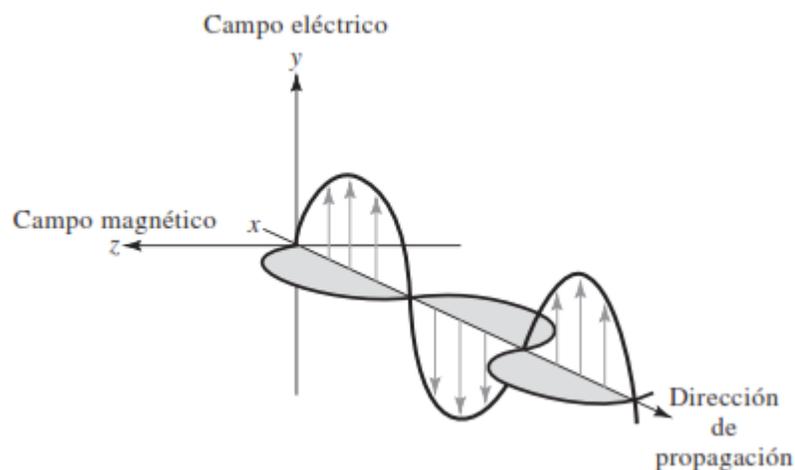
La radiación electromagnética es una forma de energía que se transmite en el espacio a velocidades muy cercanas a la de la velocidad de la luz, esta puede describirse como una onda con propiedades de longitud de onda, frecuencia, velocidad y de amplitud. Puede nombrarse a la radiación electromagnética como luz en la región ultravioleta y visible, la luz en contraste con las ondas de sonido, no requieren de un medio de transmisión y viajan fácilmente a través del vacío.

El modelo de onda no explica el fenómeno asociado con la absorción y emisión de la energía radiante. Para estos procesos, la radiación electromagnética puede ser tratada como paquetes discretos de energía o como partículas llamadas fotones; la energía de un fotón es proporcional a la frecuencia

de radiación. Estas visiones duales de la radiación como partícula y onda no son excluyentes sino complementarias.

Así también, algunas propiedades de la radiación electromagnética se considera que se conforma por ondas constituidas por componentes eléctricos y magnéticos perpendiculares entre sí, esta incorpora características como longitud de onda, frecuencia, velocidad y amplitud.

Figura 11. **Variaciones del campo eléctrico y magnético de un haz luz**



Fuente: SKOOG, Douglas. *Principios de análisis instrumental*. p. 133.

Todos los métodos ópticos hacen uso de la radiación electromagnética, una de las formas de caracterizar una onda es el uso de los siguientes parámetros:

- Frecuencia: asociado al símbolo griego ν , es el número de ciclos por unidad de tiempo. Por ejemplo, las veces que pasa por un determinado punto en 1 segundo. La unidad de frecuencia es el segundo recíproco, conocido como Hertz.

- El número de onda: asociado al símbolo griego $\bar{\nu}$, se define como el inverso de la longitud de onda. Su unidad más utilizada es el cm^{-1} .
- Longitud de onda: asociado al símbolo λ , es la distancia entre dos puntos de la onda que han pasado un ciclo completo. Por ejemplo, la distancia entre los máximos y mínimos sucesivos de la onda. Se puede expresar en cualquier unidad de longitud, entre los más frecuentes está el metro, nanómetro, micrómetro y angstrom.

Se puede considerar que la radiación electromagnética es una forma de energía radiante que se propaga en forma de ondas transversales. Su vibración es perpendicular a la dirección de su propagación, lo cual imparte un movimiento ondulatorio a la radiación. La onda se describe ya sea en términos de la distancia que ocupa un ciclo completo, o en función de los ciclos que pasan por un punto fijo por unidad de tiempo.

En los métodos espectrofotométricos, la muestra en solución absorbe radiación electromagnética procedente de una fuente adecuada, y la cantidad absorbida se relaciona con la concentración del analito en la solución. Una solución que contenga iones cobre II es azul porque absorbe el color complementario, el amarillo, y transmite la luz azul restante. Cuanto más concentrada sea esa solución de cobre, más luz amarilla absorbe, y el color azul que resulta en la solución se hace más intenso.

En un método espectrofotométrico, se mide la cantidad de esta luz amarilla que se absorbe y que se relaciona con la concentración. Se podrá comprender mejor los métodos espectrofotométricos en la medida que se comprenda el espectro electromagnético y la forma en que las moléculas absorban la radiación.

Tabla V. **Colores de las diferentes longitudes de onda**

Longitud de onda absorbida, en nm	Color absorbido	Color transmitido complemento
380 - 450	Violeta	Amarillo verdoso
450 - 495	Azul	Amarillo
495 - 570	Verde	Violeta
570 - 590	Amarillo	Azul
590 - 620	Anaranjado	Verde azulado
620 - 750	Rojo	Azul verdoso

Fuente: CHRISTIAN, Gary. *Química analítica*. p. 458.

2.2.3. **Análisis de longitud de onda y frecuencia**

Como ya se ha expuesto anteriormente, la radiación electromagnética se debe considerar como una onda y una partícula a la vez. Una onda se puede caracterizar como una oscilación eléctrica y de campos magnéticos. Para que una onda puede trasladarse en el vacío, su velocidad c , su longitud de onda λ y su frecuencia ν , está estrechamente relacionada de manera sencilla.

$$\text{velocidad de la luz} = c = \lambda\nu$$

La velocidad de la luz en el aire es muy próxima a la del vacío. Si el movimiento de la radiación no se da en el vacío, si en cambio, este es a través de la materia, la velocidad disminuirá de tal forma que depende de la interacción entre el elemento y la radiación, de manera general la velocidad será:

$$\text{velocidad de la luz} = c = \lambda\nu$$

Cuando consideramos la radiación electromagnética como una partícula, fotón, es necesario para explicar las interacciones con la materia, sería de suponer que la interacción de esta con el entorno requiere de un análisis a nivel más pequeño, relacionado con la interacción con átomos y moléculas. La naturaleza de este análisis requiere la comprensión entre las partículas de energía, los fotones, y la materia, por lo tanto, se puede demostrar que la frecuencia de la radiación electromagnética es proporcional a la energía del fotón. La constante de proporcionalidad, llamada constante de Planck h , es útil aquí debido a que ayuda a relacionar la energía implicada en el proceso.

$$E = h\nu$$

Del mismo modo, se puede relacionar la energía de un fotón con la longitud de onda de la luz. A partir de las ecuaciones anteriores se puede concluir que la relación entre la energía de la luz y la longitud de onda son inversamente proporcionales.

$$E = \frac{hc}{\lambda}$$

Puede considerarse entonces que la radiación electromagnética, tratada como un sinónimo de luz o haz de luz, se constituye fundamentalmente por ondas y partículas que se propagan a distintas velocidades en diferentes medios. Así también, es necesario indicar que la verdadera característica de una radiación es la frecuencia, esto debido a que la velocidad y la longitud depende del medio donde se propagan; a mayor longitud menor energía y a mayor frecuencia mayor energía.

2.2.4. Interacción materia-radiación electromagnética

Cuando sobre una muestra se incide radiación electromagnética, esta puede ser absorbida, de forma parcial, provocando transformaciones térmicas u ópticas. Así también, cuando parte de la radiación puede ser dispersa o fraccionada con o sin cambio de longitud de onda es posible que se puedan originar cambios en las propiedades de la radiación, sin necesidad de producirse absorción o emisión, estos cambios pueden medibles y cuantificables.

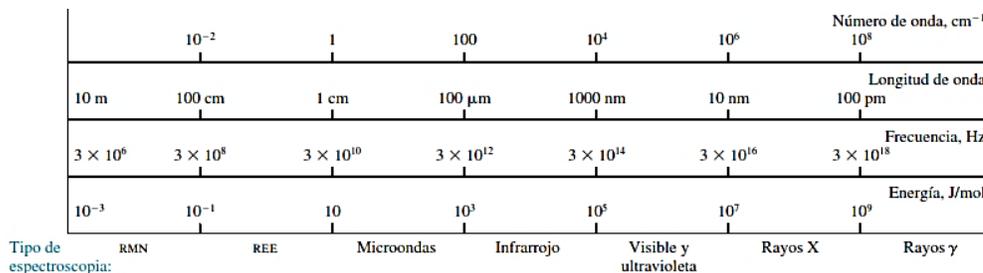
Cuando existe la interacción entre la materia y la energía térmica o electromagnética las partículas pueden pasar a un estado activado, conocido como estado excitado, en el que permanecen durante un periodo de tiempo muy corto, para después regresar a su estado fundamental. Durante ese proceso, existe también un intercambio de energía previamente absorbida a su entorno en forma de calor o en forma de fotones, de la misma longitud de onda o menor.

Existe una relación estrecha entre nuestro entorno y el espectro electromagnético, este incluye, una gran variedad de frecuencias y por lo tanto longitudes de onda. Este espectro puede dividirse en diversas regiones algunas de mayor interés que otras.

La región ultravioleta se extiende desde los 10 hasta los 380 nm, aproximadamente, si bien la región más útil en el análisis es la de 200 a 380 nm, y se llama región del ultravioleta cercano. A menos de 200 nm, el aire absorbe la radiación en forma considerable, por lo que los instrumentos trabajan al vacío; por consiguiente, a esta región se le llama región del ultravioleta al vacío. La región visible comprende, en realidad, una parte muy pequeña del espectro electromagnético, y es la región de longitudes de onda que puede ver el ojo humano; donde la luz aparece como color, esta se extiende de la región del

ultravioleta cercano, de 380 nm a unos 780 nm. La región del infrarrojo va desde unos 780 nm hasta 300 μm , pero el intervalo que se usa con mayor frecuencia para análisis es de 2,5 a 15 μm . Al intervalo de 0,8 a 2,5 μm se le llama región del infrarrojo cercano, la región de 2,5 a 16 μm es la región del infrarrojo medio y las longitudes de onda mayores corresponden a la región del infrarrojo lejano.

Figura 12. **Espectro electromagnético en espectrofotometría**



Fuente: SKOOG, Douglas. *Fundamentos de química analítica*. p. 654.

Existen tres procesos básicos por la cual una molécula o un átomo pueden absorber radiación; todos consisten en elevar la energía interna de la molécula a un valor más alto donde el aumento de esta energía es igual a la energía de radiación absorbida.

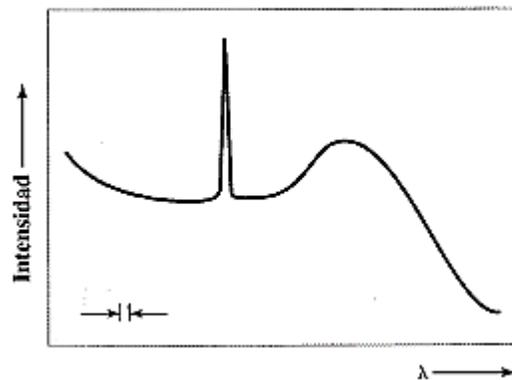
En el primero de ellos la molécula se hace girar en torno a varios ejes, en cada eje hay niveles de energía definidos, por lo que la molécula puede absorber radiación y ascender a un mayor nivel de energía de rotación o rotacional en lo que se denomina una transición rotacional. En el segundo caso, las moléculas o grupos de partículas dentro de una molécula vibran entre sí, y la energía de esta vibración posee también niveles definidos; en ese caso, la molécula puede absorber una cantidad discreta de energía y ascender a un nivel más alto de energía de vibración, en una transición vibracional. En el tercer tipo, los

electrones de una molécula pueden ascender a una energía electrónica mayor, lo cual corresponde a una transición electrónica. Estos temas se examinan más adelante en la sección 2.2.6.

2.2.5. Medidas del espectro y dispersión de la luz

Generalmente en la espectrofotometría, las mediciones dependen de las propiedades espectrales de la muestra y de cómo interactúa con la luz, así también como del instrumento seleccionado. El objetivo del instrumento es dirigir la luz, tanta como sea posible, hacia la muestra y así proceder a un barrido, una excitación de las moléculas de la muestra. La luz resultante, de longitud de onda única, pasa a través de los componentes del instrumento y resulta en un gráfico de intensidad detectada contra el tiempo, transformado a longitud de onda.

Figura 13. **Medición del espectro de alguna muestra ejemplo**



Fuente: RUBINSON, Kenneth. *Análisis instrumental*. p. 294.

El espectro puede variar levemente con las diferencias existentes entre los instrumentos y sus componentes. En la mayoría de los casos estos limitan el intervalo de longitudes de onda que pasan a través de los circuitos que manipulan

la luz, provocando así una llamada longitud de onda nominal, que se puede interpretar como el centro del intervalo de la longitud de onda. Como resultado, el instrumento interpreta un promedio de la intensidad de luz que llega, para todas las longitudes de onda seleccionadas que pasan por la muestra. Este proceso se asemeja a un aumento del nivel de intensidad como muestra la figura anterior.

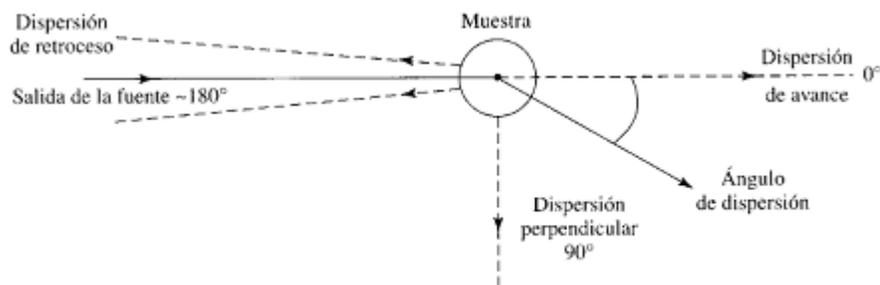
De forma general, se requiere de tres componentes básicos para llevar a cabo este proceso, donde se puede realizar medidas en cualquier región del espectro electromagnético.

- Una fuente de radiación.
- Un componente que aisle una única longitud de onda de la radiación electromagnética.
- Un transductor para medir los cambios en la cantidad de radiación electromagnética incidente.

Otro elemento clave para las mediciones de los métodos instrumentales ópticos es considerar como cambia la luz durante el proceso, ya que la muestra no solo puede absorber luz, sino también dispersarla. Desde una perspectiva cuántica, implica que un fotón puede ser amortiguado por la misma interacción con alguna partícula y así emitir otro fotón sin transición de excitación entre los distintos niveles. Si el fotón emitido tiene la misma longitud de onda que el fotón incidente se dice que la dispersión es elástica. Cuando el fotón emitido tiene una longitud de onda diferente, el proceso se denomina dispersión inelástica.

Tal y como una pelota que revota en distintas direcciones, la luz puede moverse a distintos ángulos ya sea en la misma dirección o contraria a la fuente de la radiación. Por tal motivo, el detector debe de situarse de tal forma que la luz incida sobre él directamente o a muy pocos grados para poder medir la luz dispersada deseada. Muchos instrumentos consideran esta dispersión y es corregida y dirigida a través de un espejo o juegos de espejo colocados de manera estratégica.

Figura 14. **Geometría de un haz de luz dispersa**



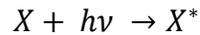
Fuente: RUBINSON, Kenneth. *Análisis instrumental*. p. 296.

La dispersión de la luz es un tema altamente complejo, existen muchas propiedades diferentes de la luz, así como de las muestras y materiales involucrados en la medición y que interactúan entre sí para producir resultados únicos.

2.2.6. Espectros de absorción y emisión

Cuando la muestra que se desea analizar se somete a radiación electromagnética, la interacción entre sus moléculas y la energía provoca cambios internos de forma espontánea. En el momento que la muestra absorbe

radiación electromagnética, las partículas de esta pasan a un estado excitado, es decir, un estado de mayor energía con un incremento representado por x^* .



Para que la muestra pueda absorber parte de la radiación electromagnética se hace necesario que se cumplan ciertas condiciones. La primera tiene que ver con los campos eléctricos y magnéticos, debe de existir una interacción entre ambos en cualquiera de las áreas mencionadas. Así también, la segunda condición es que la energía del fotón que incide debe de satisfacer claramente los requerimientos de energía de la sustancia, en otras palabras, la energía de los fotones absorbidos debe de ser idéntica a la diferencia de energía entre los estados iniciales y final de la sustancia. Matemáticamente se describe como:

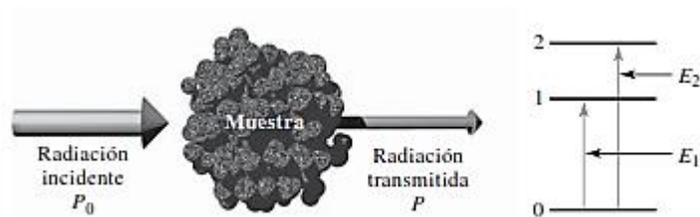
$$h\nu = E_{final} - E_{inicial}$$

Para cada estado excitado, en cada molécula existen varios estados de energía vibracionales, y para cada uno de estos, estados rotacionales. Como se ha explicado anteriormente, estos son los procesos por los cuales una molécula puede absorber o emitir radiación, los de mayor interés son tres estados básicos.

- Transiciones rotacionales puras: estas se dan cuando la energía de radiación no es lo suficientemente fuerte para dar lugar a las transiciones de vibración-rotación. Aquí, la energía implicada se utiliza para transformar la rotación de las moléculas alrededor de su centro de gravedad y corresponde a las regiones del infrarrojo lejano y microondas del espectro electromagnético.

- Transiciones vibracionales-rotacionales: cuando aumenta la energía que la muestra ha absorbido, además de rotación también se produce vibración y combinaciones entre ellos. Debido a las numerosas transiciones que resultan aquí, el espectro de la muestra se constituirá por un conjunto de picos. La frecuencia a la que tiene lugar estas transiciones corresponde a la región infrarroja.
- Transiciones electrónicas-vibracionales-rotacionales: cuando la energía de los fotones absorbida es mayor que el de las dos anteriores, corresponde a las regiones ultravioleta y visible. Pueden darse distintos niveles de energía eléctricos en combinación con vibración y rotación.

Figura 15. **Absorción de radiación y el incremento de energía**

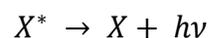


Fuente: SKOOG, Douglas. *Principios de análisis instrumental*. p. 149.

Cuando una molécula absorbe radiación electromagnética pasa a un estado excitado X^* . Pero esta circunstancia solo ocurre en un tiempo muy corto, donde la molécula pasa de un estado estable a inestable, así que las condiciones hacen que se busque retornar rápidamente al estado inicial de la molécula. Este proceso es llamado relajación o desactivación. Existen tres formas por la cuales una molécula puede perder su estado excitado.

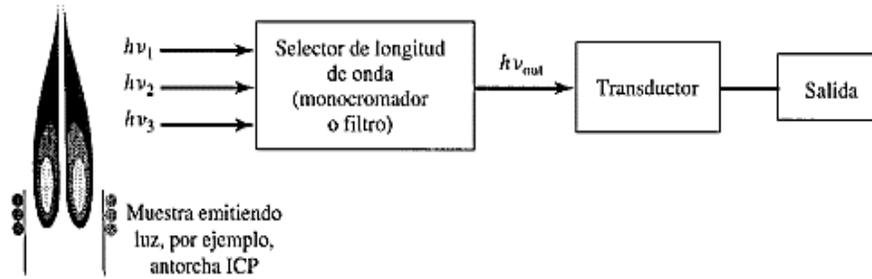
- Relajación vibracional: es un proceso donde la molécula regresa a su nivel vibracional inferior del estado excitado, no existe una emisión de radiación, sino que la pérdida de energía se da en forma de calor.
- Fluorescencia y fosforescencia: otra forma de relajación que pueden experimentar la molécula es cuando llega a su estado electrónico fundamental, emitiendo el exceso de energía en forma de radiación electromagnética, esta puede ser luz en forma de fluorescencia y fosforescencia.
- Emisión de resonancia: cuando la energía que se absorbe por la muestra se pierde total e integro en forma de radiación electromagnética, siendo de las mismas características que el de la radiación absorbida.

Los procesos de emisión son casi idénticos a los procesos de absorción, con la clara diferencia de que no existe una externa excitación eléctrica o magnética. Matemáticamente se representa de la siguiente forma:



La emisión en una muestra proporciona la luz por sí misma y la intensidad de la luz emitida es función de la concentración de los distintos elementos que conforman la muestra. La mayoría de las fuentes de emisión emiten luz isotrópicamente, es decir, con la misma intensidad y forma en todas las direcciones. Las mediciones por emisión de luz se realizan imaginando una esfera alrededor de la muestra, donde la luz incidente es el centro de dicha esfera, la luz ilumina isotrópicamente el casquete esférico de forma homogénea sobre toda su superficie.

Figura 16. **Espectrofotetría de emisión de plasma acoplado**

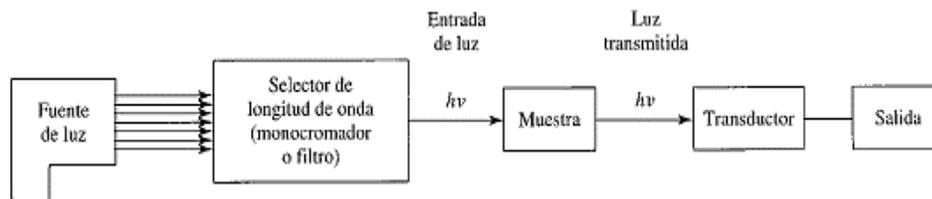


Fuente: RUBINSON, Kenneth. *Análisis instrumental*. p. 299.

2.2.7. Generalidades de absorbancia y transmitancia

Cuando se estudia una muestra que absorbe o emite radiación, implica la medición de una pequeña fracción de luz de una longitud de onda específica y única que pasa a través de la muestra. Cuando el elemento a analizar no emite luz por sí misma, esta debe de incluir una fuente de radiación externa.

Figura 17. **Diseño general de un espectrofotómetro**



Fuente: RUBINSON, Kenneth. *Análisis instrumental*. p. 301.

Es difícil de controlar la exactitud de las fuentes de radiación ya que estas, además de la requerida, normalmente producen longitudes de onda no deseadas. En la figura 17 se describe un monocromador, de forma general, este actúa como un filtro eliminando las longitudes de onda no deseadas y seleccionando únicamente la requerida para el estudio.

Cuando se desea estudiar los elementos que conforman una muestra, normalmente se realizan dos medidas de la luz. Como lo muestra la figura 15, la primera medida es la cantidad de luz total que sale de la fuente de radiación, esta se le denomina como P_0 es una medida en blanco cuando la concentración del material a analizar es cero. La segunda medida es la comparación de luz entre la muestra con la medida en blanco, denomina simplemente como P .

La comparación que se realiza es fraccionar la muestra en blanco con la luz final de la muestra. Para expresar esta relación se utiliza el término de transmitancia, con su símbolo habitual T .

$$T = \frac{P}{P_0}$$

Representado en forma de porcentaje, la transmitancia es:

$$\% T = T * 100$$

Durante el análisis, es necesario determinar cuál cantidad de luz está siendo concentrada y cambiada cuando se toma en cuenta una fracción de la muestra, que en términos exactos es llamada densidad óptica, aunque se está más familiarizado con el término de absorbancia, abreviado con la letra A .

$$A = -\log \frac{P}{P_0} = -\log T$$

Tabla VI. **Términos y símbolos aplicados en espectrofotometría**

Términos y símbolos	Definición	Nombre y símbolo alternativo
Energía radiante incidente, P_0	Energía radiante incidente de una muestra en watts	Intensidad incidente, I_0
Energía radiante transmitida, P	Energía radiante transmitida por una muestra	Intensidad transmitida, I
Absorbancia, A	$\log\left(\frac{P_0}{P}\right)$	Densidad óptica D
Transmitancia, T	$\frac{P_0}{P}$	Trasmisión, T
Longitud de trayectoria de una muestra, b	Longitud sobre la cual ocurre la atenuación	l, d
Absortividad, a Absortividad molar, ε	$A/(bc)$ $A/(bc)$	α, k Coeficiente de absorción molar

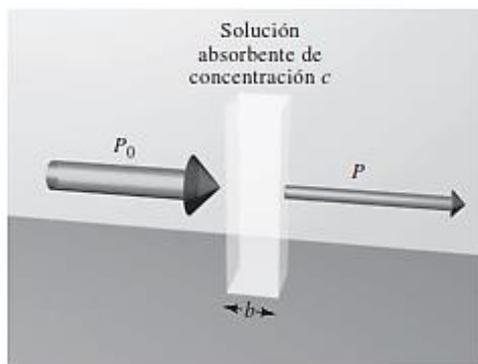
Fuente: SKOOG, Douglas. *Fundamentos de química analítica*. p. 662.

2.2.8. Ley de Lambert-Beer y sus limitaciones

Cuando se analiza la ecuación de absorbancia, se puede ver que esta es proporcional a la concentración de la sustancia de la muestra que absorbe la luz incidente. Entonces la absorbancia puede ser directamente proporcional a tres magnitudes: una constante a que es una propiedad de la sustancia por sí misma, así como de la longitud de onda; una longitud b que describa la distancia del paso óptico hasta donde la luz viaja hacia la muestra; una concentración C como una medida en que la sustancia absorbe luz. Experimentalmente esto es:

$$A = a * b * C$$

Figura 18. **Camino de un haz de luz a través de una muestra absorbente**



Fuente: SKOOG, Douglas. *Principios de análisis instrumental*. p. 158.

La ecuación anterior describe la ley de Lambert-Beer,¹³ o simplemente como ley de Beer, la cual es fundamental en el análisis cuantitativo para la relación entre la absorbancia y la concentración. Cuando la concentración C se expresa en moles/litros y la longitud de paso óptico b se expresa en centímetros, la constante a tendrá las unidades en litro moles y centímetros; en cuyo caso se le asigna el símbolo ϵ y se le denomina absorptividad molar; esta es una característica de la sustancia el cual también es dependiente de la medida de longitud de onda.

$$A (\text{adimensional}) = a \left(\frac{\text{litro}}{\text{mol centímetro}} \right) * b(\text{centímetro}) * C \left(\frac{\text{mol}}{\text{litro}} \right)$$

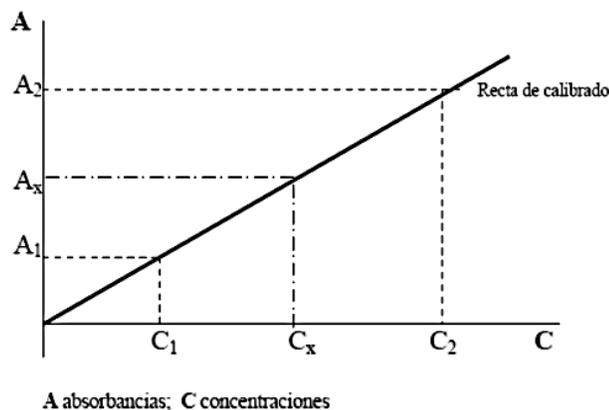
$$A = \epsilon * b * C$$

¹³ SKOOG, Douglas. Op. Cit., p. 337.

La ley de Beer puede ser de gran utilidad en los análisis físicos y de ingeniería. Se puede calcular las absorptividades molares de las especies si se conoce su concentración, así también se puede utilizar el valor medido de la absorbancia para obtener la concentración si se conoce la absorptividad y la longitud de la trayectoria. Cabe resaltar que la absorptividad depende de funciones variables como el disolvente, la composición de la disolución y la temperatura. Por lo tanto, se hace necesario tener una disolución estándar del analito.

La ley de Beer también puede ser aplicada a distintas muestras que contiene más de un tipo de sustancias que absorban luz incidente. Cuando se tenga la certeza de que no hay interacción alguna entre las distintas especies que compone la muestra, se puede calcular una absorbancia total en una sola longitud de onda única para el sistema, esto es, la suma de las absorbancias individuales. En la figura 19, la pendiente de la recta representa el producto de la longitud de trayectoria b y por la absorptividad ϵ .

Figura 19. **Representación gráfica de la ley de Lambert-Beer**



Fuente: MARTÍNEZ, José. *El espectro electromagnético, absorción visible-ultravioleta*. <https://www.upct.es/>. Consulta: mayo de 2021.

Existen algunas excepciones en la relación lineal entre la absorbancia y la longitud de la trayectoria para disoluciones muy diluidas. Sin embargo, existe desviaciones fuertemente adheridas en la proporcionalidad directa entre absorbancia y concentración cuando la longitud de la trayectoria b es una constante. Algunas de estas limitaciones son llamadas desviaciones reales, otras son resultado de los métodos y técnicas aplicados para medir la absorbancia, llamadas desviaciones instrumentales; las desviaciones químicas consideran la influencia del disolvente, la temperatura, reactivos, entre otros. Aunque esta última desviación no es de interés de este trabajo.

Las desviaciones reales consideran la deducción de la ley de Beer, al no tomar en cuenta que la absorptividad depende de la refracción de la luz, que este a su vez varía con la concentración provocando desviaciones negativas o positivas respecto a los valores reales. Las concentraciones molares inferiores a 10^{-3} pueden prescindirse de la influencia de este factor ya que la refracción se considera esencialmente constante. Así la ley de Beer posee un sentido de ley limitante, que son todas las leyes que se cumplen bajo condiciones estrictas de límites máximos y mínimos.

A concentraciones molares mayores a 0,01 las distancias promedio entre las partículas y moléculas de la muestra absorbente disminuyen hasta el punto en que cada una de ellas afecta la distribución de cargas y así el grado de absorción de la partícula y molécula vecina. Como la forma de interacción es dependiente de la concentración, esto provoca desviaciones de la relación lineal entre absorbancia y concentración.

Las desviaciones químicas se dan cuando un analito se disocia, se asocia, o reacciona con el solvente para producir un producto teniendo un espectro de absorción diferente del analito.

Las desviaciones instrumentales son provocadas por fluctuaciones producidas en la corriente eléctrica que alimenta al instrumento, la inestabilidad de fuentes de radiación o la respuesta no lineal del detector pueden originar el mal funcionamiento del aparato de medición; aunque puede disminuirse con una correcta calibración.

Para las mediciones espectrofotométricas la ley de Beer se debe de aplicar solo cuando las mediciones a realizar son a través de fuentes de radiación monocromática, aunque gran parte de los instrumentos utilizan radiación policromática. Para solventar esto, se aplican filtros en conjunto con una rendija para así poder aislar una banda casi simétrica de longitudes de onda. Si las bandas de las longitudes de onda seleccionadas para mediciones espectrofotométricas corresponden a una región del espectro de absorción en la cual la absortividad molar es esencialmente constante, entonces las desviaciones de la ley de Beer serán mínimas. Muchas bandas moleculares en la región ultravioleta visible del espectro encajan en esta descripción.

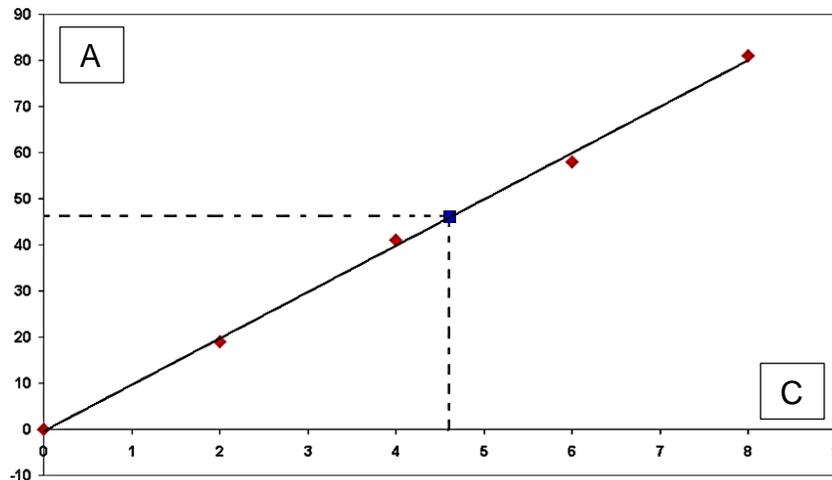
Así también, existe una radiación esporádica que también se le conoce como luz errante. Esto es un tipo de radiación del instrumento que está fuera de la banda de longitud seleccionada, que a menudo es el resultado de la dispersión y reflexión no controladas por el instrumento, aunque rara vez afecta los resultados finales.

2.2.9. Curvas de calibración

El espectro de cualquier sustancia se representa como una gráfica donde se observa la relación directa entre absorbancia como una función de la longitud de onda. Para las mediciones generalmente se elige la longitud de onda correspondiente a un máximo, pues el error de medición disminuye y así, la sensibilidad es máxima.

Las curvas de calibración, absorbancia vs concentración conocida, son tal vez, la aplicación más común para la ley de Beer. Aquí, se realiza una curva; absorbancia en función de la concentración, para lograrlo se preparan muestras a concentración conocidas y se someten a medición a una longitud de onda establecida.

Figura 20. Curva de calibración típica



Fuente: *Curvas de calibración*. <https://es.wikipedia.org/>.

Consulta: mayo de 2021.

Se aplican cuando se desconocen los valores del coeficiente de absorptividad molar. Durante estos casos se necesita realizar una reacción previa a la medición, para lograr así que la muestra absorba luz. Generalmente el analito no absorbe luz visible, pero es fácil transformarlo en una especie absorbente mediante la reacción con un compuesto coloreado. Debe considerarse que a concentraciones altas la linealidad se pierde, en parte por las propias limitaciones de la ley y los resultados se vuelven poco fiables.

2.3. Espectrofotometría de absorción ultravioleta visible

Las medidas de absorción en las regiones ultravioleta y visible se pueden aplicar ampliamente para identificar y determinar una gran cantidad de especies, ya sean orgánicas e inorgánicas. Es probablemente que este método de absorción molecular en las regiones ultravioleta/visible sea el más utilizado de todas las técnicas de análisis cuantitativo.

De acuerdo con las observaciones, en la espectrofotometría de absorción molecular en las regiones ultravioleta y visible se pueden obtener valores de absorptividad ϵ desde 0 hasta un máximo del orden de 10^5 litro mol⁻¹ cm⁻¹.

Cuando existe un máximo de absorción de la muestra, un rango difícil de determinar, la magnitud de ϵ empieza a depender de como varia la sección transversal de la captura y de la probabilidad en que una partícula en estado fundamentales sea excitado.

Cuando se considera el proceso de la absorción de la radiación en la región ultravioleta visible por parte de una molécula M de la muestra; se analiza como un proceso de dos etapas; la excitación electrónica y un producto de la absorción en una nueva especie M^* . Como se ha hecho mención anteriormente, el proceso

de la excitación de la partícula se realiza en un lapso de tiempo muy corto, alrededor de 10^{-8} a 10^{-9} segundos.



Durante el proceso de relajación, existe una transformación de energía de excitación hacia otros estados. Esta puede ocurrir por procesos fotoquímicos o como una reemisión de fluorescencia o fosforescencia.

De manera general, la absorción en el rango ultravioleta y visible es el resultado de la excitación de los electrones de valencia encargados del enlace de las moléculas de la muestra. Así, las longitudes de onda se pueden correlacionar con los tipos de enlace de la especie en estudio; aun así, la aplicación más importante de la espectrofotometría ultravioleta-visible es la determinación cuantitativa de compuestos.

En los elementos inorgánicos, como los metales disueltos en soluciones acuosas, la absorción se da como el resultado de la excitación de electrones no enlazantes, sobre todo en el caso de los iones. Se absorben rangos de la radiación visible en por lo menos uno de sus estados de oxidación.

2.3.1. Leyes de absorción de la radiación

La espectrofotometría de absorción en las regiones ultravioleta y visible del espectro electromagnético resulta de gran utilidad como técnica auxiliar para la determinación de estructuras de especies químicas.

Ya se han descrito las leyes de absorción de la radiación, en las secciones 2.2.7 y 2.2.8, las cuales son la absorbancia, transmitancia, ley de Lambert-Beer

y las demás que se deriven de estas. Sin embargo, aquí se pretende realizar un breve análisis de situaciones que son consideradas pertinentes.

Como se ha explicado en la sección anterior, la absorción de la radiación tiene bases en las consecuencias que se originan del estado de activación de las partículas que posteriormente elimina su exceso de energía en distintas formas. La forma más común de eliminar en exceso de energía es en forma de calor.



Por experiencia, se sabe que la cantidad de calor disipado es muy pequeño, por lo tanto, se tiene la ventaja de originar una interferencia mínima en la muestra que se estudia.

El término generalmente utilizado en la medida de la radiación absorbida es la absorciometría, aunque cuando se trabaja con la región visible del espectro también puede ser llamado colorimetría; esta denominación suele aplicarse a algunos instrumentos de filtro con sistema de detección eléctricos. El termino espectrofotometría suele aplicarse cuando el análisis se extiende hasta la región ultravioleta e infrarrojo.

En cuanto a la región ultravioleta, la zona de mayor interés en la práctica es la que se conoce con el nombre de ultravioleta próximo, alrededor de 200 y 400 nm, pues el ultravioleta lejano, entre 10 y 200 nm, presenta algunos problemas ya que el oxígeno atmosférico absorbe radiación en esta longitud, siendo necesario que el instrumento trabaje en vacío, proceso no desarrollado suficientemente.

Respecto a la transmitancia, cuando un haz de luz de una determinada longitud de onda atraviesa una muestra que contiene un única capa de disolución que contiene una especie absorbente, este disminuye de P_0 a P ; que para efectos de análisis cuantitativo, es una energía por unidad de tiempo y unidad de distancia, así se describe como la potencia del haz de luz; muchos espectrofotómetros describen esto como intervalos bajos, medios y altos; la elección de estos depende en gran medida de las habilidades y razonamientos personales.

Cabe resaltar que la absorbancia se considera un parámetro de mayor utilidad que la transmitancia. Por ejemplo, cuando hay una absorción de radiación y $P_0 = P$ entonces la absorbancia A es igual a 0, mientras que, si se absorbe el 99 % de la luz, solo se transmite el 1 % con lo que A obtendría un valor mayor.

2.3.2. Desviaciones y fuentes errores

La espectrofotometría de absorción atómica es una de las técnicas de mayor aplicación, sobre todo por su sensibilidad, para la identificación cuantitativa de más de sesenta metales o elementos metaloides.

Como se ha declarado anteriormente, en las limitaciones de las leyes de Lambert-Beer son las mismas aplicadas a los instrumentos analíticos ópticos, aunque de forma general. Las aplicaciones de la espectrofotometría de absorción poseen límites, desviaciones y fuentes de errores que es preciso considerar.

Para muchos de los elementos metálicos, los límites de detección en espectrofotometría de absorción están dentro de un intervalo de 1 a 20 ng/ml, o 0,001 a 0,002 ppm, esto solo es una idea general, ya que en algunas ocasiones se encuentran límites de detección fuera de estos intervalos.

Figura 21. **Límites de detección en ng/ml, para los elementos seleccionados**

Elemento	Llama en AAS	AAS Electro-térmica	Llama de AES	AES ICP	Llama de AFS
Al	30	0.1	5	0.2	5
As	200	0.5	—	2	15
Ca	1	0.25	0.1	0.0001	0.4
Cd	1	0.01	2000	0.07	0.1
Cr	4	0.03	5	0.08	0.6
Cu	2	0.05	10	0.04	0.2
Fe	6	0.25	50	0.09	0.3
Hg	500	5	—	—	5
Mg	0.2	0.002	5	0.003	0.3
Mn	2	0.01	—	0.01	1
Mo	5	0.5	100	0.2	8
Na	0.2	0.02	0.1	0.1	0.3
Ni	3	0.5	600	0.2	0.4
Pb	8	0.1	200	1	5
Sn	15	5	300	—	200
V	25	1	200	0.06	25
Zn	1	0.005	50 000	0.1	0.1

Fuente: SKOOG, Douglas. *Principios de análisis instrumental*. p. 249.

En condiciones de operación normales, el error relativo de la absorción atómica de llama, AAS, y de la mayoría de los métodos es del orden entre 1 % a 2 %. Con precauciones especiales, es posible reducir algunas décimas de error.

Tanto el error como las limitaciones de detección dependen en gran medida del instrumento a utilizar, su calidad y precisión fácilmente provoca cambios en las fronteras de estos límites.

En los métodos de absorción atómica, las líneas de emisión o camino de los fotones, de las fuentes de radiación electromagnética pueden dar lugar a una

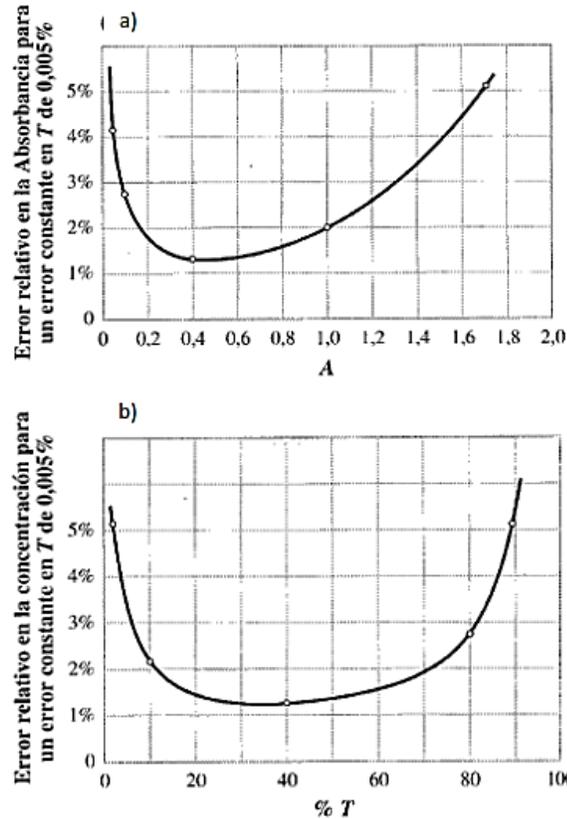
interferencia espectral como resultado del traslape de las mencionadas líneas. Para que ocurra esta interferencia, la separación entre dos líneas tendría que ser menor que $0,1 \text{ \AA}$.

Las interferencias espectrales también pueden ocurrir cuando la fuente de absorción se origina en la matriz de la muestra. La potencia del haz de luz transmitido P es reducido por los componentes de la muestra, pero no la potencia P_0 del haz incidente, así resulta en un error donde la gráfica parece subir sin aparente explicación. Muchos instrumentos consideran este tipo de interferencias, la mayoría lo corrige a través de un sistema de corrección de fondo; un cortador, básicamente un espejo, provoca que la luz de la muestra y de la fuente de radiación pasen de manera alterna, evitando el traslape de las líneas.

Un error aleatorio asociado con la medida de la intensidad de la luz se le conoce como error fotométrico, la precisión del instrumento depende en gran medida de este error. Por la relación algorítmica entre T y A , la precisión en la medida de la concentración cambia según el intervalo de absorbancia medido ya que la transmitancia P/P_0 es una magnitud directamente medida; aunque en el análisis se utiliza más la absorbancia ya que su valor es directamente proporcional a la concentración del elemento que absorbe luz.

Para tener una idea de lo que es el error fotométrico, en la figura 22 se supone un error relativo de T en $\pm 0,005$; este error en A disminuye de forma continua de mayores a menores valores de absorbancia. Mientras que, un error relativo en absorbancia, específicamente en bajas y altas concentraciones el error se hace mayor que $\pm 0,005$.

Figura 22. Errores en la transmitancia, absorbancia y la concentración



Fuente: RUBINSON, Kenneth. *Análisis instrumental*. p. 304.

En la figura 22 se observa que, para bajas concentraciones, de 90 % de transmitancia y $A = 0,045$, y para altas concentraciones, donde T es menor que 2 % y A es mayor que 1,70 el error relativo se hace mayor que $\pm 0,005$. Así, para alcanzar una mayor precisión en un experimento de absorción, la concentración de la muestra o la longitud del paso óptico, deben ser ajustadas en la que la absorbancia a la salida del instrumento posea un intervalo entre 0,4 y 0,7. Este mismo criterio puede ser aplicado para cualquier fotómetro.

Muchas veces la fiabilidad de los resultados de las mediciones depende también de la habilidad, conocimientos y experiencia del operador. En este sentido, los mayores errores suelen cometerse por el uso inadecuado de los recipientes de la muestra. Resulta útil considerar lo siguiente:

- Asegurarse de los recipientes estén completamente limpios, sin ralladuras, exentas de huellas o adherencia en las paredes por las cuales pasara el haz de luz.
- Los recipientes de vidrio y cuarzo es ideal limpiarlos con ácido nítrico o con agua regia en frío. Una vez limpias, deben enjuagarse con agua destilada y con varias porciones de la disolución a medir.
- No deben secarse interiormente, mientras que el exterior debe de secarse con papel suave. También es importante que una vez llena con la disolución problema, no contenga burbujas.
- Aunque se debe de trabajar con cubetas idénticas para la muestra y referencia, llamada también muestra en blanco o muestra en cero, es buena práctica utilizar la misma disolución en cada una de ellas.

2.3.3. Aplicaciones

En teoría, cualquier muestra que pueda absorber radiación electromagnética en las regiones ultravioleta o visible es capaz de ser sometido a técnicas espectrofotométricas. El mayor campo de aplicación es en el análisis cuantitativo. Cuando se trata de análisis cualitativo en los espectros ultravioleta o visible, en general, son de menor utilidad de los métodos basados en región infrarroja.

La identificación de un compuesto puro requiere de la comparación empírica de los detalles del espectro, lo cual es difícil de obtener cuando se trabaja con sustancias orgánicas. En disoluciones como el agua, alcoholes, esteres y otros, las moléculas no están aisladas, sino solvatadas, que limita la estructura rotacional de las partículas y así limita también la interacción con la radiación electromagnética.

De forma general, la espectrofotometría en análisis cualitativo se usa siempre en combinación con los obtenidos a partir de espectros infrarrojos y otros. El espectro de absorción ultravioleta y visible no es una prueba infalible de la identidad de una especie o muestra, aunque si se puede disponer como una herramienta de forma inteligente.

Respecto al campo del análisis cuantitativo, la espectrofotometría es de las técnicas más usadas, por ejemplo, en el campo biosanitario un 95 % de estudios cuantitativos se llevan a cabo por este método. Cabe resaltar que, si se compara con los métodos clásicos como los gravimétricos, los análisis espectrofotométricos son menos exactos, aunque con una mayor sensibilidad y rapidez ganan ventajosamente. Las precisiones, como se ha mencionado, son bastantes aceptables dentro del rango de 1 % a 2 % aunque con ciertas consideraciones fácilmente pueden reducirse.

Como se ha mencionado, la base de los espectrofotómetros es la ley de Lambert-Beer. Para llevar a cabo este procedimiento consta de varias etapas que establecen las condiciones de trabajo.

- La selección de la longitud de onda debe de corresponder al máximo de absorción de la muestra, así se pueden obtener máximas sensibilidades;

también ayuda a mantener la curva espectral dentro de los límites satisfactorios de la ley de Beer.

- Las consideraciones en la preparación de la muestra son varios; algunos compuestos orgánicos absorben en la región uv-vis así que los reactivos solo se utilizan para eliminar interferencias. En algunos casos también, algunos metales solo absorben cuando están en proceso de oxidación, por esa razón se debe de incluir el proceso redox. Por ejemplo, el manganeso se determina en forma de permanganato, el ion tiocianato para determinar hierro y dietilditiocarbamato para determinar el cobre.
- Al determinar la relación entre absorbancia y concentración, en principio, se podría encontrar la concentración a partir de la ley de Beer. Sin embargo, no es prudente determinar la absorptividad molar por dicha ley o por medio de un valor bibliográfico. Lo mejor que se puede hacer es la preparación de un calibrado a partir de una serie de muestras preparadas en las mismas condiciones.

Muchas veces se hace necesario el estudio de una muestra cuando hay varias sustancias que la componen, y en muchos casos, su determinación se debe de llevar a cabo sin separar previamente las distintas sustancias. Para ellos se aplica el método de adición estándar, similar a las curvas de calibración. A varias muestras idénticas se les adicionan volúmenes variables de una disolución estándar del elemento, de concentración conocida. Se le añade entonces los reactivos correspondientes y cada disolución se agrega a un volumen fijo, para después medir la absorbancia. Así se obtienen una gráfica de Absorbancia vs volumen de concentración definida.

2.4. Diseño general de los instrumentos ópticos

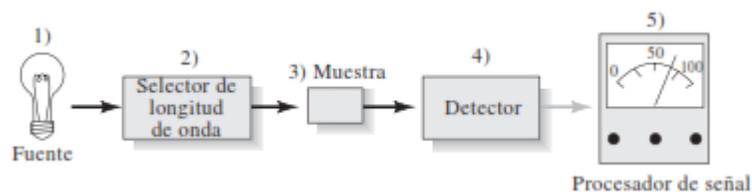
Los métodos instrumentales ópticos pueden clasificarse de distintas maneras, usualmente bajo los fenómenos físicos sobre los cuales se apoyan, los cuales son: absorción, fluorescencia, fosforescencia, dispersión, emisión y quimioluminiscencia. Los espectrofotómetros que miden cada uno de esos fenómenos pueden variar un poco en su configuración, aunque la mayoría se conforma de partes básicas similares.

Cabe resaltar que los instrumentos que utilizan las regiones ultravioleta e infrarrojo poseen varias características muy similares, es por ello que son llamados instrumentos ópticos. Para los estudios en las regiones más energéticas que en la región ultravioleta y menos energéticas que en la región infrarrojo poseen características que son muy distintas a los instrumentos ópticos.

Las primeras y más básicas configuraciones que utilizan los espectrofotómetros para la medición de los seis fenómenos físicos antes mencionados se componen de cinco componentes básicos: una fuente estable de energía radiante, un recipiente transparente para la muestra, un dispositivo que aislé longitudes de onda, un detector que transformé la energía radiante en señal eléctrica y una unidad procesadora de señal.

La diferencia entre los distintos espectrofotómetros depende de la región dentro de la cual se vaya a realizar la medición, y así, de la longitud de onda para las cuales estén diseñados. Su diseño también depende de su uso, si será para análisis cualitativo o cuantitativo y si se aplicara espectrofotometría molecular o atómica. De forma general, su funcionamiento y bases teóricas sobre las cuales funcionan son similares sin tomar en cuenta la región y la aplicación.

Figura 23. Instrumentos básicos en espectrofotometría



Fuente: SKOOG, Douglas. *Principios de análisis instrumental*. p. 165.

2.4.1. Monocromador y policromador

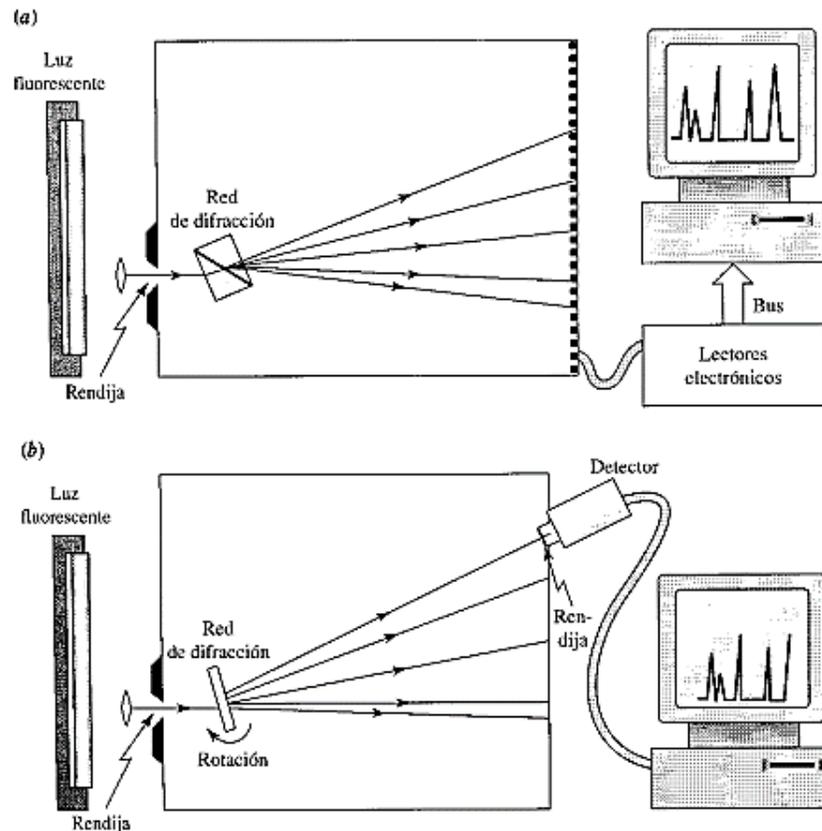
Una gran demanda de aplicaciones de la espectrofotometría en los análisis físicos y químicos de muestras estándar, así como de una gran variedad de los elementos que componen estas muestras, constituye conocer y manipular gran parte del espectro electromagnético.

Como ya se ha expresado, los equipos como el espectrofotómetro son parte de la gran gama de los instrumentos ópticos; este término resulta ser un poco ambiguo, ya que la palabra óptico se emplea para describir un proceso en donde la luz se puede controlar a través de lentes, prismas, superficies reflejantes, entre otros.

En algunas ocasiones los espectrómetros pueden ser diferenciados entre sí, según la forma de como manipulen la luz, pueden ser: dispersivos y no dispersivos. Los dispersivos cuentan con una separación de colores de la luz en un intervalo de ángulos; aquí es importante distinguir la necesidad de una rendija, para poder seleccionar un ángulo y así un intervalo del espectro deseado. Esta selección de una única longitud de onda deseada en un tiempo determinado es conocido como el monocromador dispersivo.

Dependiendo del tipo de diseño del instrumento, así como de su calidad y precio, se puede tener la ventaja de poseer varios detectores a lo largo del área de propagación de la luz, utilizando un policromador dispersivo; detecta simultáneamente un número de longitudes de onda. El monocromador es el selector de longitud de onda más utilizado. La figura 24 muestra un policromador arriba y un monocromador abajo.

Figura 24. **Muestra de un policromador y un monocromador**



Fuente: RUBISON, Kenneth. *Análisis instrumental*. p. 291.

Los instrumentos no dispersivos funcionan permitiendo el paso de otras longitudes de onda, además de la requerida, aunque no en la misma dirección. En los métodos espectrofotométricos se requiere variar de forma continua la longitud de onda de la radiación, un proceso conocido como barrido del espectro.

Todos los monocromadores utilizados ya sea para radiación ultravioleta, visible o infrarroja son de diseño similar, usan rendijas, espejos, ventanas y redes o prismas, aunque los materiales de construcción si dependen de la región a utilizar, ver anexo 7.

Un monocromador se constituye de cinco elementos: una rendija de entrada que proporciona una imagen óptica rectangular, un lente colimador que produzca un haz paralelo de luz, un prisma que separa la luz en sus distintos componentes, un elemento de enfoque que reforma la imagen sobre un plano focal y una rendija de salida que aislé la banda espectral deseada. Los dos tipos de monocromadores más usados son de tipo red y bunsen de prisma.

- Monocromador de prisma: los más utilizados para dispersar radiación ultravioleta, visible e infrarrojo. Un prisma de 60 grados fabricado a través de una sola pieza de material, por ejemplo, cuarzo fundido de manera que no causa polarización de la radiación emitida.
- Monocromadores de red: la dispersión de la radiación electromagnética se puede lograr dirigiendo un haz a través de una red de transmisión o sobre una superficie de una red de reflexión. Consiste en una superficie dura, pulida sobre la cual existe un gran número de surcos paralelos y muy próximos entre sí, de 300 a 2 000 surcos por milímetro.

2.4.2. Anchura de banda y rendija espectral

Si se considera el funcionamiento de un monocromador, como lo muestra la figura 24, se requiere de un elemento que separe la luz en sus diferentes colores, los filtre y los guie hacia el detector.

Las rendijas son similares a cuchillas metálicas o pequeños espacios cortados de una placa; van de diez a unos cientos de micrómetros. La luz pasa a través de la rendija de entrada y se dispersa en diferentes longitudes de onda y a diferentes ángulos, así únicamente una longitud seleccionada pasa a través de la rendija de salida.

Una rendija define la anchura de los picos del espectro, conocido como ancho de banda que es una longitud de la extensión total, ya sea de frecuencias o en el caso de los espectrofotómetros de longitudes de onda, donde se concentra la mayor potencia de la señal de salida. El ancho de banda depende de la amplitud de la propagación de la onda y así del ancho de la rendija. A una mayor anchura de rendija mayor será la intensidad espectral y el ancho de banda se mostrará como una gráfica más pronunciada, aunque la resolución del espectro se reduce.

2.4.3. Resolución del espectro

Cuando se trata el término de resolución, se puede dar referencia de dos términos distintos; uno es el poder de resolución que depende del instrumento y el otro es la resolución del espectro. En otras palabras, la resolución espectral se refiere a la separación de las longitudes de onda del espectro y el poder de resolución es la capacidad de un instrumento para separar longitudes de onda.

Este aspecto depende, sobre todo, de la calidad del instrumento, si este separa mejor las líneas espectrales tiene un poder de resolución mayor, pero un espectro mejor resuelto tiene un valor menor para su resolución.

2.4.4. Fuentes de radiación

La radiación electromagnética que se utiliza para el análisis instrumental se concentra en el intervalo desde la resonancia magnético nuclear hasta la radiación gamma; una fuente de radiación debe de ser capaz de irradiar gran parte del espectro electromagnético.

Las fuentes de radiación continuas son las que pueden emitir un amplio intervalo de longitudes de onda, por otro lado, las fuentes que producen radiación en un estrecho intervalo se les llama fuentes de línea.

Para que una fuente sea aceptable para el uso en el espectrofotómetro, y aplicarla a estudios analíticos e instrumentales; esta debe de generar un haz de luz radiante suficiente para que se detecte y se mida con facilidad, así también, debe de ser estable durante el período de uso.

Actualmente las fuentes más usadas son las de tipo laser, esto se debe a su alta intensidad para la emisión y su estrecha anchura de banda, aunque no son capaces de barrer automáticamente un ancho intervalo de longitudes de onda. Para poder llevar a cabo la medición se utiliza un láser de longitud de onda sencilla para poder excitar las moléculas de la muestra, que previamente fue combinada con un reactivo, así existe una sintonización en un porcentaje específico las longitudes de onda.

- La región ultravioleta de 190 a 320 nm: lámparas de deuterio, xenón y mercurio. Para la espectrofotometría de absorción se requiere de lámpara de fuente continua, tal vez, de las más comunes es la lámpara de deuterio con un espectro dentro de la región uv mejor definido. Para medidas de fluorescencia es útil una lámpara de mayor intensidad y potencia, así, se pueden utilizar rellenas con xenón o vapor de mercurio a alta presión.
- La región visible de 320 a 750 nm: lámparas de filamento de tungsteno. La fuente más común de los espectrofotómetros en la región visible es una lámpara incandescente. Posee un espectro continuo del intervalo del ultravioleta al infrarrojo cercano.
- La región infrarroja de 2,5 a 50 μm : cuerpo incandescente de Nernst. En la región de infrarrojo lejano, el vidrio puede llegar a opacar la longitud de onda de esa región, por lo que es común utilizar un emisor de Nernst, que no es más que un cilindro de aproximadamente 1 milímetro de diámetro que contiene torio o circonio con filamentos de platino para crear el arco eléctrico.

Como la emisión de radiación emitida depende directamente del voltaje suministrado, por lo que este debe ser estable; los instrumentos deben de llevar incorporado un sistema de estabilización de corriente. Por otro lado, el calor que produce las fuentes puede constituir un problema, por lo que, con frecuencia los espectrofotómetros llevan instalado un ventilador al lado de la fuente para disipar el calor y proteger los demás componentes del instrumento.

Cabe resaltar que, debido a que el vidrio común puede llegar a absorber fuertemente a las longitudes de onda por debajo de los 350 nm, las fuentes de radiación en la región uv deben de utilizar ventanas de cuarzo, ver anexo 8.

Las medidas de la absorción de la radiación en la región ultravioleta y visible son relativas, es por eso que se debe de realizar una comparación continua entre la absorción de la muestra que se contiene en el analito con el de una referencia a cero que contenga las mismas especies y características que de la muestra. Con los instrumentos de haz sencillo, solamente un haz de radiación pasa a través de la muestra y llega al detector; la comparación de la muestra en cero se sustituye con la muestra en cada lectura lo que implica varios segundos entre cada medida.

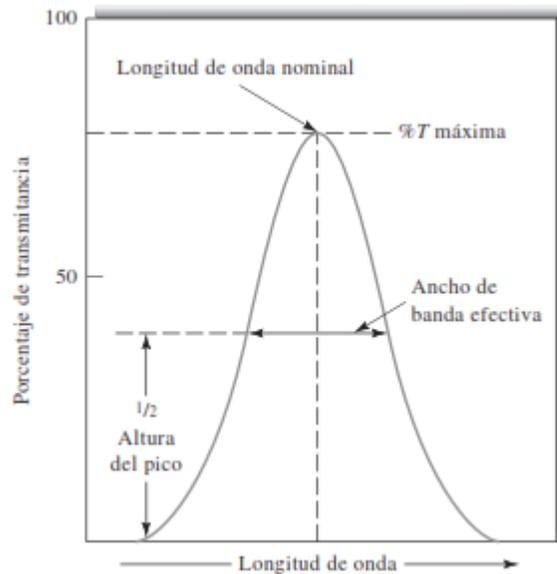
Cuando se requiera una medición más rápida donde la muestra se debe de analizar varias veces por segundo se utiliza un instrumento de doble haz; la radiación pasa alternativamente a través de la muestra y la referencia cero, esta rápida comparación ayuda a eliminar los errores de fluctuaciones en la fuente y el detector, elimina la inestabilidad electrónica y hace más preciso los resultados.

2.4.5. Selectores de longitud de onda

En la mayoría de los casos, para el análisis espectrofotométrico, se requiere de radiación de longitudes de ondas limitadas, angostas y continuas, para así, intensificar la sensibilidad de las mediciones.

Idealmente, un selector de longitud de onda es un filtro que tiene en su salida una sola longitud de onda o frecuencia. Esto no es real, no existe algún selector que se aproxime a este ideal; esto es causa de la existencia de los picos en las gráficas de longitud contra transmitancia. Hay dos tipos de selectores de longitud de onda: filtros y los ya descritos monocromadores.

Figura 25. **Gráfica de la salida de un selector de longitud de onda**



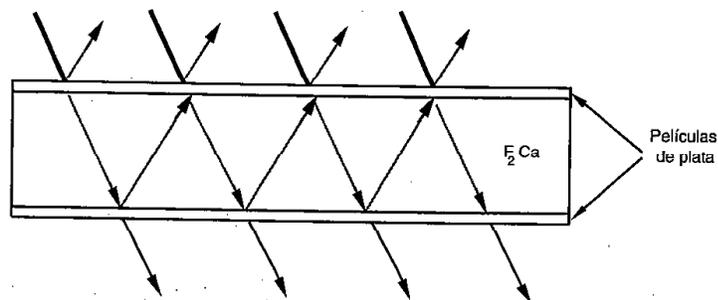
Fuente: SKOOG, Douglas. *Principios de análisis instrumental*. p. 176.

En la figura 25, entre más pequeño el ancho de banda más precisa se hace la medición. Se usan dos tipos de filtros para seleccionar una longitud de onda deseada, filtros de interferencia los cuales también son conocidos como interferómetro Fabry-Perot y los filtros de absorción.

- Filtros de interferencia: como así lo indica su nombre, estos dependen de la interferencia óptica para poder filtrar las angostas bandas de la radiación. Un filtro de interferencia es un cilindro dieléctrico transparente con fluoruro de calcio o magnesio que ocupa el espacio entre dos películas metálicas delgadas semitransparentes, a su vez, esta configuración se coloca entre dos capas de vidrio u otro material transparente. El espesor de dicha capa dieléctrica se controla con especial cuidado y se determina la longitud de onda de la radiación transmitida. Su funcionamiento es

sencillo, cuando un haz de luz choca contra este acomodo, solo una fracción atraviesa la primera capa metálica mientras que el resto se dispersa; la parte del haz de luz que logra atravesar la primera capa sufre un proceso similar en la segunda capa. Si la luz reflejada en la segunda capa metálica es de una longitud de onda requerida, este se refleja desde el lado interior de la primera capa que está en fase con la luz proveniente de la fuente que posee la misma longitud de onda, así esta se refuerza mientras que la demás radiación sufre una fase destructiva. Pueden ser de varios tipos: interferómetros de Fabry-Perot, cuñas de interferencia y filtros holográficos.

Figura 26. **Filtro de interferencia de fluoruro de calcio en películas de plata**



Fuente: HERNÁNDEZ, Lucas. *Introducción al análisis instrumental*. p. 67.

- Filtros de absorción: el mayor estímulo para el uso de los filtros de absorción es su bajo costo comparados con los filtros de interferencia. Su principal función es la de absorber porciones seleccionadas de radiación y son utilizados ampliamente para selecciones de banda en la región visible; su diseño general es el de un vidrio coloreado o con un colorante suspendido entre dos láminas de vidrio. Los anchos de banda de los filtros

de absorción varían desde los 30 a 250 nm. La mayor desventaja es que este tipo de filtros también absorben parte de la radiación requerida y podría tener un cambio en la transmitancia del 10 % o menos en sus picos de banda, aunque, esto puede ser corregido a través de otros diseños y configuraciones; los filtros de corte su transmitancia es del 100 % pero por un periodo de tiempo máximo hasta llegar a una transmitancia 0.

2.4.6. Recipientes para muestras

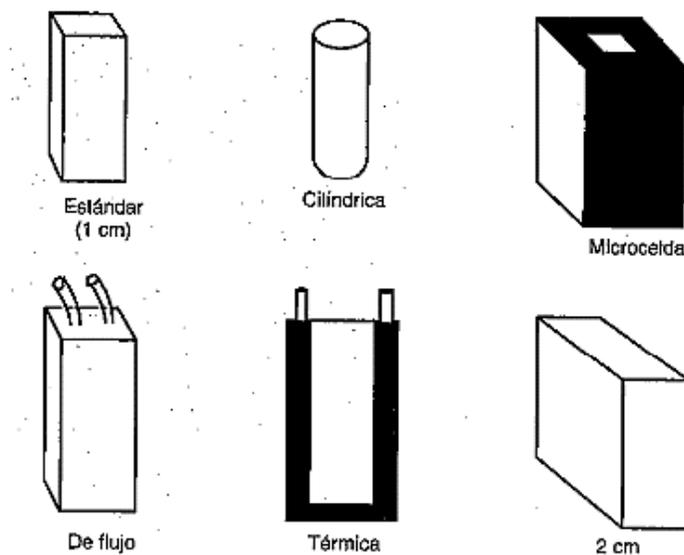
A excepción de la espectrofotometría de emisión, todos los métodos requieren de recipientes para contener la muestra objeto de estudio.

Los contenedores, conocidas también como celdas o cubetas, donde se colocará la muestra debe de ser de un material transparente a la radiación en la región del espectro que se requiera. El cuarzo o sílice fundidos son de amplia aplicación sobre todo en la región uv de 350 nm. Los recipientes plásticos o de silicato se usan en la región de 350 a 2 000 nm. El cloruro de sodio cristalino es el material más utilizado en la región infrarroja.

En algunos instrumentos de gama baja, se utilizan tubos de ensayo cilíndricos como recipientes para la muestra, es importante que estos tubos siempre se coloquen igual, por lo que es necesario marca los lados a una referencia de modo que la cara que da a la fuente de radiación siempre sea la misma.

Las celdas típicas para la región ultravioleta y visible poseen en promedio, un centímetro de paso óptico.

Figura 27. **Recipientes de muestra para espectrofotometría**



Fuente: HERNÁNDEZ, Lucas. *Introducción al análisis instrumental*. p. 71.

2.4.7. **Transductores de radiación**

El transductor o detector, es un dispositivo capaz de realizar la transformación o conversión de una señal de entrada, que puede ser presión, temperatura, nivel u otros, a una señal de salida, generalmente una señal eléctrica. Tiene la cualidad de convertir grandes señales de entrada a valores relativamente pequeños. En el caso de la espectrofotometría ultravioleta y visible, el transductor es un detector que convierte la energía radiante en una señal eléctrica.

Idealmente un detector debe poseer las características: sensibilidad elevada en la región espectral de interés, respuesta lineal, tiempo de respuesta rápido, ser aplicable en un amplio rango de longitudes de onda, elevada relación

señal/ruido y disponibilidad para amplificación. Aunque en la práctica realmente no existe un detector ideal, para ello se avalúan todos los factores anteriores y se selecciona el detector que mejor se adapte a la medición.

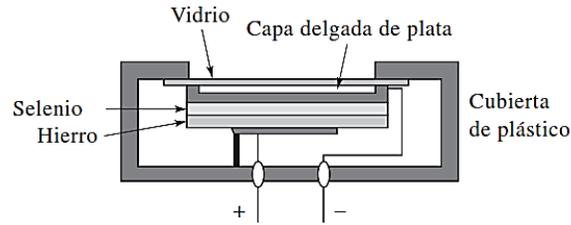
Para determinar una señal eléctrica ideal que produce un transductor ideal, este debe de ser directamente proporcional a la potencia radiante P , una señal de salida de corriente S y un factor k que representa la sensibilidad de calibración que en algunos textos es recomendado igual a 3. Matemáticamente es:

$$S = kP$$

Entre los detectores de mayor aplicación se encuentra: celdas fotovoltaicas, fototubos y tubos fotomultiplicadores.

- Celdas fotovoltaicas: constituidos por un electrodo positivo, generalmente hecho de hierro, sobre la que se deposita una fina capa de algún material semiconductor, como el selenio, y se le recubre con una capa muy fina de oro o plata que actúa como electrodo negativo. Cuando un haz de radiación electromagnética incide sobre la capa del semiconductor, se liberan electrones en las bandas de conducción haciendo que estos pasen desde la superficie del selenio hasta el electrodo negativo, así se produce un aumento en la conductividad que es proporcional al número de fotones que inciden sobre la superficie del semiconductor. Las celdas fotovoltaicas presentan un uso limitado en la región visible, su máxima sensibilidad se presenta hasta 550 nm, entre 350 y 750 nm su respuesta disminuye hasta un 10 %.

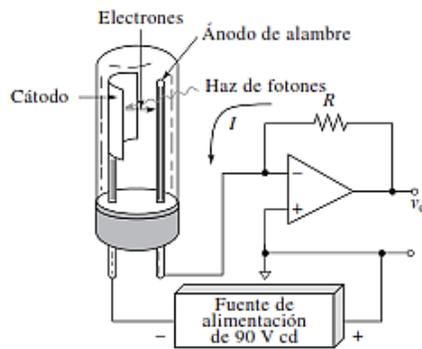
Figura 28. **Sección transversal de una celda fotovoltaica**



Fuente: SKOOG, Douglas. *Principios de análisis instrumental*. p. 192.

- **Fototubos:** se constituye por un cátodo semicilíndrico que se recubre internamente por un material fotosensible, y un ánodo en el interior de un recipiente al vacío. Cuando la radiación electromagnética incide sobre el cátodo produce una emisión de fotoelectrones con dirección al ánodo, donde se origina una corriente eléctrica que puede ser medible y proporcional a la incidencia de los fotones. Los fototubos son más sensibles que las celdas fotovoltaicas.

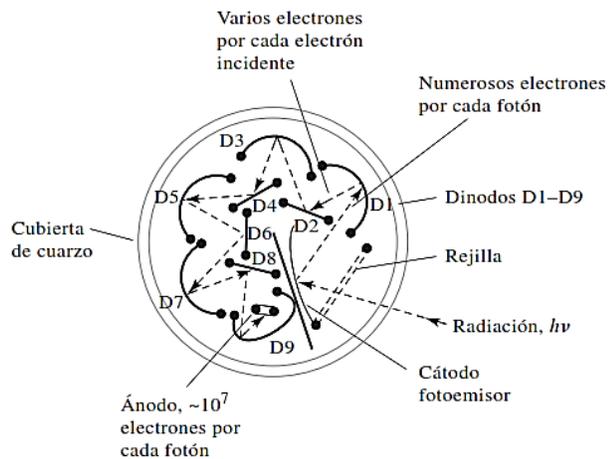
Figura 29. **Fototubo y sistema de lectura de amplificación**



Fuente: SKOOG, Douglas. *Principios de análisis instrumental*. p. 193.

- Tubos fotomultiplicadores: consisten en un cátodo fotosensible con una serie de electrodos, conocidos como dinodos, en el cual, cada uno de ellos está a un potencial menos negativo que el le precede. Un haz de radiación llega al cátodo provocando una emisión de electrones que son acelerados hasta el primer dinodo, luego, cada choque de cada fotoelectrón origina la emisión de otros electrones adicionales que son conducidos hacia el dinodo dos y así sucesivamente hasta llegar al último dinodo. La corriente producida en el proceso se recolecta en el ánodo, se amplifica electrónicamente y se mide. Generalmente, los fotomultiplicadores contienen entre 9 y 10 dinodos, de los cuales se originan entre 10^6 a 10^7 electrones por cada fotón.

Figura 30. **Sección transversal de un tubo fotomultiplicador**



Fuente: SKOOG, Douglas. *Principios de análisis instrumental*. p. 195.

2.4.8. Procesadores de señal y lectura

Un procesador de señal es un dispositivo electrónico capaz de amplificar una señal eléctrica proveniente de un transductor de radiación; pueden invertir corrientes, cambiar la fase de la señal y actuar como un filtro para remover las señales que no son requeridas. Adicional, debe de ser capaz de llevar a cabo operaciones matemáticas en la señal de entrada, tal como una transformada de Fourier y demás integraciones o conversiones de distintos algoritmos.

Existe una gran variedad de diseños para procesadores, se incluyen medidores digitales y análogos, registradores, tubos de rayos catódicos, paneles de pantallas de cristal líquido y las pantallas de computadoras.

En un detector, por ejemplo, un tubo fotomultiplicador, su salida se constituye básicamente de pulsos de electrones por cada fotón como una señal analógica. Esa señal debe de ser filtrada para eliminar las fluctuaciones indeseables que puede ser causa de algunos fotones erráticos. Si la intensidad de la radiación es muy baja para una relación señal/ruido exitosa la señal de debe de procesarse a través de eso pulsos, que resulta un método más ventajoso; tipo de medición que lleva por nombre conteo de fotones.

2.4.9. Tipos de instrumento ópticos

Existen varias clasificaciones y terminologías utilizadas para describir y diferenciar los tipos de instrumento ópticos. Cabe resaltar que es simplemente una nomenclatura común para distinguir los campos de aplicación donde mejor se adapten instrumentos, su diseño y base teórica siguen siendo muy similares.

El instrumento que normalmente se utiliza para hacer mediciones de transmitancia o absorbancia de muestra según una longitud de onda es el espectrofotómetro. Este es quizá, el instrumento más sofisticado, poseedor de un monocromador en lugar de filtros junto con sistemas de detección de alta confiabilidad y sensibilidad. Por otro lado, un fotómetro es un dispositivo que mide la intensidad de radiación, aplicado como un instrumento sencillo constituido por filtros para seleccionar una única longitud de onda de un fototubo para medir la intensidad de radiación.

El colorímetro es el instrumento óptico más simple, usa como detector el ojo humano para medir y calificar la absorción de color de una muestra problema con el de una muestra estándar; especialmente usado en la región visible.

El espectroscopio es el instrumento diseñado para detectar, de manera visual, líneas espectrales o líneas de emisión atómica, se usa exclusivamente para análisis cualitativo y para los elementos que posean líneas de emisión en la zona visible del espectro. Para registrar las líneas espectrales se utiliza el espectrógrafo.

El espectrómetro son los tipos de instrumentos que poseen sistemas de detección eléctricos; proporciona información sobre la intensidad de radiación en función de la longitud de onda o de frecuencia.

En conclusión, un espectrofotómetro es un tipo de espectrómetro capaz de medir las partículas que componen la luz, generalmente usado en las regiones visible, ultravioleta e infrarrojo.

2.5. Métodos complementarios para análisis en líquidos

El análisis de líquidos por métodos espectrofotométricos no es exclusivo, se presentan otros procedimientos muy bien desarrollados y de alta confiabilidad.

2.5.1. Otros métodos instrumentales

El método óptico de mayor aplicación para el análisis cualitativo se da en la región ultravioleta y visible, es en este rango en que la mayoría de los elementos metálicos pueden caracterizarse; aunque puede ser complemento por medio de otras técnicas. En resumen, los tres procedimientos de mayor interés son: ultravioleta-visible, fotoluminiscencia e infrarroja.

La fluorescencia y la fosforescencia son técnica de excitación donde se da la absorción de fotones, al ser métodos similares, generalmente se les nombra con el termino de fotoluminiscencia. Un tercer tipo de luminiscencia es la quimioluminiscencia que se basa en la radiación que emite una especie excitante que se forma a partir de una reacción química. La aplicación de estos tres métodos ayuda a facilitar la determinación cuantitativa de muestras, sobre todo en especies inorgánicas, aunque también es útil para un conjunto de especies orgánicas.

Uno de los aspectos más interesantes de los métodos luminiscentes es su inherente sensibilidad, con límites de detección que son casi siempre de uno a tres órdenes de magnitud inferiores a los encontrados en los métodos absorción. Para el caso de especies seleccionadas en condiciones controladas, se han detectado moléculas únicas mediante fluorescencia. Otra ventaja radica en sus amplios intervalos de linealidad, que también son a menudo significativamente mayores que los de los métodos de absorción.

La fotoluminiscencia es uno de los diversos mecanismos que posee una molécula para regresar a su estado basal, o estado no excitado, después de haber sido expuesta a radiación y absorber parte de ella. Todas las moléculas que son capaces de absorber radiación tienen el potencial de la fotoluminiscencia, pero no todos la manifiestan, ya que en la mayoría de los compuestos su estructura interna no permite trayectorias sin radiación para que dé lugar a una relajación a una velocidad mayor que la emisión de luz.

Existen diferentes tipos de instrumentos de fluorescencia, aplicados también a la fosforescencia. Si dos selectores de longitud de onda actúan como filtros, el instrumento se llama fluorómetro. Si ambos selectores son monocromadores, el instrumento se llama espectrofluorómetro. Algunos instrumentos son híbridos y utilizan un filtro de excitación junto con un monocromador de emisión. Los instrumentos para fluorescencia pueden incorporar un diseño de doble haz para compensar los cambios en la energía de la fuente de radiación con el tiempo y la longitud de onda. Los instrumentos que corrigen la distribución espectral de la fuente se denominan espectrofluorómetros corregidos.

Muchos instrumentos de fluorescencia tienen aditamentos, conocidos como fosforoscopios, que permiten que el mismo instrumento se utilice para mediciones de fosforescencia.

De forma general, los métodos luminiscentes se utilizan con menor frecuencia que los basados en la región ultravioleta y visible, debido a la cantidad de especies que absorben radiación en esa región son más que las especies que manifiestan fotoluminiscencia.

La espectrofotometría infrarroja es una técnica muy útil para poder identificar compuestos orgánicos e inorgánicos puros, puesto que, a excepción de las moléculas mononucleares como el dicloro, oxígeno o el dinitrógeno todos los elementos y moléculas absorben radiación infrarroja. Cada compuesto molecular posee una absorción del espectro infrarrojo única.

La espectrofotometría infrarroja es una técnica menos satisfactoria para el análisis cuantitativo que sus diferentes ultravioleta y visible, debido a la baja sensibilidad y a las frecuentes desviaciones a la ley de Beer. Además, las mediciones de absorbancia en la región infrarroja son considerablemente menos precisas.

Actualmente pueden hallarse tres tipos de instrumentos infrarrojos; espectrofotómetros dispersivos, espectrofotómetros de transformada de Fourier y fotómetros de filtro. Los dos primeros se utilizan para obtener espectros completos para una identificación cualitativa, mientras que los fotómetros de filtro están diseñados para aplicaciones cuantitativas. Los instrumentos de transformada de Fourier y los de filtro son instrumentos no dispersivos en el sentido en que ninguno de los dos utiliza una rendija, o prisma, para dispersar la radiación en sus longitudes de onda.

La espectrofotometría infrarroja ofrece el potencial para determinar un número inusualmente grande de sustancias porque casi todas las especies químicas moleculares absorben radiación infrarroja. La reciente proliferación de las regulaciones gubernamentales sobre los contaminantes atmosféricos ha demandado el desarrollo de métodos sensibles, rápidos y altamente específicos para una gran variedad de compuestos químicos. Los procedimientos de absorción en esta región parecen cumplir estos requerimientos mejor que cualquier otra herramienta analítica.

2.5.2. Introducción a los métodos electroanalíticos

Hay una gran variedad de métodos electroquímicos, a los cuales fácilmente podría dedicárseles un trabajo completo. A continuación, se exponen métodos experimentales que utilizan mediciones directas de las muestras, las cuales presenta ciertas ventajas sobre otros tipos de métodos.

Las mediciones electroquímicas son a menudo más específicas para un estado de oxidación de la muestra en particular de algún elemento, así se hace posible determinar la concentración de cada una de las especies de la muestra. Una segunda ventaja es su costo relativamente bajo en comparación con otros métodos para un mismo estudio.

Los métodos de análisis potenciométricos se basan en la medición del potencial de celdas electroquímicas sin el paso de alguna corriente apreciable. Desde el principio del siglo pasado, las técnicas potenciométricas han sido utilizadas para encontrar puntos finales en las valoraciones. Estos métodos están relativamente libres de interferencias y son un medio rápido, conveniente y no destructivo para determinar cuantitativamente numerosos aniones y cationes de importancia.

La potenciometría puede ser aplicada para medir el pH de muchos productos de consumo, los laboratorios clínicos determinan gases en sangre como indicadores importantes de muchas enfermedades, los efluentes municipales e industriales son monitoreados continuamente para determinar su pH y las concentraciones de contaminantes en ellos, y los oceanógrafos determinan el dióxido de carbono y otras variables relacionadas en el agua de mar.

El equipo para los métodos potenciométricos es sencillo y económico, e incluye un electrodo de referencia, un electrodo indicador y un aparato para medir el potencial.

En los métodos coulombimétricos se mide la cantidad de carga eléctrica requerida para convertir cuantitativamente una muestra de un analito a un estado de oxidación distinto. Los métodos coulombimétricos comparten la ventaja común de que la constante de proporcionalidad entre la cantidad medida y masa del analito se calcula a partir de constantes físicas conocidas con exactitud, lo cual elimina la necesidad de calibración con estándares químicos.

Los métodos coulombimétricos son tan exactos como los procedimientos convencionales y, además, son fáciles de automatizar.

El equipo necesario para una valoración coulombimétrica incluye una fuente de corriente constante de uno a varios cientos de miliamperes, una celda de valoración, un interruptor, un temporizador y un dispositivo para monitorear la corriente. Al mover el interruptor hacia la primera posición, el temporizador y la corriente en la celda de valoración inician de manera simultánea. Cuando el interruptor se mueve hacia la segunda posición, la electrólisis y el cronometraje son discontinuos. Sin embargo, con el interruptor en esta posición, la corriente continua fluye desde la fuente y pasa a través de un resistor, que tiene más o menos la misma resistencia eléctrica que la celda. Este arreglo asegura la operación continua de la fuente, ayudando, por lo tanto, a mantener una corriente constante.

El término voltametría se refiere a un grupo de métodos electroanalíticos en los cuales se recopila información acerca de la muestra al medir y la corriente eléctrica en una celda electroquímica en función del potencial aplicado. Esta

información se obtiene en condiciones que promueven la polarización de un pequeño indicador o electrodo de trabajo. Cuando se monitorea una corriente proporcional a la concentración del analito a un potencial fijo, la técnica se denomina amperometría.

Para intensificar la polarización, los electrodos de trabajo en voltametría y amperometría tienen superficies de trabajo de unos cuantos milímetros cuadrados cuando mucho y de apenas unos micrómetros cuadrados o menos en algunas aplicaciones. La voltametría es ampliamente usada para llevar a cabo estudios fundamentales sobre procesos de oxidación y reducción en varios medios, procesos de adsorción en superficies y mecanismos de transferencia de electrones en las superficies de electrodos modificados químicamente.

En la voltametría, la corriente que se desarrolla en una celda electroquímica se mide bajo condiciones de polarización por concentración, un electrodo polarizado es aquel al que se le ha aplicado un exceso de voltaje del que es necesario provocar para que ocurra una oxidación o reducción. En contraste, las mediciones potenciométricas se hacen a corrientes que se aproximan a cero, en las cuales la polarización es nula.

La voltametría difiere de la coulombimetría en que en esta última las mediciones se toman de tal manera que se minimizan o se compensan los efectos de la polarización por concentración. Sin embargo, en voltametría hay un consumo mínimo de analito, mientras que en la coulombimetría toda la muestra se convierte a otro estado.

Los componentes de un sencillo aparato para llevar a cabo mediciones voltamétricas; básicamente está constituido por tres electrodos sumergidos en una disolución que contiene al analito.

2.5.3. Introducción a los métodos cromatográficos

Las técnicas cromatográficas fueron desarrolladas originalmente por el botánico ruso M. S. Tswett como un método para la separación de pigmentos en vegetales coloreados, la Unión de Química Pura y Aplicada, IUPAC, define la cromatografía como un método utilizado para la separación de componentes de una muestra en la cual los componentes se distribuyen en dos fases, una estacionaria como sólido, líquido o gel; y la otra está en movimiento como el gas o líquido.¹⁴

El término de cromatografía se deriva de la palabra griega *Chroma*, color, y *Graphen*, escribir, como un sinónimo de que los pigmentos vegetales separados se ponen claramente de manifiesto como bandas coloreadas, sin embargo, también pueden separarse sustancias incoloras por el mismo procedimiento.

Esta técnica posee un campo de aplicación bastante amplio, se extiende desde las áreas de química y biología, así como los procesos industriales de control de calidad, investigación, análisis, medidas fisicoquímicas entre otros. Puede aplicarse desde escalas micro y macro siendo posible una separación de componentes diversos en azúcares, tierras raras, metales, productos farmacéuticos, entre otros.

Existen varios métodos que parten de la cromatografía diseñada por Tswett, atienden factores que están en estado físico de una fase móvil, estacionaria o soporte, conocido como método de columna o método plano; utilizando mecanismos de separación. Según la naturaleza de la fase móvil los métodos pueden ser líquidos y gaseosos.

¹⁴ GARY, Christian. *Química analítica*. p. 555.

Los métodos cromatográficos se pueden clasificar de dos maneras. La primera de ellas se basa en los medios físicos por medio de los cuales las fases estacionaria y móvil se ponen en contacto. En la cromatografía en columna, un tubo estrecho contiene la fase estacionaria a través de la cual la fase móvil se fuerza a pasar por presión. En la cromatografía en plano, la fase estacionaria se fija sobre una placa plana o en los intersticios de un papel; en este caso la fase móvil se desplaza a través de la fase estacionaria por capilaridad o por gravedad.

La clasificación principal de los métodos cromatográficos se basa en los tipos de fases móviles, estacionarias y en la clase de equilibrios involucrados en la transferencia de los solutos entre las fases. Las tres técnicas básicas son:

- Cromatografía de gases, CG
- Cromatografía de líquidos, CL
- Cromatografía de fluidos supercríticos, CFS

En general, la cromatografía ha llegado a ser el principal método para la separación de especies químicas estrechamente relacionadas entre sí. Además, se puede emplear para la identificación cualitativa y para la determinación cuantitativa de las especies separadas.

3. FASE DE INVESTIGACIÓN

3.1. Metodología

La metodología aquí desarrollada utiliza el procedimiento espectrofotométrico consistente en una determinación indirecta para la cuantificación de los metales en el agua. Para ello, se obtiene una absorbancia máxima que es directamente proporcional a la concentración, se utiliza una longitud de onda ideal para cada metal, según datos bibliográficos, las longitudes de onda son:

Tabla VII. Longitudes de onda seleccionadas para la medición

Elemento	Longitud de onda en nm
Aluminio	396,1
Cobre	324,7
Cromo hexavalente	357,9
Hierro total	510,0
Manganeso total	279,5

Fuente: elaboración propia, utilizando Microsoft Word.

El siguiente procedimiento es de aplicación general para los metales descritos en la tabla anterior, como ejemplo, se presentan los procesos matemáticos para la determinación de aluminio en el apéndice 1. Para la determinación de concentración del elemento en la muestra se utilizan curvas de calibración universales y repetibles; según datos bibliográficos, con el método de adición estándar a concentraciones conocidas, las curvas de calibración pueden verse en el anexo 1 al 5.

Debido a que se analizaron 5 metales, para la puesta en marcha para la validación se recopiló información bibliográfica sobre las curvas de calibración de cada metal en los diferentes métodos de análisis aplicables, así como de sus características y limitaciones, con el fin de contar con un procedimiento detallado para la realización de cada una de las curvas de calibración.

Para la cuantificación de la concentración del elemento, se utiliza la fórmula obtenida de la curva de calibración, sustituyendo valores de la ley de Beer. Se presenta un ejemplo para la cuantificación del aluminio en la sección de apéndices. Según esas relaciones, presentes en el anexo 1 al 5, las ecuaciones para determinar la concentración de cada metal son:

Tabla VIII. **Ecuación de concentración para cada metal**

Elemento	Fórmula
Aluminio	$C \text{ (mg/l)} = (\text{Abs} - 0,0124) / 3,371$
Cobre	$C \text{ (mg/l)} = (\text{Abs} - 0,0026) / 0,173$
Cromo hexavalente	$C \text{ (mg/l)} = (\text{Abs} - 0,0102) / 1,883$
Hierro total	$C \text{ (mg/l)} = (\text{Abs} - 0,0066) / 0,194$
Manganeso total	$C \text{ (mg/l)} = (\text{Abs} - 0,0198) / 0,102$

Fuente: elaboración propia, utilizando Microsoft Word.

3.1.1. Normas

Los límites máximos admisibles en la industria para los metales aluminio Al, cobre Cu, hierro Fe, cromo Cr y manganeso Mn son muy variados y dependen, sobre todo, de cada tipo de industria y de los estándares aplicados en cada proceso.

Sin embargo, hay valores muy bien definidos que establecen las características que definen una calidad adecuada, destinada al consumo humano para alimentación y uso doméstico. Cabe resaltar que aquí se excluyen todo tipo de aguas purificadas envasadas y aguas carbonatadas.

3.1.1.1. APHA

La Asociación Americana de Salud Pública, APHA por sus siglas en inglés, es una organización profesional y científica fundada en el año de 1872, con su actual sede en Washington, DC. Esta se define a sí misma como un ente que vela por la salud de todas las personas y todas las comunidades, así como la capacidad de influir en las políticas para mejorar la salud pública.¹⁵

Esta organización ha publicado métodos normalizados aplicados para el análisis de agua, con una primera edición desde el año 1905; con mejoras respecto a los métodos y rangos más precisos en la evaluación y control de la calidad del agua. A continuación, se presentan las últimas actualizaciones en relación con los métodos y técnicas recomendadas por esta entidad.

- El aluminio, Al, representa el 8,1 % de la corteza de la tierra, como consecuencia en arroyos se puede encontrar concentraciones de 400 µg/l y en aguas subterráneas menores a 0,1 µg/l; es los Estados Unidos el promedio de concentración en agua para beber es de 54 µg/l. El aluminio es un metal no esencial para la vida, las concentraciones excedentes arriba de 1,5 mg/l son consideradas tóxicas y a los niveles menores que 200 µg/l presentan un riesgo mínimo. Los métodos espectrofotométricos de absorción y de plasma inductivo son los preferidos para detecciones

¹⁵ APHA. <https://apha.org/>. Consulta: octubre de 2021.

del aluminio en líquidos, ya que están exentos de interferencias ha fluoruros y fosfatos.

- La abundancia de cobre, Cu, en la corteza de la tierra es de 68 ppm; en arroyos y ríos el promedio de concentración es de 4 a 12 $\mu\text{g/l}$ y en aguas subterráneas puede llegar a ser menores que 0,1 mg/l. El cobre es el metal más utilizado en la industria detrás del hierro y el aluminio; las sales de cobre pueden ser utilizadas en sistemas de distribución de agua para controles biológicos y como catalizador para la oxidación del manganeso; es un elemento esencial para plantas y animales. El promedio aceptado de cobre en agua para beber es de 1,3 mg/l. El método espectrofotométrico de absorción y de plasma inductivos y el método de neocuproína son los preferidos al estar exentos de interferencias.
- El promedio de abundancia de cromo, Cr, en la corteza de la tierra es de 122 ppm, en arroyos y ríos el promedio esta entres 1 $\mu\text{g/l}$ y en agua subterráneas generalmente es de 100 $\mu\text{g/l}$; encontrándose en estados trivalentes como en estados hexavalentes. El cromo es no esencial para la vida, en estado hexavalente puede ser cancerígeno y corrosivo para la piel; la máxima concentración en agua para beber es de 100 $\mu\text{g/l}$. Se utiliza el método colorimétrico para determinar las concentraciones de cromo hexavalente en líquidos en el rango de 100 a 1 000 $\mu\text{g/l}$; en estados de cromo total, estados hexavalentes y trivalentes, a concentraciones entre 0,5 y 5 000 $\mu\text{g/l}$ puede aplicarse el método espectrofotométrico de absorción atómica.
- El promedio de abundancia del hierro, Fe, en la corteza terrestre es igual a 6,22 %; las aguas superficiales pueden contener hierro cerca de 0,7 mg/l y en aguas subterráneas los contienen en el rango de 0,1 a 10 mg/l. El

promedio acepado de hierro en agua para beber es de 0,3 mg/l. Los límites de detección y sensibilidad para el procedimiento espectrofotométrico de absorción atómica, el método de plasma inductivo y el procedimiento colorimétrico, son similares y en general adecuados para el análisis de aguas naturales o tratadas.

- El manganeso, Mn, existe en la corteza terrestre a una concentración promedio de 1 060 ppm, las aguas superficiales pueden contenerlo en concentraciones de 7 µg/l y aguas subterráneas las concentraciones son menores que 0,1 mg/l. Aunque el manganeso se encuentra en las aguas subterráneas en la forma iónica divalente soluble, debido a la ausencia de oxígeno, parte o todo el manganeso de una instalación de tratamiento de agua puede aparecer en un estado de valencia superior; la determinación del manganeso total no diferencia entre los diversos estados de valencia. El consenso sobre el máximo de manganeso permisible es de 50 µg/l en agua para beber.

Respecto a la toma de muestras y almacenamientos, APHA recomienda:

- Si únicamente se trata de determinar el cromo disuelto en el líquido, se recomienda filtrar la muestra a través de un filtro de membrana de 0,45 µm en el momento de su toma. Si lo que se desea es el contenido de cromo total, acidúlese la muestra sin filtrar hasta pH < 2 en el momento de tomarla. Refrigerar la muestra a menos de 6 °C.
- El ion de cobre tiende a ser absorbido en la superficie de los recipientes para muestras, por lo tanto, se debe de analizar la muestra lo antes posible después de su toma. En caso de almacenamiento, se debe de usar 0,5 ml de cloruro de hidrogeno por 100 ml de muestra, para prevenir la absorción.

- Para las muestras de hierro, limpiar con ácido el recipiente de la muestra y lavar con agua destilada. Se considera que el hierro disuelto puede pasar a través de un filtro de membrana de 0,45 μm , pero puede quedar incluido el hierro coloidal o hierro reactivo. El hierro de las muestras de agua de pozo o del grifo puede variar en concentración y forma con la duración y el grado de afluencia antes y durante la toma de muestra. Cuando se tome una porción de muestra para determinar el hierro en suspensión, sacúdase la botella de la muestra vigorosamente y con frecuencia para obtener una suspensión uniforme del hierro precipitado. Para obtener una determinación precisa del hierro total, utilícese un recipiente separado para la toma de la muestra. Trátase con ácido en el momento de la toma para disolver el hierro y evitar la absorción o depósito sobre las paredes del recipiente de muestra.
- El manganeso puede estar en una forma soluble en agua neutra al principio de tomar la muestra, pero se oxida a un grado de oxidación más alto y precipita o llega a ser adsorbido por las paredes del recipiente. Se debe de determinar el manganeso enseguida de tomar la muestra. Si es necesario el atraso de la medición, se acidula la muestra empleando con ácido nítrico HNO_3 hasta obtener un pH menor a 2.

De manera general, el tratamiento preliminar de las muestras que contienen partículas o materia orgánica que pueden afectar los resultados debe de ser considerado como un control de calidad. Se debe de incluir todos los metales combinados orgánica o inorgánicamente, tanto disueltos como en partículas.

Las muestras incoloras, transparentes, principalmente agua potable, con una turbidez menor a la unidad nefelométrica de turbidez, inodoras, y de una sola

fase, pueden analizarse directamente por espectroscopia de absorción atómica o espectroscopia de plasma de acoplamiento inductivo para metales en total.

Para analizar los metales disueltos, fíltrese la muestra, acidúlese el filtrado y analícese directamente. Para determinar los metales suspendidos, fíltrese la muestra, realícese una digestión del filtro y del material sobre el filtro y analícese. Para determinar los metales extraíbles con ácido, se extraen los metales y después y se analiza el extracto.

3.1.1.2. COGUANOR NTG 29001

La entidad guatemalteca encargada del control y la creación de normas y estándares técnicos para la certificación de procesos y productos es la Comisión Guatemalteca de Normas COGUANOR.¹⁶ Este organismo nacional se creó el 5 de mayo de 1962 por medio del decreto No. 1523 del Congreso de la República. Nace con la misión de contribuir a mejorar la competitividad de las empresas nacionales y elevar la calidad de los productos y servicios de dichas empresas.

Constituido por un consejo nacional de normalización integrado por representantes de los distintos sectores industriales, gubernamentales y universidades del país; quienes detallan las funciones más importantes de la entidad como la promoción de las normas a nivel nacional, aplicar programas de normalización anual, revisar e introducir normas que justifiquen un proceso, así como la elaboración de reglamentos técnicos.

Así también, funciona como un organismo de certificación con sistemas de gestión de la calidad, sistemas de gestión ambiental, productos y personal.

¹⁶ Comisión Guatemalteca de Normas. *COGUANOR NTG 29001 agua para consumo humano, especificaciones*. Guatemala: COGUANOR, 2013. 12 p.

El estudio que establece los valores de las características que definen la calidad del agua apta para consumo humano se presentan en la norma COGUANOR NTG 29001 Agua para consumo humano, especificaciones. Relacionado con los métodos normalizados de La Asociación Americana de Salud Pública y las versiones más recientes de las normas ISO 5667 1 al 9, ISO 9695 beta total e ISO 9696 alfa total.

Tabla IX. **Rangos estandarizados en la norma COGUANOR NTG 29001**

Sustancia	Máximo aceptable, mg/l	Máximo permisible mg/l
Aluminio	0,05	0,10
Cobre	0,05	1,50
Cromo hexavalente	No define	0,05
Hierro total	0,30	No define
Manganeso total	0,10	0,40

Fuente: Comisión Guatemalteca de Normas COGUANOR.
COGUANOR NTG 29001 agua para consumo humano, especificaciones.

3.1.1.3. Parámetros de calidad del agua

La Agencia de Protección Ambiental, EPA por sus siglas en inglés,¹⁷ es un organismo ejecutivo independiente del gobierno federal de Irlanda destinada a la protección de los recursos ambientales. Nacida el año 1993, la agencia realiza evaluaciones, investigaciones y educación ambiental a nivel mundial; es el organismo más importante de Irlanda respecto a la responsabilidad de mantener, promover y hace cumplir los estándares nacionales bajo leyes ambientales.

¹⁷ EPA. <https://www.epa.ie/>. Consulta: octubre de 2021.

Como ente regulador, posee una legislación interna respecto al aire, agua, suelos, especies en peligro de extinción y residuos peligrosos. Desde el año de 2001 maneja un acta respecto a la calidad del agua, la cual va acompañada de normas y estándares técnicos descritos en la guía titulada como parámetros de calidad del agua, interpretación y estándares, la cual, con el objetivo de complementar este trabajo, para agua destinada a consumo humano se resume en la siguiente tabla.

Tabla X. **Rangos estandarizados por EPA**

Elemento	Valor guía en mg/l	Valor máximo obligatorio mg/l
Aluminio	No aplica	0,20
Cobre	No aplica	2,00
Cromo hexavalente	No aplica	0,05
Hierro	No aplica	0,20
Manganeso	No aplica	0,05

Fuente: Agencia de Protección Ambiental, EPA.
Parámetros de calidad del agua.

3.2. Recursos

Los recursos utilizados responden a las consideraciones del personal especializado, así como de los trabajos previos a este, según las referencias consultadas. Para la ejecución de este trabajo, estimando la mejor calidad posible en las mediciones y resultados, se requirió de diversos equipos electrónicos, químicos, físicos y papelería en general.

3.2.1. Humanos

El trabajo fue elaborado bajo la completa supervisión de personal docente especializado en investigación y desarrollo.

- Asesor - supervisor – docente
- Estudiante tesista

3.2.2. Físicos

Los recursos físicos, incluido el equipo, químicos y manuales, pertenecen a la institución educativa descrita.

- Equipo de oficina: computadora, manuales y libros, cuadernos, impresora y utensilios en general.
- Instalaciones: Universidad de San Carlos de Guatemala, Laboratorio de Unidad de Investigación de la Escuela de Ingeniería Mecánica, salón 302 edificio T7.

3.2.3. Materiales

Para el método desarrollado, se precisó de cristalería para laboratorio, equipo de protección personal y utensilios para limpieza.

- 2 cubetas de vidrio-cuarzo de 10 milímetros
- 1 pipeta para agua destilada

- 1 pipeta para agua de muestra
- 1 probeta de 10 ml
- Recipiente para muestra
- Recipiente para desechos líquidos
- Bolsa de papel para desechos sólidos
- 1 paño para limpieza de aparatos oculares
- Guantes de látex
- Agua destilada
- Agua desmineralizada
- Paños para limpieza general

3.2.4. Instrumentación

El equipo para medir absorbancia consta de un espectrofotómetro perteneciente a la institución educativa ya descrita.

- Espectrofotómetro VW-R Uv 1600 PC

Tabla XI. **Atributos del espectrofotómetro VW-R Uv 1600 PC**

Categoría	Especificación
Sistema óptico	Único haz
Memoria externa interface	USB
Lampara	Deuterio D2; tungsteno
Rango de onda	190 a 1 100 nm
Ancho de banda	4 nm
Precisión de longitud de onda	± 5 nm
Intervalos de escaneo de longitud de onda	0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5 nm, controlada por computadora
Luz dispersada	± 0,05 % T @ 220 nm & 360 nm
Rango fotométrico	0 a 200 % T; -0,3 a 3.0 Abs; 0-9 999 C
Precisión fotométrica	± 0,5 % T; 0,005 Abs
Estabilidad	0,002 Abs/h @ 500 nm
Memoria interna	200 resultados
Peso	14 kg
Dimensiones en milímetros	490x360x240
Monitor	Matriz LCD de 128x64 puntos

Fuente: VWR International. <http://www.vwr.com>.

Consulta: julio de 2021.

3.2.5. Reactivos

Los reactivos son parte de los materiales químicos utilizados para lograr la precipitación de los metales analizados y proceder a la medición de absorbancia.

- Set de 3 reactivos en polvo para aluminio: reactivo AluVer 3, reactivo de ácido ascórbico y reactivo *bleaching* 3.
- Reactivo en polvo para cromo hexavalente: reactivo ChromaVer 3.

- Reactivo en polvo para cobre: reactivo Cu1 F10 Vario.
- Reactivo en polvo para hierro: reactivo Ferro F10 Vario.
- Set de 2 reactivos en polvo para manganeso: reactivo de citrato en polvo y reactivo de periodato de sodio.

3.3. Procedimiento

A continuación, se describe el método validado para la detección y cuantificación de aluminio, cobre, cromo, hierro y manganeso presentes en muestras representativas de agua para uso general.

3.3.1. Consideraciones previas

Se requiere tomar en cuenta algunos parámetros, con el objetivo de precisar las mediciones y mejorar la confiabilidad de los resultados.

- Al encender el instrumento, este requiere de 20 minutos para su autocomprobación y calentamiento; ayudara a dar una mejor precisión a las mediciones.
- Las cubetas para muestras, pipetas, probetas y el recipiente para muestra requieren de un vigoroso lavado con agua desmineralizada y enjuague con agua destilada antes y después de cada una de las mediciones.
- Limpiar y desinfectarse las manos antes y después de la práctica, así también como el lugar de trabajo.

3.3.2. Comprobación de la calibración del instrumento

Para determinar el nivel de calibración del espectrofotómetro y con el objetivo de lograr una mayor calidad y precisión en los resultados; se debe de verificar, a diferentes longitudes de onda, el estado de absorbancia de una muestra de agua destilada.

Como se presenta en la tabla XII; para agua destilada la medición de absorbancia para cada longitud de onda fue cero; se concluye que el espectrofotómetro garantiza una correcta calibración.

Tabla XII. **Comprobación de la calibración del espectrofotómetro**

No. de medición	Longitud de onda en nm	Absorbancia
1	260	0
2	280	0
3	300	0
4	320	0
5	340	0
6	360	0
7	380	0
8	400	0
9	450	0
10	550	0

Fuente: elaboración propia, utilizando Microsoft Word.

3.3.3. Preparación de muestras para medición

El siguiente método fue de la misma forma aplicado para cada medición de cada metal seleccionado.

- Lavar los materiales con agua desmineralizada y limpiar con agua destilada para su esterilización.
- Para la toma de muestras, se dejó correr el agua del grifo por al menos dos minutos antes del muestreo, se muestreo justo antes de realizar la medición de absorbancia.
- En el menú principal del espectrofotómetro, con ayuda de los cursores, se selecciona la opción *PHOTOMETRY*, presionar *ENTER*.
- Presionar la tecla *SET* y buscar la opción de absorbancia *ABS*, presionar *ENTER* y después *RETURN*.
- Con ayuda de la pipeta para agua de muestras, llenar en su totalidad la cubeta de cuarzo.
- En cada cubeta de muestra, se debe asegurar que no existan interferencias entre el haz de luz y la muestra como rayones, manchas, burbujas, entre otros.
- Limpiar la cubeta de la muestra y colocarla en el portador de cubetas del espectrofotómetro, cuidando que coincida con el camino del haz de luz; cuidar que sea el lado claro de la cubeta y no el lado opaco.
- Cerrar la tapa del portador de cubetas y presionar la tecla *GOTO λ* e introducir el valor de la longitud de onda, presionar *ENTER* para confirmar.

- Presionar la tecla *ZERO*, esto ajustara la absorbancia a un valor igual a 0 para la muestra, para así detectar el metal precipitado por el reactivo.
- Levantar la tapa de portador de cubetas y retirar la muestra, cerrar la tapa.
- Colocar la segunda cubeta de la muestra con el reactivo preparado; ver sección 3.3.3.1 a 3.3.3.5.
- Asegurarse que no existan interferencias entre el haz de luz y la muestra tal como rayones, manchas, burbujas, y demás.
- Limpiar la cubeta de la muestra y colocarla en el portador de cubetas del espectrofotómetro, cuidando que coincida con el camino del haz de luz.
- Cerrar la tapa del portador de cubetas.
- Presionar la tecla *START*.
- Esperar hasta que el valor de la absorbancia se estabilice.
- Presionar de nuevo la tecla *START* para crear una tabla de resultados.
- Se mostrarán los resultados en la pantalla.
- Lavar los materiales con agua desmineralizada y después enjuagar con agua destilada.

3.3.3.1. Reactivo para aluminio

Para el método aluminón 8012 de la marca Hach Company.

- Llenar un recipiente previamente esterilizado hasta 50 ml y añadir el contenido de un sobre de ácido ascórbico; agitar hasta disolver el polvo.
- En el mismo recipiente, añadir el contenido de un sobre de reactivo aluminio AluVer 3; agitar hasta disolver el polvo.
- Llenar una probeta previamente esterilizado hasta 10 ml con la mezcla anterior y añadir el contenido de un sobre de reactivo *bleaching 3*; agitar hasta disolver el polvo por al menos 30 segundos.
- Esperar un período de reacción de 15 minutos.
- Con el reactivo ya preparado, llenar una cubeta de muestra para proceder con la medición de absorbancia.

3.3.3.2. Reactivo para cobre

Para el método cobre bicinchoninat M153 de la marca Lovibond.

- Llenar una probeta previamente esterilizado hasta 10 ml y añadir el contenido de un sobre de reactivo Vario Cu F10; agitar hasta disolver el polvo.
- Esperar 2 minutos de reacción.

- Con el reactivo ya preparado, llenar una cubeta de muestra para proceder con la medición de absorbancia.

3.3.3.3. Reactivo para cromo hexavalente

Para el método difenil carbohidracida 8023 de la marca Hach Company.

- Llenar una probeta previamente esterilizada hasta 10 ml y añadir el contenido de un sobre de reactivo ChromaVer 3; agitar hasta disolver el polvo.
- Esperar un periodo de reacción de 5 minutos.
- Con el reactivo ya preparado, llenar una cubeta de muestra para proceder con la medición de absorbancia.

3.3.3.4. Reactivo para hierro total

Para el método 1,10 fenantrolina M221 de la marca Lovibond.

- Llenar una probeta previamente esterilizado hasta 10 ml y añadir el contenido de un sobre de reactivo FerroVer; agitar hasta disolver el polvo.
- Esperar un periodo de reacción de 3 minutos.
- Con el reactivo ya preparado, llenar una cubeta de muestra para proceder con la medición de absorbancia.

3.3.3.5. Reactivo para manganeso total

Para el método de oxidación por periodato 8034 de la marca Hach Company.

- Llenar una probeta previamente esterilizado hasta 10 ml y añadir el contenido de un sobre de reactivo de citrato en polvo; agitar hasta disolver el polvo.
- A la misma probeta, añadir el contenido de un sobre de reactivo de periodato de sodio; agitar hasta disolver el polvo.
- Esperar un periodo de reacción de 2 minutos.
- Con el reactivo ya preparado, llenar una cubeta de muestra para proceder con la medición de absorbancia.

3.4. Resultados

Las siguientes tablas presentan los resultados del método aplicado al agua de grifo de la escuela de Ingeniería Mecánica. La tabla XIII presenta las mediciones de absorbancia del metal seleccionado; cada medición se ejecutó siguiendo los pasos anteriormente descritos, así también, se presenta el promedio de las absorbancias y las desviaciones de las mediciones.

En la tabla XIV se presentan la cuantificación de la concentración de metales contenido dentro de una muestra representativa de agua de la red de distribución, agua de grifo. Para la construcción de la tabla, se sustituyó el valor de la absorbancia media en su ecuación correspondiente según la tabla VIII.

Los cálculos realizados para la construcción de las tablas se presentan en la sección de apéndices. El proceso se realizó a una temperatura ambiente de 24 °C.

Cabe resaltar que, dado que no hay normativas sobre especificaciones de agua de grifo, los resultados fueron comparados con las especificaciones de agua para consumo humano.

Tabla XIII. **Resultados de absorbancia para los metales seleccionados**

Elemento	$\lambda \pm 5 \text{ nm}$	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Abs prom. $\pm \sigma$	CV %
Al	396,1	0,051	0,052	0,055	0,053 \pm 0.002	3,774
Cu	324,8	0,041	0,044	0,047	0,044 \pm 0.003	6,818
Cr VI	357,9	0,163	0,178	0,177	0,173 \pm 0.008	4,624
Fe	510,0	0,009	0,010	0,011	0,010 \pm 0.001	10,00
Mn	279,5	--	--	--	--	--

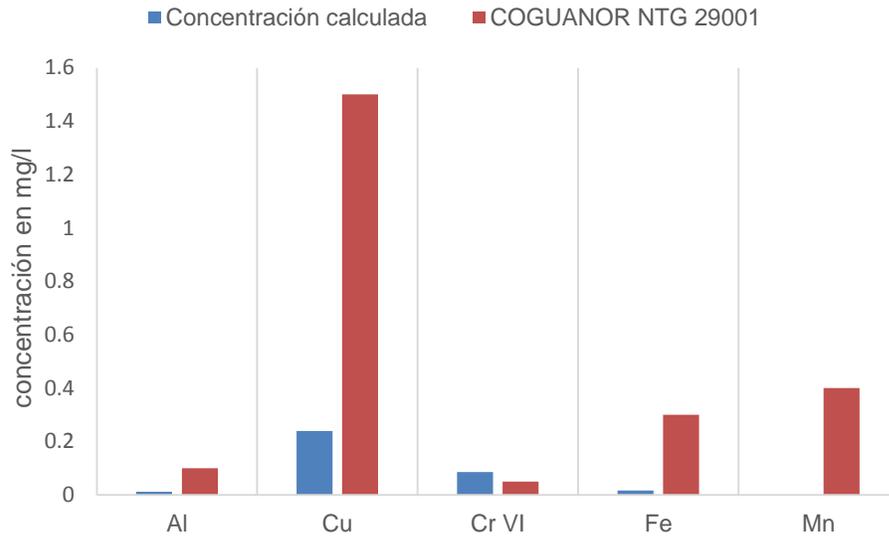
Fuente: elaboración propia, utilizando Microsoft Word.

Tabla XIV. **Concentraciones calculadas y sus limitaciones**

Elemento	mg/l		
	Concentración calculada	COGUANOR NTG 29001	EPA
Al	0,012	0,100	0,200
Cu	0,239	1,500	2,000
Cr VI	0,086	0,050	0,050
Fe	0,017	0,300	0,200
Mn	--	0,400	0,050

Fuente: elaboración propia, utilizando Microsoft Word.

Figura 31. **Cotejo de datos calculados vs referencia**



Fuente: elaboración propia, utilizando Microsoft Word.

La tabla XV muestra los resultados de la medición de exactitud respecto a las desviaciones que existen entre la concentración máxima permisible según la norma COGUANOR NTG 29001 y la concentración calculada; la muestra de cálculo para análisis de error se muestra en el apéndice 3.

Tabla XV. **Porcentaje de desviación respecto a COGUNOR NTG 29001**

Elemento	% error
Al	88
Cu	84
Cr VI	72
Fe	94
Mn	--

Fuente: elaboración propia, utilizando Microsoft Word.

3.5. Discusión de resultados

Se llevó a cabo una validación del método aquí descrito que demuestra, de una forma esquematizada, como se detecta, cuantifica y caracteriza los metales y muchos otros elementos de tipo orgánico o inorgánico, que pudieran estar contenidos en el agua; con alcance sobre agua residual, agua potable, agua de grifo, agua de lluvia, agua tratada y demás.

Dado que dentro de los edificios de la Facultad de Ingeniería existen filtros para agua con fines de uso humano, con el objetivo de ejecutar un ensayo que fuera rápido y de aplicación general; se eligieron muestras representativas de la red de distribución de agua, así como de los pozos de alimentación, seleccionando alícuotas de agua de grifo usados para lavado de manos y otras prácticas comunes.

Se utilizó agua de grifo, sin filtrar, dejando correr el agua por al menos 2 minutos y tomando la muestra justo antes de la medición para evitar al máximo la contaminación del recipiente y del ambiente. Es necesario destacar que, estos resultados obtenidos del análisis realizado al agua de grifo fueron comparados con sus semejantes más cercanos, especificaciones para agua potable, en consecuencia, los límites y el análisis estadístico son solo una idea general de la aplicabilidad de este método.

Para cada metal, la elección de la longitud de onda fue fundamentada en datos bibliográficos, ver anexo 1 a 5; a excepción del hierro, esto debido a que en la longitud de onda que ahí se describe, igual a 248,3 nm, no se encontraron elementos absorbentes; caso similar al de manganeso que es explicado más adelante. Aunque la elección puede variar a criterio del investigador.

Para cada metal se realizaron tres mediciones de absorbancias, cada una independiente de la otra, quiere decir que, por cada medición realizada, 15 en total, se siguieron los pasos descritos en la sección 3.3. Los resultados de la tabla XIII concuerdan correctamente con una desviación no mayor a 0,8 % de la media; las cuales son mediciones precisas.

Según lo examinado, los elementos que están bajo el límite permisible de los estándares por COGUANOR NTG 29001, son el aluminio Al, cobre Cu y hierro Fe; la diferencia entre estos valores, respectivamente son: 0,088 mg/l; 1,261 mg/l y 0,283 mg/l; muy por debajo de los máximos permisibles y consecuentemente son parámetros aceptables.

La desviación de estos metales respecto a su media tampoco varía mucho, apenas en un 0,2 % para aluminio, 0,3 % para cobre y 0,01 % para hierro, la linealidad de estos datos se considera idónea. Esto es confirmado por el coeficiente de variación, ya que al tener un valor próximo a 0, se indica poca variabilidad de los datos, dicho de otra manera, se tiene homogeneidad en todas las mediciones, y así, un instrumento preciso. Por lo cual estas ganan confiabilidad.

Se detectó que el cromo hexavalente sobrepasa por 3 centésimas al límite aceptable en agua potable descritas por la norma. La tabla XIV muestra un resultado de 0,086 mg/l de Cr VI contra un máximo cuya presencia en el agua es significativa para la salud humana, igual al 0,050 mg/l Cr VI; se midió un exceso de cromo VI de 0,036 mg/l.

Aunque esto no debe ser motivo de alarma, recordando que las cuantificaciones aquí realizadas no son específicas de agua para consumo humano, no se toman en cuantas interferencias y no se fabrican los barridos

espectrales. Si no más bien, todos los resultados presentados en este trabajo deben ser objeto de control y de análisis de otros métodos o técnicas por medio de otros investigadores, con tal de precisar el resultado.

La desviación del cromo VI respecto a la media es igual a 0,8 % y su coeficiente de variación es el segundo más cercano a cero, 4,624 %. Las mediciones de absorbancias para el cromo, y para los demás metales estudiados, son satisfactorias.

La tabla XIII no muestra resultados de absorbancia para análisis de manganeso debido a que no pudo ser detectado a la longitud de onda seleccionada; un examen sobre el ensayo indica dos casos: que no existe la presencia de dicho metal en la muestra, al contrario, las moléculas de manganeso que estén contenidas en la muestra solo son excitadas a distintas longitudes de onda o están en distintos estados de oxidación.

Se apoya el segundo caso dado dos evidencias: la primera de estas es que, debido a lo especificado en el manual de fabricante del reactivo para manganeso total, se describe claramente que al preparar la muestra como lo describe la sección 3.3.3.5, en la presencia de manganeso se debería formar un color púrpura, el cual no se obtuvo como se muestra en el apéndice 9. La segunda evidencia está relacionada con el cobre Cu; como lo describe el método 3500-Cu de la American Public Health Association, APHA, el cobre es utilizado para catalizar la oxidación del manganeso, recordando que se detectó la presencia de este metal en las muestras. Dado esas dos evidencias, no es prudente afirmar la ausencia de manganeso en las muestras, es preciso ejecutar otros métodos y técnicas relacionados sobre todo con los distintos estados de oxidación del manganeso. Aunque se puede aseverar que el manganeso total no es medible en para estas muestras.

En relación a lo anterior, para futuras referencias es necesario determinar el grado de permutación de la presencia de estos metales y demás elementos para las distintas épocas del año, dado que los resultados pueden variar según las condiciones climatológicas o geológicas. El control de calidad de agua es un trabajo incesante.

Las interferencias que pudiesen haber afectado los resultados son pocas; como la calibración del espectrofotómetro fue satisfactoria no se consideran las interferencias de tipo instrumental. La acidez y alcalinidades mayores a 300 mg/l y 1 000 mg/l de carbonato de calcio, fluoruros y polifosfatos deben ser controlados en todos los niveles para la medición de aluminio. Un pH excesivo en las muestras para cromo hexavalentes afecta los reactivos, de manera general se recomienda un valor de pH alrededor de 2.

Los metales presentes pueden ser interferencias para la medición de otros metales. El hierro, mayor a 20 mg/l, afecta la medición de aluminio; el hierro y vanadio, superiores a 1 mg/l, afecta la medición de cromo hexavalente; la dureza, aluminio y hierro producen resultados inferiores en la medición del cobre; hierro, mayor a 5 mg/l, y otros elementos como calcio y cloruros, superiores a 700 mg/l, afectan la medición del manganeso; el iridio puede afectar las mediciones de hierro. Según lo descrito, las interferencias producidas por los 5 metales aquí estudiados están muy por debajo de los niveles a controlar y por lo tanto son insignificantes, no obstante, para los demás elementos no estudiados es preciso ejecutar otro tipo de medición y análisis.

Para determinar el nivel de exactitud de los resultados calculados de las concentraciones, respecto a los estándares establecidos, se realizó un análisis de error mostrado en la tabla XV. Según los resultados obtenidos, las desviaciones son: 88 % debajo de la límite permisible para aluminio, 84 % debajo

del límite permisible para cobre, 72 % arriba del límite permisible para cromo VI, 94 % debajo del límite permisible para hierro y sin valor medible para manganeso. Según los porcentajes, las diferencias entre los resultados, respecto a la norma COGUANOR, son: 0,088 mg/l de Al, 1,261 mg/l de Cu, 0,036 mg/l de Cr VI, 0,283 mg/l de Fe y sin datos para manganeso; datos comparados en la gráfica de la figura 31. Los límites de detección y cuantificación no fueron considerados dado que no se realizaron curvas de calibración.

Cabe resaltar que, con fines analíticos se evaluó una concentración, aunque realmente lo que se mide son el número de moléculas absorbentes en esa específica longitud de onda, por lo tanto, este método no cuantifica el total de las moléculas de cada metal contenidas en la muestra, sino que cuantifica únicamente los elementos absorbentes a esa longitud de onda; cada experimentador es libre de usar la longitud de onda que considere conveniente, aunque es la experiencia de los ensayos pasados que dicta las máximas absorbancias para cada elemento.

Considerando lo anterior, para mejorar la calidad de los resultados se realiza un barrido espectral, en el cual se construye una gráfica de absorbancia vs longitud de onda de la muestra de interés analítico; según el barrido, se obtiene la longitud de onda a la mayor absorbancia medida en la cual la mayoría de las moléculas de la especie absorbentes son excitadas. Con ese dato, se construyen la curva de calibración y se realiza la medición.

Dado que es un trabajo puramente químico, el proceso está fuera del alcance de este trabajo, debido a eso, las longitudes de onda aquí usadas se seleccionaron cuidadosamente de investigaciones relacionadas y que aplicaron los mismos métodos y técnicas aquí consideradas.

En cuanto a los de más parámetros, refiriéndose sobre todo a la transmitancia y la absorptividad, son de menor interés analítico a menos que se requieran específicamente. Como la transmitancia describe la potencia del haz de luz, esta solo interesa en aplicaciones físicas o puramente matemáticas. La absorptividad es un parámetro de mucha variabilidad, aunque es sencillo obtenerlo, dado que la pendiente de la curva de calibración representa el producto de este con el ancho de la cubeta para muestra.

El espectrofotómetro VWR Uv 1600 PC, aunque es un instrumento con algunas limitaciones, sobre todo el no poder calcular directamente la concentración, no restringe resultados eficaces y confiables. Las especificaciones de la tabla XI son del todo satisfactorias en relación a la precisión.

Con el método desarrollado y evaluado se comprueba que, a pesar de su relativa simpleza, el equipo puede aplicarse a un sinfín de muestra acuosa para la detección y cuantificación de los elementos que la componen. Resaltando que el método uv-vis es ideal para el control de calidad de distintos tipos de agua según parámetros establecidos.

En conclusión, el método aquí desarrollado debe de considerarse como una primera medida para el control de la calidad del agua. Se presenta como un ensayo rápido y de confiabilidad para controlar patrones y detectar parámetros que estén fuera de los límites aceptables dictados por alguna institución.

4. APLICACIONES ACADÉMICAS

4.1. Metodología

Con este método se pretende acondicionar al futuro profesional con la técnica de análisis instrumental basado en la absorción y detección de radiación electromagnética; a través del estudio teórico y práctico en ensayos representativos a sistemas de calidad reales en el ámbito laboral. Con este método, el estudiante podrá:

- Fortalecer su formación académica y su perfil profesional.
- Obtendrá la capacidad resolutive de problemas relacionados con la salud humana y la contaminación.
- Podrá fortalecer los sistemas de calidad de las instituciones donde desempeñe su labor.

Los estudiantes conocerán el método espectrofotométrico de absorción atómica y algunos otros de uso común. Conocerán las formas de como la luz y la materia interactúan entre sí y las zonas del espectro y su utilidad en la vida cotidiana; conocerán la variada aplicación relacionada con esta técnica, que depende de la energía de radiación, las transiciones que son provocadas y en consecuencia las diferentes formas que puede ser aplicada esta tecnología.

Cabe resaltar que el objetivo de esta enseñanza es el conocimiento de la utilidad de los métodos instrumentales ópticos aplicados a análisis de calidad, diagnóstico e identificación de contaminantes y estudio de materias prima entre otros; para que el estudiante pueda conocer la variedad de técnicas y así seleccionar la que mejor se adapte a sus necesidades.

El método para la evaluación de conocimientos será parte del segundo o tercer examen parcial, así como parte del examen final. Algunas sugerencias de evaluación para determinar la conexión de conocimientos de distintas áreas con este tema son:

- Abordar conceptos sobre estructura y propiedades de los metales.
- Recuperar los conceptos relacionados al análisis de onda como longitud y frecuencia, así también del espectro electromagnético y las ondas electromagnéticas.
- Construir un esquema sobre la base de la espectrofotometría y posteriormente distinguir los distintos tipos y aplicaciones.
- Realizar cálculos matemáticos relacionados con la ley de Lambert-Beer.
- Abordar temas puntuales sobre absorbancia y transmitancia.

Como parte de un curso teórico, es importante que los estudiantes experimenten un proceso activo de capacitación y aprendizaje, de los cual podría darse lo siguiente:

- Visitas técnicas guiadas en laboratorios o empresas que apliquen esta tecnología.
- Incitarlos a proponer trabajos de investigación o proyectos relacionados con el uso del espectrofotómetro.
- Utilizar software de análisis de espectrofotómetros.

4.2. Cursos relacionados

El método para la detección de metales y otros elementos de carácter orgánicos e inorgánicos contenidos en medios líquidos aplicando la espectrofotometría de absorción atómica, está relacionado con los siguientes cursos de la Escuela de Ingeniería Mecánica:

- Instrumentación mecánica, código 512: introducción a los conceptos teóricos respecto a los métodos y técnicas de instrumentación de aplicación industrial.
- Ciencia de los materiales, código 452: se desarrollan los conocimientos acerca de los campos de materiales metálicos, cerámicos, poliméricos y compuestos, estudiando sus características y aplicaciones y su utilidad en la industria.
- Mantenimientos de hospitales, código 511: asegurando la calidad de las instalaciones haciendo pruebas periódicas que podrían detectar daños internos dentro de los sistemas de distribución de agua.

- Plantas de vapor código 506: como un control de aguas de alimentación y lograr una correcta eficiencia en las calderas de vapor, ventiladores, chimeneas, equipos auxiliares, turbinas y condensadores.
- Metalurgia y metalografía, código 454: como aplicación en los ensayos no destructivos para cuantificar la presencia de los metales en una barra de acero u otro material.

4.3. Estructura teórico-práctico

El método como tal, debe de ser considerado como un tema perteneciente al curso seleccionado, el cual deberá incluir punteo tanto por el área teórica, por medio de evaluaciones, como por el área práctica.

Es importante que los estudiantes estén totalmente involucrados en la manipulación del instrumento, así como de los materiales y reactivos a utilizar para lograr una mejor comprensión sobre el tema. Así también, como parte de la enseñanza se requiere que los alumnos aprendan a trabajar en un ambiente laboral como parte de un equipo de trabajo, se propone la formación de grupos de 3 integrantes cuya finalidad es la cumplir con los dos índoles anteriores. De esta forma cada integrante estará totalmente implicado en el proceso de análisis de calidad, al mismo tiempo que desarrolla las habilidades grupales necesarias para logrará sobresalir en el mundo laboral.

La parte teórica será considerada como una unidad parte de la clase magistral; distribuida en 3 partes cuyos contenidos se propone a continuación:

Tabla XVI. **Sesiones teóricas para espectrofotometría**

Sesión 1	Sesión 2	Sesión 3
Introducción a los métodos instrumentales ópticos	Espectrofotometría	Diseño general del espectrofotómetro
Panorama histórico	Radiación electromagnética	Monocromador y policromador
Generalidades	Interacción de la materia con la luz	Anchura de banda y rendija
Errores y fuentes de ruido	Espectros de absorción y emisión	Fuentes de radiación
Clasificación de los métodos instrumentales ópticos	Absorbancia y transmitancia	Selectores de longitud de onda
Tipos de espectrofotómetros	Ley de Lambert-Beer	Recipientes para muestras
Repaso de longitud de onda y frecuencia	Curvas de calibración	Transductores y procesadores de señal

Fuente: elaboración propia, utilizando Microsoft Word.

La parte práctica no deberá ser considerada como un laboratorio, sino como un ensayo parte de la clase magistral; se distribuida en las sesiones requeridas con grupos constituidos idealmente por 3 estudiantes, como en el apéndice 4, cuyo contenido se basará en lo descrito en el capítulo 3 de este trabajo, se distribuirá de la siguiente manera:

- Cuidados y responsabilidades durante la práctica: la cual debe de incluir normas de conducta, responsabilidad hacia las instalaciones y los instrumentos, manipulación de desechos y otros.

- Primeros pasos con el espectrofotómetro: encendido del instrumento, manipulación de muestras y reactivos, estudio de manual y otros.
- Ensayo: descrito en el capítulo 3.
- Limpieza: debe de ser incluidos los instrumentos, el equipo y las instalaciones.

Adicionalmente, los alumnos deberán llevar a la práctica:

- Bata
- Calzado industrial
- Guantes de látex
- Lentes de protección
- Mascarilla
- Agua destilada
- Una Pipeta y una probeta por cada grupo

CONCLUSIONES

1. El método basado en la interacción de la luz con la materia, materializado en el espectrofotómetro para determinar elementos contenidos en el agua de carácter orgánico o inorgánico. Se estima como una metodología ejemplar para cuantificar la composición de las muestras que se estudien, cuyo alcance es de casi la totalidad de elementos metálicos y demás como lo pueden ser hidrocarburos, cromatóforos, nitratos y oxígeno; únicamente limitados por la precisión del instrumento. El amplio rango de la radiación ultravioleta y radiación visible es donde se encuentran las especies absorbentes de mayor interés.
2. La distribución equitativa y justa del agua en Guatemala está limitada o es insuficiente. La legislación devenga la responsabilidad y obligación a las municipalidades de suministrar agua potable de calidad a la población residente de su municipio; que, por problemas económicos, técnicos u omisión, no se ha logrado con éxito. Adicional al tema, no hay ninguna institución pública de carácter auténtico que garantice la sostenibilidad y el cuidado de los cuerpos de agua.
3. La contaminación del recurso hídrico es de los grandes problemas a los que actualmente se enfrenta la sociedad a nivel mundial, en parte por el olvido de las autoridades gubernamentales y en parte por las negligencias cometidas por la población en general. Es necesario la aplicación de métodos y técnicas efectivas para el tratamiento del agua.

4. La elección de los metales estudiados puede considerarse simbólico al examinar que entre los elementos más abundantes y utilizados están el aluminio, hierro y manganeso; el cobre de igual volumen de aplicación además de ser muy utilizado en la red de distribución de agua y el cromo hexavalente como un elemento tóxico carcinógeno confirmado.
5. Es posible detectar, cuantificar y diferenciar distintos elementos contenidos en el agua por medio de diversos métodos instrumentales ópticos, los cuales debe ser estimados y utilizados como complemento y no como métodos mutuamente excluyentes, además, como una medida de exactitud de los resultados.
6. Dado que hay una relación directamente proporcional entre la absorbancia medida y el elemento absorbente, fue posible cuantificar la concentración según la longitud de onda seleccionada, se pudo determinar absorbancias en el rango de 0,01 a 0,2 junto con el análisis de varianza y errores, coherente entre los límites de detección del instrumento; a través de curvas de calibración preparadas específicamente con la muestra y longitud de onda elegida. Por tanto, se considera que el método es eficaz para la detección de metales en el agua dado la precisión de los resultados.
7. Con el método desarrollado y validado se presta una referencia a seguir para la aplicación y desarrollo de demás trabajos con el instrumento; con alcance para estudiantes y docentes. Igualmente, se logró habilitar el espectrofotómetro VWR 1600 PC de la Unidad de Investigación de la Escuela de Ingeniería Mecánica y se demostró la utilidad de este equipo.

RECOMENDACIONES

1. Comprobar la calibración del espectrofotómetro por cada análisis a realizar, con el propósito de asegurar la precisión en los resultados medidos.
2. Elaborar un barrido espectral, según una absorbancia máxima para conocer una longitud de onda ideal única por cada muestra.
3. Realizar una curva de calibración propia de cada ensayo, muestra, y elemento objeto de estudio, según la longitud de onda seleccionada en el barrido espectral.
4. Filtrar la muestra de agua para eliminar los sedimentos o material orgánico que pueda afectar la medición; puede ser con un papel filtro de 0,45 μm .
5. Considerar el cambio en las concentraciones según la época del año, las características climáticas y la posición geográfica.
6. Almacenar las muestras bajo un control de pH para el aluminio menor a 2, para cromo y manganeso menor a 2, para cobre y hierro menor a 2. Se puede utilizar hidróxido de amonio para cobre y ácido nítrico para los demás.

7. Ajustar el pH de las muestras entre 3,5 a 4,5 para aluminio, entre 6 a 9 para cromo hexavalente, entre 4 a 5 para manganeso, entre 4 a 6 para cobre y entre 3 a 5 para hierro total.
8. Utilizar materiales cristalinos, preferiblemente de cuarzo-vidrio.
9. Evitar la contaminación de la muestra y la muestra preparada de otros ensayos previos, lavar las probetas y pipetas con ácido y enjuagar con agua destilada.

BIBLIOGRAFÍA

1. ARÉBALO, Graciela. *Evaluación de un método por espectroscopia uv-vis para la detección de contaminantes orgánicos en el agua*. Trabajo de graduación de Ing. Química. Facultad de Ingeniería, Universidad de San Carlos de Guatemala, 2006. 109 p.
2. ARGETA, Silvia. *Guía de normas y estándares técnicos aplicados al agua y saneamiento*. 1.^a ed. Guatemala: Fondo para el desarrollo de los ODM, 2010. 39 p.
3. AVNER, Sydney. *Introducción a la metalurgia física*. 2.^a ed. México: McGraw-Hill, 1988. 687 p.
4. Comisión Guatemalteca de Normas. *COGUANOR NTG 29001 agua para consumo humano, especificaciones*. Guatemala: COGUANOR, 2013. 12 p.
5. COTTON, Albert y WILKINSON, Geoffrey. *Química inorgánica avanzada*. 4.^a ed. México: Limusa-Wiley, 1990. 1670 p.
6. CREUS, Antonio. *Instrumentación industrial*. 8.^a ed. México: Alfaomega, 2011. 792 p.
7. Environmental Protection Agency. *Parameters of water quality*. 1.^a ed. Ireland: Environmental Protection Agency, 2001. 132 p.

8. GARCIA, Virginia y MELGAR, Ernesto. *Validación del método espectrofotométrico (3500 Fe-D) de la fenantrolina para determinación de hierro total en agua potable*. Trabajo de graduación de Lic. Química y Farmacia. Facultad de Química y Farmacia, Universidad de El Salvador, 2011. 86 p.
9. GARY, Christian. *Química analítica*. 6.^a ed. México: McGraw-Hill, 2009. 828 p.
10. Hach Company. *Manual de métodos*. [en línea]. <<https://www.hach.com/asset-get.download.jsa?id=7639984469>>. [Consulta: octubre de 2021].
11. HERNÁNDEZ, Lucas. *Introducción al análisis instrumental*. 1.^a ed. España: Ariel, 2002. 456 p.
12. KEMMER, Frank. *Manual del agua tomo I*. 1.^a ed. México: McGraw-Hill, 1989. 294 p.
13. LOPEZ, Brenda. *Determinación de la calidad del agua, su utilización para consumo humano, fines de riego y uso agroindustrial del pozo del centro experimental docente de agronómica (CEDA) USAC*. Trabajo de maestría en gestión ambiental. Facultad de agronomía, Universidad de San Carlos de Guatemala, 2010. 52 p.
14. Lovibond Water Testing. *Manual de métodos, procedimiento analítico para la investigación de agua y aguas residuales*. [en línea]. <<https://www.lovibond.com/en/content-download/2692/file/0038644>>

05_-_Manual_de_M%C3%A9todos_-_es.pdf>. [Consulta: octubre de 2021].

15. MACAS, Javier. *Validación de métodos analíticos para la determinación de cloro libre residual, cromo hexavalente, cromo total y nitritos en muestras de agua, en el centro de investigaciones y control ambiental "CICAM"*. Trabajo de graduación de Ing. Bioquímico. Facultad de Ciencias e Ingeniería en Alimentos, Universidad Técnica de Ambato, 2011. 233 p.
16. MONCADA, Ximena y SANCHEZ, Mónica. *Validación preliminar de la técnica de rotaevaporación como método para concentrar aluminio, selenio y hierro en agua potable y posterior determinación por espectrofotometría de absorción atómica de llama*. Trabajo de graduación de Microbiología Industrial. Facultad de Ciencias Básicas, Pontificia Universidad Javeriana, 2013. 51 p.
17. MONROY, Nancy. *Análisis de la situación jurídica actual de los recursos hídricos en la República de Guatemala y la necesidad de crear la ley de aguas y rectoría del recurso hídrico*. Trabajo de graduación de Lic. Ciencias Jurídicas. Facultad de Ciencias Jurídicas y Sociales, Universidad de San Carlos de Guatemala, 2011. 103 p.
18. PACHECO, José y TORRES, Beatriz. *Validación de un método analítico para la determinación de hierro (Fe) total y manganeso (Mn) en agua potable, natural y residual por espectroscopía de absorción atómica*. Trabajo de graduación de Ing. Química. Facultad de Ciencias Básicas, Universidad de Córdova, 2020. 79 p.

19. RAYNER-CANHAM, Geoff. *Química inorgánica descriptiva*. 2.^a ed. México: Pearson Educación, 2000. 624 p.
20. RUBINSON, Kenneth y RUBINSON, Judith. *Análisis instrumental*. 1.^a ed. España: Pearson Educación, 2001. 872 p.
21. SIERRA, Carlos. *Calidad del agua*. 1.^a ed. Colombia: Ediciones de la U, 2011. 460 p.
22. SKOOG, Douglas et al. *Fundamentos de química analítica*. 9.^a ed. México: Cengage Learning, 2015. 1090 p.
23. SKOOG, Douglas et al. *Principios de análisis instrumental*. 6.^a ed. México: Cengage Learning, 2008. 1063 p.
24. STELLMAN, Jeanne. *Enciclopedia de salud y seguridad en el trabajo volumen II*. 1.^a ed. España: Chantal Dufresne, 1998. 780 p.
25. Universidad Autónoma de México. *La tabla de los elementos*. 1.^a ed. México: La cabra ediciones, 2019. 286 p.
26. VEGA, Angela y VÉLEZ, Paulina. *Validación del método de determinación de cobre y zinc por espectroscopia de absorción atómica de llama en agua cruda y tratada para el laboratorio de análisis de aguas y alimentos de la universidad tecnológica de Pereira*. Trabajo de graduación de Tecnólogo en Química. Facultad de Tecnologías, Universidad Tecnológica de Pereira, 2011. 90 p.

APÉNDICES

Apéndice 1. **Muestra de cálculo para la concentración de los metales presentes en agua**

Para el cálculo de las concentraciones conocidas se utilizaron las ecuaciones de la tabla VIII obtenidas de las diferentes curvas de calibración del anexo 1 al 5. Como ejemplo, se presentan los cálculos para el aluminio. La ecuación para la concentración es:

$$C \text{ de Al (mg/l)} = (\text{Abs} - 0,0124) / 3,371$$

Donde C es la concentración en mg/l y Abs, adimensional, es la absorbancia. Tomando el valor de Abs promedio para el aluminio de la tabla XIII, y sustituyendo en la ecuación anterior:

$$C \text{ de Al (mg/l)} = (0,053 - 0,0124) / 3,371$$

$$C \text{ de Al (mg/l)} = 0,012$$

El resultado calculado de aluminio contenido en una muestra representativa de agua de grifo de la Escuela de Ingeniería Mecánica es igual a 0,012 mg/l.

Fuente: PIÑEROS, Ximena y SANCHEZ, Mónica. *Validación preliminar de la técnica de rotaevaporación como método para concentrar aluminio, selenio y hierro en agua potable y posterior determinación por espectrofotometría de absorción atómica de llama*. p. 31.

Apéndice 2. Cálculo estadístico

Para obtener información sobre la dispersión de los resultados directamente medidos respecto a la absorbancia media, se calculó la desviación estándar:

$$\sigma^2 = \frac{\sum_i^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}$$

Donde σ representa la desviación estándar, x_i las mediciones de absorbancia, \bar{x} la absorbancia media y n es el número de mediciones realizadas. Así, para el aluminio, la distribución de las mediciones de absorbancia es calculada de la siguiente forma:

$$\sigma^2 = \pm \frac{(0,051 - 0,053)^2 + (0,052 - 0,053)^2 + (0,055 - 0,053)^2}{3 - 1}$$

$$\sigma = \pm 0,002$$

Como complemento, para medir que tan homogéneos son los datos de absorbancia, se aplica el coeficiente de variación en forma de porcentaje CV %, su fórmula es:

$$\% CV = (\sigma / \bar{x}) * 100$$

Sustituyendo los datos de aluminio, el coeficiente de variación queda como:

$$\% CV = (0,002 / 0,053) * 100 = 3,774 \%$$

Fuente: RUBINSON, Kenneth. *Análisis instrumental*. p. 22.

Apéndice 3. **Cálculo de error**

Para determinar una medida de coherencia de la concentración calculada con los datos normalizados en COGUANOR NTG 29001, se calculó el error entre estos dos. La fórmula de error es:

$$\% \text{ error} = \frac{|V_A - V_E|}{V_A} * 100$$

Donde V_A es el valor aceptado o normalizado y V_E es el valor experimental o calculado. Sustituyendo los datos de la tabla XIV, para aluminio, el error es:

$$\% \text{ error} = \frac{|0,10 - 0,012|}{0,10} * 100$$

$$\% \text{ error} = 88$$

Fuente: SKOOG, Douglas. *Fundamentos de química analítica*. p. 86.

Apéndice 4. **Propuesta de hoja de control para práctica de espectrofotometría**

 <p>USAC TRICENTENARIA Universidad de San Carlos de Guatemala</p>	<p>PRÁCTICA DE ESPECTROFOTOMETRÍA</p>	 <p>ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA FACULTAD DE INGENIERÍA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA</p>
No. Práctica:		
Fecha y hora:		

Integrantes	No. Carné
1.	
2.	
3.	

Prueba de laboratorio					
Elemento para analizar:					
Longitud de onda seleccionada:					
Descripción de las condiciones de medición:					
Método aplicado:					
No.	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Abs Prom.	Desv. Est.
1					
2					
3					
4					
5					

Equipo	Material	Reactivo
Observaciones finales:		

Fuente: elaboración propia, utilizando Microsoft Word.

Apéndice 5. **Espectrofotómetro VWR Uv 1600 PC de la Escuela de Ingeniería Mecánica**



Fuente: salón de Unidad de Investigación, T-7, Facultad de Ingeniería.

Apéndice 6. **Materiales**



Continuación del apéndice 6.

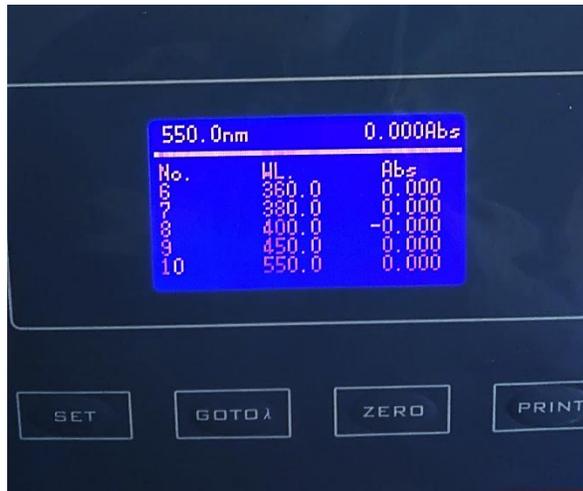


Fuente: salón de Unidad de Investigación, T-7, Facultad de Ingeniería.

Apéndice 7. **Muestra de calibración con agua destilada a distintas longitudes de onda**

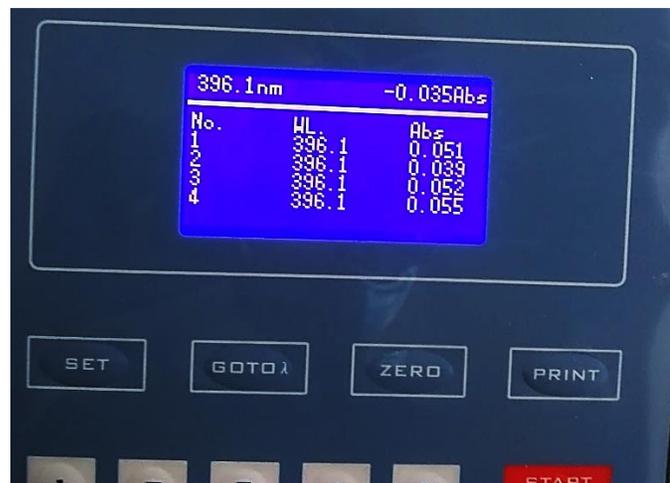


Continuación del apéndice 7.



Fuente: salón de Unidad de Investigación, T-7, Facultad de Ingeniería.

Apéndice 8. **Muestra de medición de absorbancia para aluminio a 396,1 nm**



Fuente: salón de Unidad de Investigación, T-7, Facultad de Ingeniería.

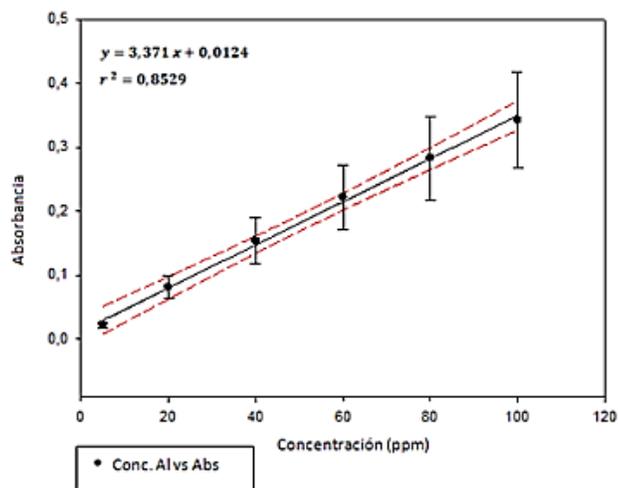
Apéndice 9. **Muestra preparada para manganeso**



Fuente: salón de Unidad de Investigación, T-7, Facultad de Ingeniería.

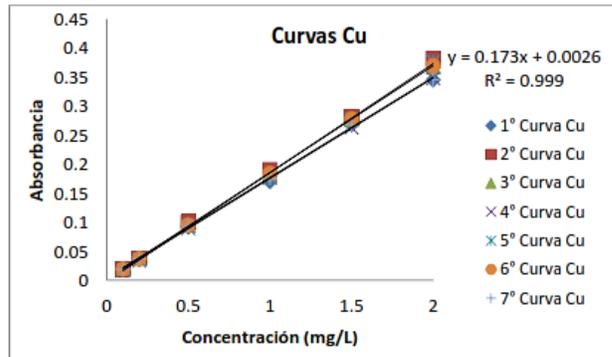
ANEXOS

Anexo 1. Curva de calibración para aluminio



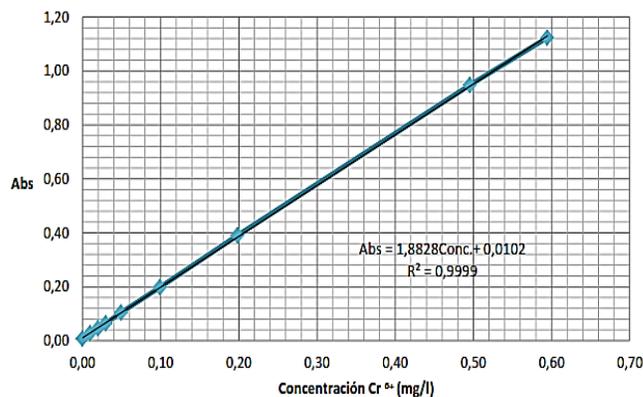
Fuente: MONCADA, Ximena y SANCHEZ, Mónica. *Validación preliminar de la técnica de rotaevaporación como método para concentrar aluminio, selenio y hierro en agua potable y posterior determinación por espectrofotometría de absorción atómica de llama.* p. 28.

Anexo 2. Curva de calibración para cobre



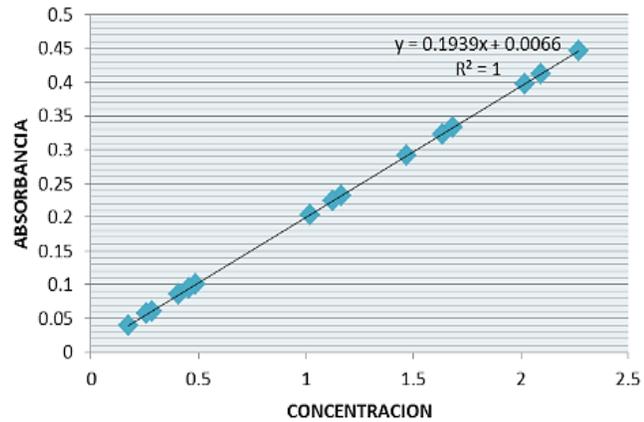
Fuente: VEGA, Angela y VÉLEZ, Paulina. *Validación del método de determinación de cobre y zinc por espectroscopia de absorción atómica de llama en agua cruda y tratada para el laboratorio de análisis de aguas y alimentos de la universidad tecnológica de Pereira*. p. 72.

Anexo 3. Curva de calibración para cromo hexavalente



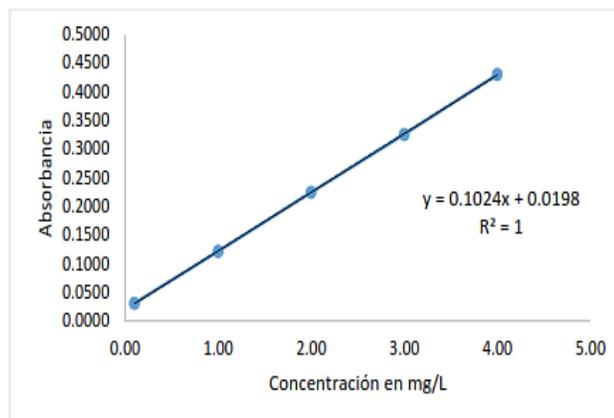
Fuente: MACAS, Anibal. *Validación de métodos analíticos para la determinación de cloro libre residual, cromo hexavalente, cromo total y nitritos en muestras de agua, en el centro de investigaciones y control ambiental "CICAM"*. p. 160.

Anexo 4. Curva de calibración para hierro total



Fuente: GARCIA, Virginia y MELGAR, Ernesto. *Validación del método espectrofotométrico (3500 fe d) de la fenantrolina para determinación de hierro total en agua potable.* p. 113.

Anexo 5. Curva de calibración para manganeso



Fuente: PACHECO, José y TORRES, Beatriz. *Validación de un método analítico para la determinación de hierro (Fe) total y manganeso (Mn) en agua potable, natural y residual por espectroscopía de absorción atómica.* p. 48.

Anexo 7. Materiales de construcción para distintos elementos del espectrofotómetro

Longitud de onda, nm	100	200	400	700	1000	2000	4000	7000	10 000	20 000	40 000																																																																																																																									
Región del espectro	RT	UV	Visible	IR cercano			IR			IR lejano																																																																																																																										
a) Materiales para celdas, ventanas, lentes y prismas	<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 10%;"></td> <td style="width: 10%;"></td> <td style="width: 10%;"></td> <td style="width: 10%;">Fluoruro de litio</td> <td style="width: 10%;"></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td>Sílice o cuarzo fundido</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td>Vidrio Corex</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td>Vidrio de silicato</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td>NaCl</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td>KBr</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td>TlBr o bien TlI</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td>ZnSe</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </table>															Fluoruro de litio												Sílice o cuarzo fundido												Vidrio Corex												Vidrio de silicato															NaCl																								KBr												TlBr o bien TlI																										ZnSe			
			Fluoruro de litio																																																																																																																																	
			Sílice o cuarzo fundido																																																																																																																																	
			Vidrio Corex																																																																																																																																	
			Vidrio de silicato																																																																																																																																	
						NaCl																																																																																																																														
						KBr																																																																																																																														
						TlBr o bien TlI																																																																																																																														
								ZnSe																																																																																																																												
b) Selectores de longitud de ondas	<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 10%;"></td> <td style="width: 10%;">Prisma de fluorita</td> <td style="width: 10%;"></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td>Sílice o cuarzo fundido</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td>Prisma de vidrio</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Continuo</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td>Prisma de NaCl</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td>Prisma de KBr</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td>3000 líneas/mm</td> <td></td> <td>Redes</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td>50 líneas/mm</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Discontinuo</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td>Cuña de interferencia</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td>Filtros de interferencia</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td>Filtros de vidrio</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </table>													Prisma de fluorita														Sílice o cuarzo fundido												Prisma de vidrio									Continuo							Prisma de NaCl															Prisma de KBr					3000 líneas/mm		Redes				50 líneas/mm			Discontinuo							Cuña de interferencia												Filtros de interferencia												Filtros de vidrio																
	Prisma de fluorita																																																																																																																																			
			Sílice o cuarzo fundido																																																																																																																																	
			Prisma de vidrio																																																																																																																																	
Continuo							Prisma de NaCl																																																																																																																													
										Prisma de KBr																																																																																																																										
			3000 líneas/mm		Redes				50 líneas/mm																																																																																																																											
Discontinuo							Cuña de interferencia																																																																																																																													
							Filtros de interferencia																																																																																																																													
							Filtros de vidrio																																																																																																																													

Fuente: SKOOG, Douglas. *Principios de análisis instrumental*. p. 166.

Anexo 8. Tipos de fuentes y detectores para espectrofotómetros

Longitud de onda, nm		100	200	400	700	1000	2000	4000	7000	10 000	20 000	40 000	
Región del espectro		RT	UV	Visible	IR cercano		IR				IR lejano		
(a) Fuentes	Continuo	Lámpara de Ar		Lámpara de Xe		Lámpara de H ₂ o de D ₂		Lámpara de tungsteno		Emisor de Nernst (ZrO ₂ + Y ₂ O ₃)		Alambre de níquel y cromo (Ni + Cr)	
										Globar (SiC)			
				Lámparas de cátodo hueco		Rayos láser							
	Líneas												
(b) Detectores	Detector de fotones	Placa fotográfica		Tubo fotomultiplicador		Fototubo		Fotocelda		Diodo de silicio		Detector de transferencia de carga	
										Fotoconductor			
										Termopar (voltaje) o bolómetro (resistencia)			
										Celda neumática de Golay			
										Celda piroeléctrica (capacitancia)			
	Detectores térmicos												

Fuente: SKOOG, Douglas. *Principios de análisis instrumental*. p. 167.