

## **Tema 9. El agua del Laboratorio. Tipos de agua a utilizar. Métodos de purificación del agua a emplear en el laboratorio.**

En el presente tema se expondrán la importancia del agua para el laboratorio. Seguidamente, se estudiarán las distintas impurezas presentes en el agua sin purificar, los distintos métodos de purificación y los distintos tipos de aguas purificadas clasificadas según criterios físico químicos.

### **9.1. Importancia del Agua en el Laboratorio**

El agua es una sustancia indispensable en cualquier laboratorio. Se utiliza como:

- Disolvente: para disolver muestras, preparar soluciones. El agua es considerada como un "disolvente universal".
- Transmisor del calor: como elemento transmisor del calor en baños termostáticos, refrigerantes, baños maría.
- Elemento de limpieza: en todo el material de laboratorio los últimos lavados son con agua sin tratar y el último lavado con agua destilada.
- Reactivo: en muchas reacciones actúa como reaccionante, como pueden ser las reacciones con los carburos.

Normalmente los equipos de purificación del agua utilizados en el laboratorio se abastecen del agua de red. La calidad y las características del agua potable sin purificar tienen una gran importancia en el régimen de purificación necesario. Por lo tanto, antes de recomendar un equipo de purificación de agua, debería asegurarse que los laboratorios tengan un buen conocimiento del suministro de agua local.

### **9.2. Impurezas en el agua sin purificar**

En estado puro es incolora e insípida; hierve a temperatura de 100°C cuando la presión a la que está sometida es de una atmósfera. Se solidifica a 0° C y también existe en la atmósfera en estado de vapor por lo que se puede decir que el agua existe en los tres estados de la materia: Líquido, Sólido y Gaseoso.

El agua en estado puro no existe y dependiendo de la fuente de donde provenga contiene un sin número de impurezas. Por ejemplo, las aguas minerales se obtienen por la erosión de rocas naturales al pasar el agua a través de ellas. Los minerales se disuelven, otorgando color, sabor y olor al agua.

Estas impurezas presentes en el agua se pueden clasificar en tres grandes grupos:

- Iónicas Disueltas (inorgánicos)
- No iónicas Insolubles (orgánicos, microorganismos, pirógenos, partículas)
- Gaseosas

En la Tabla 1. Se muestran las principales sustancias de esta clasificación.

Iónicas Disueltas		No iónicas Insolubles	Gaseosas
Cationes	Aniones		
Ca <sup>2+</sup>	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Turbidez	CO <sub>2</sub>
Mg <sup>2+</sup>	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	Color	H <sub>2</sub> S
Na <sup>+</sup>	OH <sup>-</sup>	Materia Orgánica	NH <sub>3</sub>
K <sup>+</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	SiO <sub>2</sub> coloidal	CH <sub>4</sub>
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	Cl <sup>-</sup>	Microorganismos	O <sub>2</sub>
Fe <sup>2+</sup>	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Bacterias	Cl <sub>2</sub>
Mn <sup>2+</sup>	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>		
	SiO <sub>4</sub>		
	Materia Orgánica		
	Color		

Tabla 1. Principales impurezas.

### 9.2.1. Partículas en suspensión.

La materia en suspensión del agua incluye cienos, desechos de cañerías y coloides. Las partículas coloidales (que pueden ser orgánicas e inorgánicas) no están realmente en solución o suspensión, y producen que el agua sea opaca o turbia. El grado de contaminación coloidal se puede determinar mediante una prueba de índice de contaminación o mediante turbidimetría.

En la prueba de índice de contaminación, el agua sin depurar se pasa por un filtro estándar y se mide el índice de taponamiento. Cuando mayor sea este índice, mayor será la cantidad de contaminación coloidal.

\*El método turbidimétrico determina el contenido total de sólidos suspendidos del agua sin depurar pasando un haz de luz a través del agua y midiendo la proporción de luz dispersada de las partículas suspendidas.

Las partículas suspendidas pueden contaminar las membranas de ósmosis inversa y bloquear las columnas analíticas de pequeño diámetro, así como interferir en el funcionamiento de las válvulas y medidores. Por esta razón, a menudo se utiliza un prefiltro de 10 a 20 micras como el primer componente de un sistema de purificación de agua con el fin de filtrar las partículas grandes. Las partículas de menor tamaño se pueden eliminar mediante ósmosis inversa, filtración submicrónica o ultrafiltración.

### 9.2.2. Compuestos inorgánicos disueltos.

Las sustancias inorgánicas en solución incluyen sales de dureza provenientes de estratos rocosos. Los bicarbonatos del calcio y magnesio producen una 'dureza provisional', mientras que los sulfatos y cloruros producen una 'dureza permanente'.

Las otras impurezas inorgánicas que hay en el agua incluyen:

- Dióxido de carbono, que se disuelve en el agua para producir ácido carbónico ácido débil,
- Sales de sodio,
- Silicatos filtrados de cuencas de río arenosas,
- Compuestos ferrosos y de hierro férrico derivados de minerales y de tubos de hierro oxidados,
- Cloruros de intrusión salina,
- Aluminio de productos químicos y minerales de dosificación,
- Fosfatos de detergentes,
- Nitratos de fertilizantes,

\*Medición de la cantidad de compuestos inorgánicos disueltos.

El valor de Sólidos Disueltos Totales es el residuo en partes por millón (ppm) obtenido por el método tradicional de evaporar una muestra de agua hasta la sequedad y calentarla a 180°C. Este residuo incluye coloides, compuestos orgánicos no volátiles y sales que son estables a esta temperatura. Con gran diferencia, la mayor proporción de los residuos son sales inorgánicas, y los Sólidos Disueltos Totales se utilizan como un indicador del nivel total de compuestos inorgánicos presentes en el agua de alimentación. Los Sólidos Disueltos Totales se pueden medir directamente o multiplicando la conductividad del agua  $\mu\text{S}/\text{cm}$  a 25°C por 0,7.

\*Medición de la conductividad y la resistividad.

La conductividad y resistividad eléctricas son parámetros utilizados frecuentemente para determinar la pureza relativa del agua. La conductividad se expresa en microSiemens por centímetro ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ ) y se utiliza como una medida de la calidad del agua sin depurar o de calidad primaria. La resistividad es lo recíproco de la conductividad, y se expresa como megohmios por centímetros ( $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ).

Las sales inorgánicas en solución se componen de cationes con carga positiva y aniones de carga negativa, y transmitirán una corriente eléctrica cuando se aplica en el agua un voltaje entre dos electrodos. Cuantos más iones haya presentes, mayor será la corriente y la conductividad y menor será la resistividad.

Valores de conductividad inferiores a 2  $\mu\text{S}/\text{cm}$  deben medirse en línea, ya que el agua de alta pureza absorbe rápidamente los contaminantes del entorno, en especial el dióxido de carbono. Como resultado, la conductividad aumenta.

La conductividad y la resistividad dependen de la temperatura. A 25°C, un agua totalmente pura tiene una resistividad de 18,2  $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$  (una conductividad de 0,055  $\mu\text{S}/\text{cm}$ ) debido a los iones hidrógeno e hidróxido presentes. Un aumento en la temperatura del agua producirá una mayor conductividad y una menor resistividad. Esto no debe interpretarse como un deterioro de la calidad del agua tratada. Si la temperatura aumenta un 1°C, la conductividad del agua de alimentación se incrementará alrededor del 2%, mientras que la del agua ultrapura aumentará hasta un 6%. La práctica normal es corregir todos los valores de conductividad y resistividad a 25°C. Esto se realiza automáticamente en medidores de conductividad más sofisticados, y es fundamental para realizar un trabajo preciso.

Resistividad ( $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ )	0,1	1,0	10,0	18,2
Conductividad ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )	10,0	1,0	0,1	0,055

Tabla 2. Relación entre resistividad y conductividad del agua.

\*Análisis de ultratrazas.

Aunque la resistividad ofrece una indicación excelente de la calidad iónica del agua de alta pureza, no proporciona suficiente información para determinadas aplicaciones críticas. En los casos en que los niveles de contaminantes individuales deben medirse en valores inferiores a unas partes por billón, la cromatografía iónica, la espectrofotometría de absorción atómica en horno de grafito y la espectrometría de masa de plasma de acoplamiento inductivo son las técnicas analíticas utilizadas.

\*pH

Es difícil medir el pH del agua ultrapura. El agua ultrapura no sólo capta contaminantes que afectan a su pH, sino que también tiene una baja conductancia, lo cual ocasiona una inestabilidad en la mayoría de medidores de pH a menos que estén específicamente diseñados para funcionar en agua ultrapura. Afortunadamente, debido a que la concentración de iones hidrógeno en agua afecta tanto al pH como a la resistividad, el pH debe estar entre determinados límites para una lectura determinada de resistividad. Por ejemplo, si la resistividad es de 10

MΩ.cm, el pH debe estar entre 6,6 y 7,6. El pH del agua ultrapura puede disminuir hasta 4,5, ya que absorbe dióxido de carbono de la atmósfera, pero esto no significa que el agua esté ahora muy contaminada; sólo una fracción de una ppm de CO<sub>2</sub> provocará una disminución del pH.

### 9.2.3 Compuestos orgánicos disueltos.

Las impurezas orgánicas en el agua se producen por la descomposición de la materia vegetal y de desechos agrícolas, industriales, domésticos y de fábricas de papel. Estos desechos incluyen detergentes, grasas, aceites, disolventes y residuos de pesticidas y herbicidas. Además, los compuestos orgánicos transportados por el agua pueden incluir compuestos filtrados de cañerías, depósitos y equipos de purificación.

Un sistema de purificación de agua también puede ser una fuente de impurezas, por lo que no sólo debe estar diseñado para eliminar los contaminantes del agua de alimentación, sino también para evitar la recontaminación del propio sistema.

#### \*Medición de la cantidad de compuestos orgánicos disueltos.

Las impurezas orgánicas presentes en las aguas sin depurar producen a menudo una coloración amarillenta-marrón y pueden ensuciar las resinas de intercambio iónico y contaminar el agua. El grado de contaminación orgánica se puede medir a través de la prueba de oxígeno absorbido con una solución de permanganato de potasio o a través de la prueba de demanda química de oxígeno. Sin embargo, cada vez más se utilizan los analizadores de carbono orgánico total por la facilidad en la interpretación de los resultados y por su sensibilidad en la detección de bajos niveles de compuestos orgánicos en las muestras de agua. El agua con un contenido muy bajo en carbono orgánico total (por debajo de 10 ppb) es de especial importancia para los usuarios de técnicas como cromatografía líquida de alto rendimiento, análisis de fluorescencia y cultivo de tejidos.

### 9.2.4. Microorganismos

Las aguas superficiales contienen una amplia variedad de microorganismos, e incluyen amebas, bacterias, paramecios, rotíferos, diatomeas y algas. Sin embargo, ya que la mayoría del agua de laboratorio proviene de plantas municipales de tratamiento de agua, y es tratada exhaustivamente para eliminar los microorganismos, los principales microorganismos de los que hay que preocuparse en los sistemas de purificación de agua son las bacterias. Un nivel típico de bacterias para un agua de alimentación de laboratorio es de diez unidades formadoras de colonias por mililitro (CFU/ml) o menos. Las bacterias se mantienen a estos niveles tan bajos gracias al uso de niveles residuales de cloro u otros desinfectantes. Una vez se eliminan los desinfectantes durante la purificación, las bacterias pueden desarrollarse. Las bacterias crecen rápidamente en los sistemas de agua ultrapura si no se instalan protecciones en la unidad.

Los retos que tiene que afrontar un sistema de purificación de agua son los siguientes:

- Eliminar las bacterias presentes en el agua de alimentación.
- Evitar que las bacterias entren en el sistema y lo vuelvan a contaminar.
- Inhibir el crecimiento de bacterias en el sistema.
- Garantizar que existe un mínimo de bacterias en el agua producida.

#### \*Formas de contrarrestar el crecimiento bacteriano en los sistemas de purificación de agua.

Las bacterias entrarán en un sistema de purificación de agua sin protección desde el agua de alimentación, desde cualquier abertura en el sistema o a través del punto de uso. Una vez en el sistema, las bacterias pueden segregar una sustancia polimérica viscosa que se adhiere a las superficies de los depósitos de almacenamiento, los cartuchos de desionización, las cañerías y las áreas ocultas, tales como el interior de válvulas.

Normalmente las bacterias se detectan y cuentan filtrando la muestra de agua a través de un filtro de 0,45 micras y cultivando el filtro y las bacterias en un medio adecuado durante varios días. El número de bacterias se registra en unidades formadoras de colonias por mililitro (CFU/ml). Las bacterias se pueden destruir con desinfectantes como peróxido de hidrógeno, hipoclorito y bisulfito. Sin embargo, cuando se destruyen las bacterias, sus secreciones poliméricas y los fragmentos celulares de lipopolisacáridos pueden permanecer y también pueden ocasionar problemas si no se eliminan.

Pirógeno es el nombre otorgado a los fragmentos celulares de las paredes celulares bacterianas, y significa que "produce fiebre". Cuando se inyecta agua con pirógenos en un mamífero, se produce un aumento de su temperatura. El agua de calidad farmacéutica debe ser apirogénica. También se ha visto que los pirógenos tienen efectos negativos en los experimentos con cultivos de tejidos.

Los pirógenos se detectaban antes inyectando la muestra de agua en conejos preparados especialmente, y controlando cualquier aumento de temperatura. Sin embargo, esta técnica ha sido reemplazada por la prueba LAL (Limulus Ameobocyte Lysate), una prueba sensible para la detección de niveles muy bajos de endotoxinas.

### 9.2.5 Gases disueltos

El oxígeno y el dióxido de carbono son los dos gases más frecuentes que se encuentran en las aguas naturales. El dióxido de carbono se comporta como un anión débil y se elimina mediante resinas de intercambio de aniones débiles. El oxígeno disuelto también se puede eliminar mediante desgasificación o mediante resinas de intercambio de aniones en la forma de sulfito, y el nivel de oxígeno disuelto en el agua de alimentación se puede comprobar con electrodos específicos de oxígeno.

## **9.3. Clasificación de calidad del agua**

Los requisitos de calidad o pureza se encuentran establecidos en base a diferentes normas o criterios, dependiendo de las instituciones u organismos internacionales que establecen las referencias, entre estas se encuentran:

- \*El International Organization for Standardization (ISO) (Organismo Internacional de Estandarización)
- \*La American Society for Testing and Materials (ASTM) (Sociedad Americana de Pruebas y Materiales)
- \*El National Committee for Clinical Laboratory Standards (NCCLS) (Comité Nacional para Normas de Laboratorios Clínicos)
- \*La farmacopea

Actualmente están definidos los diferentes niveles de pureza del agua en función de los parámetros físicos químicos, tales como conductividad eléctrica, resistividad, contenido de carbono, oxígeno o sílice.

### 9.3.1 Organismo Internacional para especificaciones de estandarización del agua para uso de laboratorio ISO 3696: 1987

Esta normativa contempla los siguientes tres niveles de calidad del agua:

#### Calidad 1

Agua fundamentalmente libre de contaminantes disueltos o iónicos coloidales y orgánicos. Esta agua es adecuada para los requisitos analíticos más exigentes, incluyendo los de la cromatografía líquida de alto rendimiento. Debe producirse mediante el tratamiento adicional del agua de calidad 2, por ejemplo mediante ósmosis inversa o intercambio iónico, seguido de filtración

a través de un filtro de membrana con un tamaño de poro de 0,2µm para eliminar las partículas o efectuar una redestilación desde un equipo de sílice fundida.

**Calidad 2**

Agua con muy bajo nivel de contaminantes inorgánicos, orgánicos o coloidales, y adecuada para fines analíticos sensibles, incluyendo espectrometría de absorción atómica, y para la determinación de constituyentes en cantidades de trazas. Se puede producir mediante destilación múltiple, intercambio iónico u ósmosis inversa, seguido de destilación.

**Calidad 3**

Agua adecuada para la mayoría de trabajos de química de laboratorio y para la preparación de soluciones de reactivos. Se puede producir mediante destilación única, intercambio iónico u ósmosis inversa. A menos que se especifique lo contrario, se debe utilizar para trabajos analíticos habituales.

<b>Parámetros Físicoquímicos</b>	<b>Grado 1</b>	<b>Grado 2</b>	<b>Grado 3</b>
Conductividad eléctrica valor máximo a 25 °C, µS/cm	0,1	1	5
Resistividad, MΩ	10	1	0,25
Absorbancia (UA a 254 nm)	0,001	0,01	--
Sílice Total valor máximo mg/L	0,01	0,02	1
pH	--	--	5,0 a 7,5

Tabla 3. Características físico químicas de cada tipo de agua ISO 3696: 1987.

**9.3.2 Sociedad Americana de Pruebas y Materiales (ASTM) D1193-91.**

Estas especificaciones contemplan los requisitos para el agua adecuada para utilizar en métodos de análisis químico y pruebas físicas. La elección de una de las calidades se determina por el método o el investigador.

**TIPO I**

Usada para procedimiento que requieren de máxima exactitud y precisión; tales como espectrometría atómica, fotometría de llama, enzimología, gas en la sangre, soluciones buffer de referencia y reconstitución de materiales liofilizados usados como estándares. El agua Tipo I, debe seleccionarse siempre que en la prueba sea esencial un nivel mínimo de componentes ionizados o cuando se preparan soluciones para análisis de rastreo de metales.

**TIPO II**

Recomendada para la mayoría de las pruebas analíticas y generales de laboratorio, tales como los análisis hematológicos, serológicos y microbiológicos; así como para métodos químicos en los que específicamente no se indique o se haya comprobado que requieren agua de calidad Tipo I. La ASTM especifica que el agua Tipo II sea preparada por destilación y como factor importante recomienda que esté siempre libre de impurezas orgánicas.

**TIPO III**

Satisfactoria para algunas pruebas generales de laboratorio; para la mayoría de los análisis cualitativos, tales como uroanálisis, procedimientos histológicos y parasitológicos; para el enjuague de muestras analíticas; preparación de soluciones de referencia; y para el lavado o en-

juague de cristalería (el enjuague final de la cristalería debe hacerse con el tipo de agua especificado para el procedimiento realizado).

TIPO IV

Agua con una conductividad final máxima de 5,0  $\mu\text{S}/\text{cm}$ . Sirve para la preparación de soluciones y para el lavado o enjuague de cristalería.

<i>Parámetro Fisicoquímico</i>	<i>Tipo I</i>	<i>Tipo II</i>	<i>Tipo III</i>	<i>Tipo IV</i>
Conductividad eléctrica valor máximo a 25°C $\mu\text{S}/\text{cm}$	0.056	1.0	0.25	5.0
Resistividad mínima a 25°C $\text{M}\Omega$	18	1.0	4.0	0.2
pH a 25°C	-----	-----	-----	5.0 a 8.0
Carbono Orgánico Total (COT) valor máximo $\mu\text{g}/\text{L}$	50	50	200	NL
Sodio valor máximo $\mu\text{g}/\text{L}$	1	5	10	50
Cloruros valor máximo $\mu\text{g}/\text{L}$	1	5	10	50
Sílice Total valor máximo $\mu\text{g}/\text{L}$	3	3	500	NL

Tabla 4. Características físico químicas de cada tipo de agua (ASTM) D1193-91.

\*Tipo I: requiere el uso de un filtro de membrana de 0,2 $\mu\text{m}$

\*\*Tipo II: preparado mediante destilación

\*\*\*Tipo III: requiere el uso de un filtro de membrana de 0,45 $\mu\text{m}$

\*\*\*\*NL: No hay límite establecido.

Cuando se tenga que controlar el nivel bacteriano, el agua es clasificada de acuerdo a su calidad microbiológica, como agua tipo A, B y C.

	<b>Tipo A</b>	<b>Tipo B</b>	<b>Tipo C</b>
Número total de bacterias CFU/100 ml	1	10	1000
Endotoxinas máx. UE/ml	0,03	0,25	-

Tabla 5. Criterios microbiológicos según el tipo de agua.

9.3.3 Comité Nacional para Normas de Laboratorios Clínicos (NCCLS) (1988)

Clasificación de acuerdo a sus características físico químicas:

	<b>Tipo I</b>	<b>Tipo II</b>	<b>Tipo III</b>
Bacterias (CFU/ml)	< 10	< 1000	NA
pH	NA	NA	5,0 - 8,0
Resistividad ( $\text{M}\Omega.\text{cm}$ @ 25°C)	> 10*	> 1	> 0,1
SiO <sub>2</sub> mg/L	< 0,05	< 0,1	< 1
Sólidos totales mg/L	0,1	1	5
Carbono orgánico total oxidable mg/L	< 0,05	< 0,2	< 1

Tabla 6. Características físico químicas según el tipo de agua (NCCLS 1988).

El agua de Tipo I no debe tener partículas mayores que 0,2 $\mu\text{m}$

\* La resistividad del Tipo I debe medirse en línea

### 9.3.4 Normas de farmacopea

Varios organismos elaboran farmacopeas diferentes, especialmente en los EE.UU y Europa. Cada una específica los materiales, incluyendo el agua, que se utilizará en los trabajos médicos. Las normas del agua purificada son similares en todos los casos. Se establecen criterios adicionales para el agua que se necesita en aplicaciones estériles. Las normas del agua purificada que se incluyen en la farmacopea europea y en la farmacopea estadounidense se resumen a continuación. El agua para inyección tiene exigentes criterios bacterianos/pirógenos y se especifican los métodos de preparación.

Propiedades	EP	USP
Nitratos	<0,2 ppm	-
Metales pesados	<0,1 ppm	-
Carbono orgánico	<500 µg/L C	<500 µg/L C
Conductividad	<4,3 µS/cm a 20°C	<1.3 µS/cm a 25°C
Bacteria (orientativo)	<100 CFU/ml	<100 CFU/ml

Tabla 7. Requisitos de farmacopea para la pureza del agua purificada

## **9.4. Métodos de purificación del agua a emplear en el laboratorio**

Existen diferentes calidades de agua y diversas necesidades en función de su uso. En la purificación existen distintos procesos para eliminar las impurezas; entre los más importantes se encuentran:

- Destilación.
- Intercambio iónico.
- Osmosis inversa.
- Ultrafiltración
- Adsorción con carbón activado.
- Desionización.

En el laboratorio es necesario tener un agua con un alto grado de pureza. Para ello es necesario depurar el agua hasta el grado de pureza exigida por las condiciones en que se va a utilizar. Según esto podemos hablar en términos de agua destilada, agua bidestilada y agua ultrapura.

Los métodos utilizados en laboratorio para la depuración de agua se pueden dividir en dos grupos:

- Generales: son los utilizados en casi todos los laboratorios y son la destilación y el intercambio iónico.
- Específicos: son utilizados para aplicaciones específicas y son más costosos. Es el caso del proceso Millipore para la obtención de agua ultrapura mediante tratamientos que combinan las resinas de intercambio iónico con los procesos de adsorción y ultrafiltración.

### 9.4.1 Destilación.

En el proceso de destilación el agua se calienta y pasa al estado de vapor, a continuación se condensa separándose como agua destilada. En la destilación el agua pierde parte de las sales disueltas, como son las sales cálcicas.

Para la producción de agua destilada en laboratorio se dispone de aparatos de diferente forma y potencia. Los destiladores son automáticos y su funcionamiento es continuo. En general constan de:

- Evaporador (calderín): es donde se produce el calentamiento del agua mediante una resistencia. Como regla general no debe conectarse el destilador hasta que el nivel de agua no cubra la resistencia.
- Condensador (refrigerante): es donde se condensa el vapor de agua destilado. El agua de refrigeración es la propia agua de entrada al destilador, con lo que se consigue economizar energía al precalentarse el agua que se va a destilar.
- Resistencia: es el elemento calefactor y la parte exterior puede ser de acero inoxidable o de cuarzo. Es necesaria su limpieza periódica utilizando ácido clorhídrico como agente desincrustante.
- Presostato: sistema de control que corta la corriente de la resistencia cuando disminuye el caudal de agua de entrada.

Durante la destilación podemos optimizar el proceso, controlando el caudal de salida de agua y su temperatura, regulando el caudal de entrada. También podemos controlar de una forma cualitativa la existencia de cloruros con nitrato de plata o la existencia de sales cálcicas con oxalato en medio básico amoniacal.

Cuando el agua es muy dura puede ser necesario hacer una segunda destilación o lo que se denomina bidestilación que también se utiliza cuando los requisitos de pureza del agua son mayores que los de la simple destilación.

La limpieza del destilador es una tarea del operador de laboratorio, que debe llevar un correcto mantenimiento del equipo. La limpieza se realiza con ácido clorhídrico en frío hasta eliminar la mayor parte de la costra depositada sobre la resistencia. No hay que olvidar que un buen mantenimiento del destilador no sólo favorece el buen funcionamiento y alarga la vida de la resistencia, sino que también ahorra energía.

La purificación del agua por destilación se realiza en los destiladores.

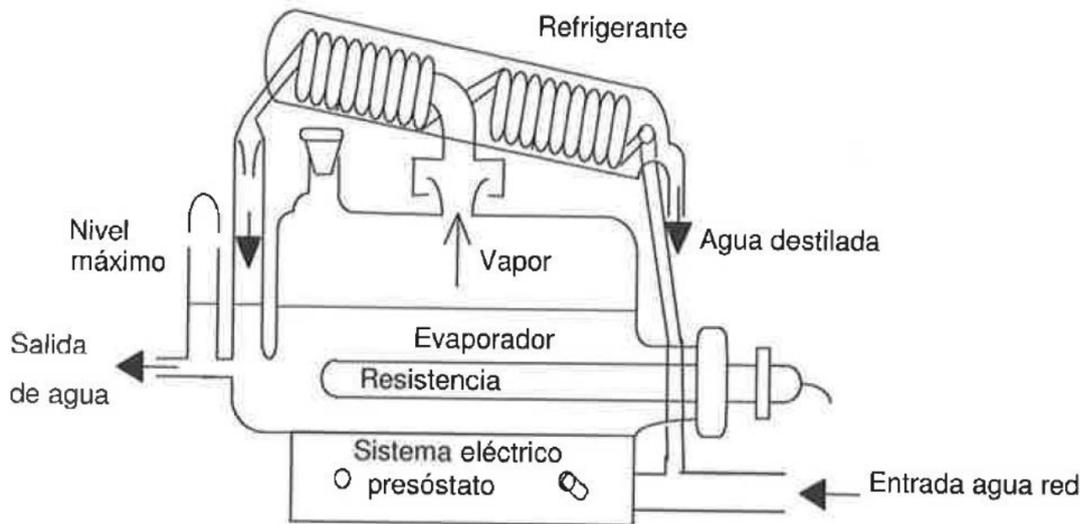


Figura 1. Destilador de laboratorio.

Para obtener un agua de calidad mayor se destila dos (agua bidestilada) o tres veces (agua tridestilada), pudiendo establecerse una recirculación para favorecer la obtención de un agua más pura.

Los inconvenientes de la purificación por destilación son los siguientes:

- Con la misma producción consumen hasta 60 veces más que los módulos de purificación actuales.
- Los módulos proporcionan mejor calidad de agua que los destiladores. Por la combinación de las tecnologías de ósmosis inversa y la eletrodesionización continua en un mismo equipo, las preocupaciones de tener compuestos volátiles de bajo punto de ebullición son eliminadas.

-Con flujos de 3, 5 ó 10 litros/hora, producen menor desecho porque recircula hasta un 55% de agua de rechazo. Los destiladores rechazan hasta seis veces más agua para obtener el mismo flujo que los módulos, los cuales pueden recircular hasta un 60% de agua de rechazo.

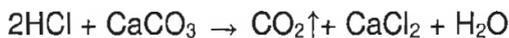
-Puede haber necesidad de utilizar ablandadores, o desionización convencional como pretratamiento previo del agua de entrada.

\*Limpieza y mantenimiento de un destilador.

Al destilar agua se depositan sales de calcio y magnesio (carbonatos) que es necesario eliminar para un correcto funcionamiento del destilador, ya que aumenta el consumo de energía por litro de agua destilada, como consecuencia del aislamiento de la resistencia producido por el depósito calcáreo.

Por otra parte, este depósito aislante puede dar lugar a sobrecalentamientos en la resistencia, ya que la capa formada hace de aislante, y si por alguna causa se produce un desprendimiento de esta costra es posible que se produzca algún poro en la vaina que rodea la resistencia, debido al choque térmico que se produce con la entrada de agua fría.

La limpieza se realiza con ácido clorhídrico que descompone los carbonatos depositados.



1. Con agua en el calderín conectar el tubo de desagüe con un embudo y añadir ácido clorhídrico (50-100 ml). Mover en forma de vaivén el destilador de manera suave.
2. Esperar un tiempo a que no haya reacción (efervescencia).
3. Vaciar el calderín por el tubo de desagüe inclinándolo.
4. Enjuagar una o dos veces. Se puede comprobar la eficacia de los enjuagues con papel de tornasol (enjuagar hasta que no dé reacción ácida).
5. Se vuelve a poner en funcionamiento, llenando el calderín de agua por encima de la resistencia.

Nota: la frecuencia de la limpieza dependerá en cada caso de las sales que contenga el agua a destilar. Interesa llevar un control de los litros de agua destilada, para hacer el mantenimiento.

#### 9.4.2 Intercambio iónico

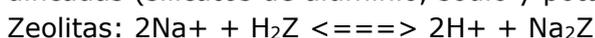
El intercambio iónico es un proceso en el que los iones mantenidos por fuerzas electrostáticas o grupos funcionales cargados situados en la superficie de un sólido, son cambiados por iones de carga similar de una disolución en la cual el sólido está sumergido.

Se emplea para el tratamiento de aguas, principalmente para eliminar la dureza producida por los iones ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ) en los suministros de agua.

Existen una serie de sustancias sólidas que tienen la capacidad de intercambiar iones con la disolución con la que se pone en contacto.

Estas sustancias pueden ser de origen:

- Natural: son de origen inorgánico y las más representativas son las Zeolitas naturales y modificadas (silicatos de aluminio, sodio y potasio).



Z = grupo no iónico

En el primer caso se regeneran las zeolitas con ácido clorhídrico y en el segundo caso se regeneran con cloruro sódico.

- Sintético: son de origen inorgánico y se denominan resinas y consisten en una red de radicales procedentes de hidrocarburos, a los cuales están unidos los grupos funcionales iónicos solubles.

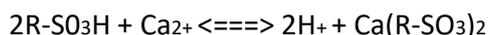
Una resina es un polímero compuesto de un número elevado de moléculas repetitivas enlazadas. Así, el polietileno se obtiene a partir del monómero etileno según:

$n(\text{CH}_2=\text{CH}_2) \xrightarrow{(100^\circ\text{C}, 0,01\% \text{ O}_2, 1000 \text{ atm.})} \text{---CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{---}$  donde n es el nº de unidades moleculares que se repiten, varía entre 100 y 1000.

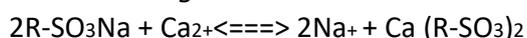
Estas sustancias tienen una estructura porosa interna, con gran superficie, que permite un contacto muy íntimo con la disolución externa. Se comercializan en forma de esferas de pequeño tamaño para facilitar el empaquetamiento en columnas.

Las resinas intercambiadoras, según el tipo de intercambio, se clasifican en:

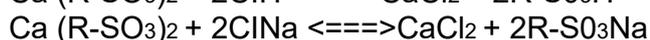
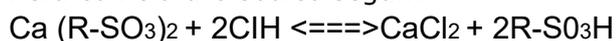
- **Catiónicas:** son resinas que intercambian cationes ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ). Cuando intercambian iones  $\text{H}^+$  se denominan ácidas.



También pueden intercambiar iones  $\text{Na}^+$  cuando de lo que se trata es de un simple ablandamiento del agua.

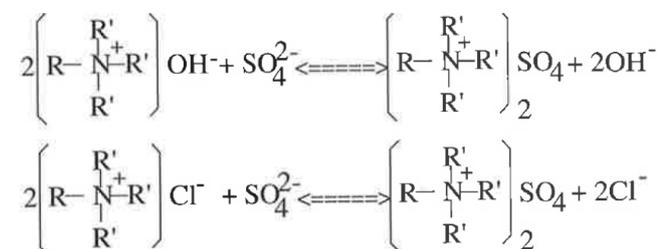


En el primer caso se regeneran las resinas con ácido clorhídrico y en el segundo caso se regenera con cloruro sódico según:



- **Aniónicas:** son resinas que intercambian aniones ( $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{CO}_3\text{H}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ). Cuando intercambian iones  $\text{OH}^-$  se denominan básicas. También pueden intercambiar iones  $\text{Cl}^-$ .

Ejemplos de resinas tipo aniónicas:



(Los grupos  $\text{R}'$  son grupos metilo y el grupo  $\text{R}$  es la cadena polimérica)

Las resinas de este tipo son sales de amonio cuaternario y se regeneran con  $\text{NaOH}$ .

Cuando intercambian iones cloruro se regeneran con  $\text{NaCl}$ .

Aspectos prácticos del intercambio iónico:

- Una unidad de intercambio iónico consiste en una columna con un lecho de resinas.
- La unidad opera con un determinado nivel de carga, hasta que se considera agotada. Cuando la resina se agota, se regenera previo enjuague a contracorriente.
- El lavado a contracorriente expansiona el lecho y elimina la suciedad.

La capacidad de intercambio se expresa en miliequivalentes/ml que es lo mismo que normalidad (equivalentes/litro).

### 9.4.3 Ósmosis. Ósmosis Inversa

La ósmosis es el proceso por el cual un disolvente fluye a través de una membrana semipermeable que separa una solución concentrada de una diluida. El disolvente fluye en la dirección en que se disminuya la concentración del soluto. Es un fenómeno espontáneo en que el disolvente trata de restablecer el equilibrio entre las dos soluciones.

El flujo de disolvente entre las dos soluciones que se encuentran en compartimentos separados por una membrana puede verse cuando el líquido en la solución concentrada aumenta su volumen. Si estos dos compartimentos se comunican con un tubo, puede observarse que el flujo de disolvente aumenta hasta que el nivel en el compartimiento de la solución concentrada es igual a la denominada presión osmótica.

En ósmosis inversa, la aplicación de una presión diferencial mayor que la presión osmótica provoca un flujo de agua desde la solución concentrada a la diluida.

En el aspecto práctico se deben aplicar del orden de 70 kPa por cada g/l en sólidos disueltos de diferencia de concentración entre las dos soluciones.

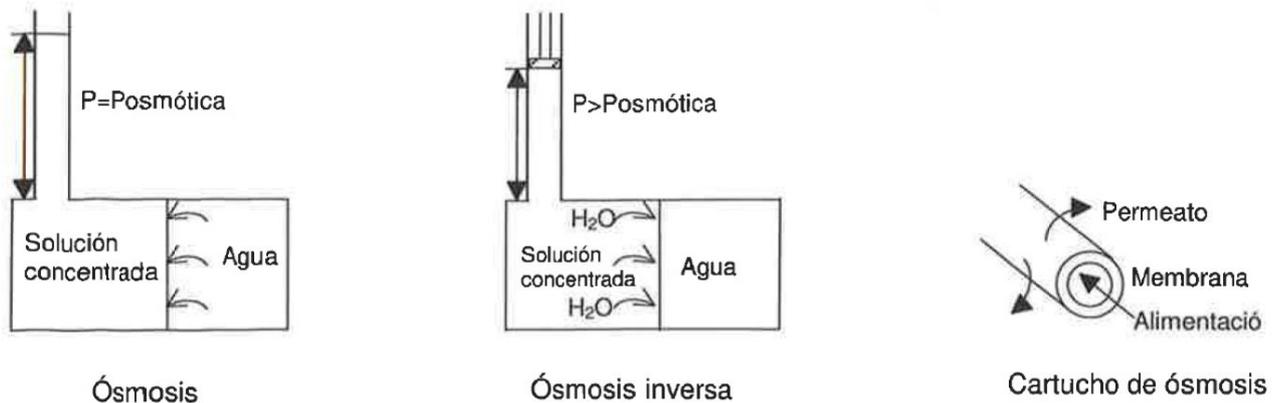


Figura 2. Mecanismo de la Ósmosis.

El paso de moléculas a través de la membrana no se puede tratar como un flujo a través de poros, sino como la difusión de una molécula a través de los huecos que hay en la estructura molecular de la membrana.

Los huecos en los polímeros amorfos que forman la membrana están en estado fluido y no son fijos, mientras que en los polímeros cristalinos los huecos se forman en los intersticios de la estructura cristalina y son esencialmente fijos en número, posición y tamaño.

Las membranas en ósmosis inversa están formadas de polímeros amorfos, pero usualmente contienen algún grado de cristalinidad.

Los materiales más ampliamente utilizados son acetato de celulosa, triacetato de celulosa y poliamidas, siendo muy importante el control de la temperatura cuando están en operación.

#### 9.4.4 Ultrafiltración

La ultrafiltración es un procedimiento de depuración de agua en el que se hace pasar el agua a tratar a través de un filtro (membrana) aplicando presión. Se diferencia de la ósmosis inversa en que utiliza menores presiones y las membranas son diferentes.

El mecanismo predominante en la ultrafiltración por membrana es el tamizado selectivo a través de los poros. Debido a que se utilizan membranas con diámetro de poro muy pequeño (0,1µm) puede retener bacterias, virus, proteínas. Por ello la ultrafiltración se utiliza para obtener agua ultrapura como etapa final. Esta agua se utiliza en laboratorios sanitarios, bioquímicos y a nivel industrial en la fabricación de circuitos en la Industria Electrónica.

### **9.5. Módulos de purificación/ultrapurificación del agua**

Actualmente, los mejores sistemas de purificación son aquellos módulos que combinan varios tratamientos para optimizar la calidad del agua. Estos módulos son diseñados a la medida del tipo de agua de alimentación y combinan varias etapas de purificación: los polifosfatos previe-

nen las incrustaciones, la ósmosis inversa elimina a sales inorgánicas, el carbón activado elimina el cloro y compuestos orgánicos, la lámpara ultravioleta elimina los microorganismos, los filtros en profundidad eliminan las partículas, etc.. La disposición general es un módulo que se alimenta de la red general de agua y obtiene un efluente de calidad tipo 2, la cual se almacena en un depósito desde donde se distribuye según las necesidades. Lo más lógico es que esté conectada al lavavajillas para hacer un aclarado final del material con el agua pura.

<i>Componentes del agua</i>	<i>Origen</i>	<i>Técnica de remoción</i>
Sólidos suspendidos	Arcillas minerales, feldspatos, silicatos, materia orgánica	Filtración en medios con poros o aberturas no mayores de 1.0 micrones
Sólidos disueltos	Cationes y aniones siempre presentes en el agua	Ósmosis inversa, electrodeionización, resinas mixtas
Materia orgánica residual	Tratamiento previo del agua como la cloración, materia orgánica residual, contaminación con componentes del equipo	Radiación UV de 185 nm, filtración en carbón activado
Microorganismos	Crecimiento natural de bacterias en el agua almacenada	Esterilización con radiación UV de 254 nm, microfiltración con filtros de al menos 1.0 micrones de diámetro en sus poros.

Tabla 8. Componentes y técnicas de remoción para producción de agua ultrapura.

A continuación se muestra un ejemplo de un sistema de este tipo (Millipore).

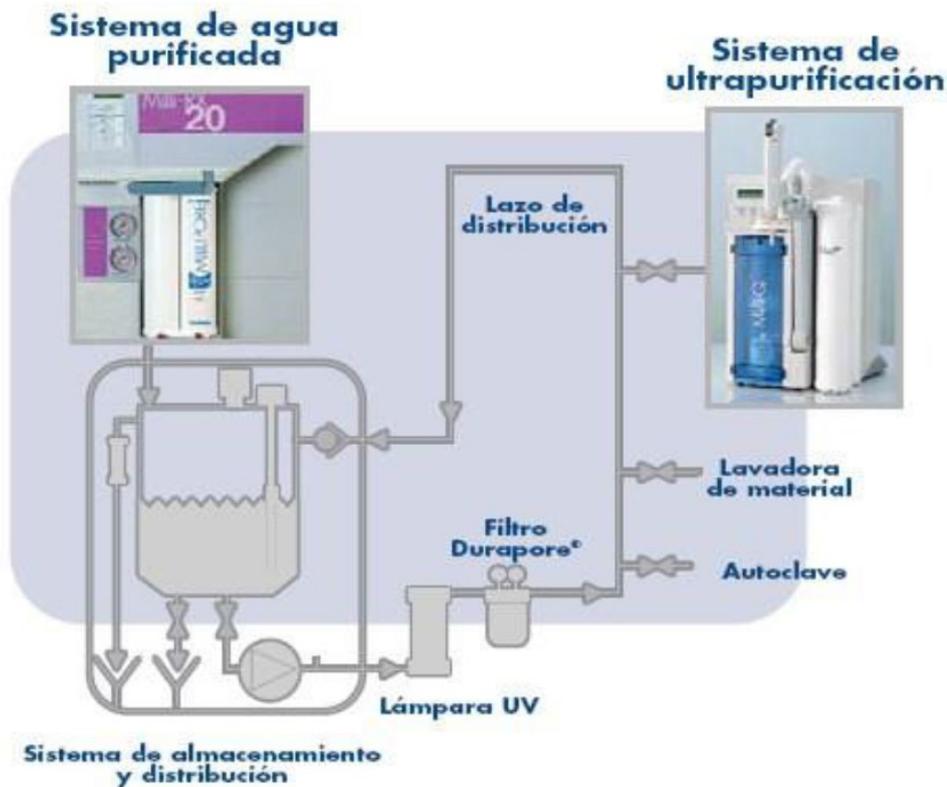


Figura 3. Equipos de purificación por módulos Millipore.

### 9.5.1 Módulos de obtención de agua pura.

Además de producir agua pura (tipo 2-3) se utiliza así mismo como paso previo a la obtención de agua ultrapura. Normalmente un módulo de este tipo sigue esta secuencia.

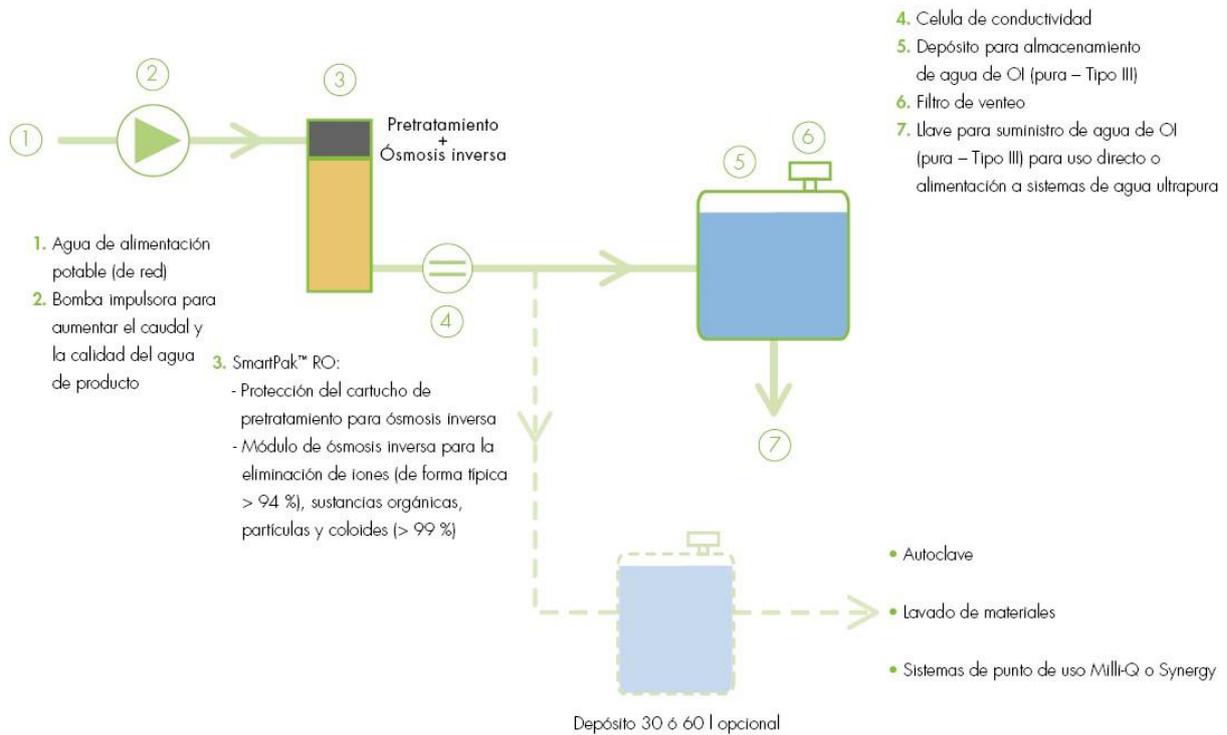


Figura 4. Secuencias de los sistemas de purificación por módulos.

Los procesos aplicados en la purificación de agua generalmente son:

#### 9.5.1.1 Pretratamiento.

Uso de productos que favorezcan la purificación; ablandadores, pastillas de cloro para evitar la proliferación microbiana, etc.

#### 9.5.1.2 Ósmosis inversa

La ósmosis inversa es la filtración más perfecta conocida. Este proceso permitirá la eliminación de partículas tan pequeñas como los iones de una disolución. La ósmosis inversa se usa para purificar el agua y eliminar sales y otras impurezas para mejorar el color, sabor u otras propiedades del fluido. La ósmosis inversa es capaz de rechazar las bacterias, sales, azúcares, proteínas, partículas, tintes, y otros constituyentes que tengan un peso molecular de más de 150-250 Daltons.

La ósmosis inversa (RO) elimina de forma eficaz hasta el 99% de sustancias orgánicas, partículas y microorganismos, y aproximadamente el 95% de los contaminantes iónicos. En el módulo de purificación, la membrana de RO separa una solución concentrada (que contiene contaminantes) de una solución diluida (agua purificada). Se aplica una presión hidráulica a la disolución concentrada, forzando el paso de agua a través de la membrana semipermeable, dejando atrás los contaminantes. La ósmosis inversa proporciona un pretratamiento eficaz antes de la electrodesionización y/o ultrapurificación final.



Figura 5. Módulo de purificación Tipo 2 (Millipore)

La ósmosis inversa cumple con la mayoría de los estándares de agua con un sistema de un solo paso y los estándares más altos con un sistema de doble paso. Este proceso alcanza rechazos de hasta más de un 99,9% de virus, bacteria y pirógenos. La fuerza promotora del proceso de purificación por ósmosis inversa es una presión del rango de 3,4 a 69 bares. Es mucho más eficiente energéticamente que los procesos de cambio de fase (destilación) y más eficiente que los productos químicos fuertes requeridos para la regeneración de los procesos de intercambio iónico. La separación de iones con ósmosis inversa es asistida por partículas cargadas. Esto significa que los iones disueltos que portan una carga, tales como las sales, es más probable que sean rechazados por la membrana que aquellos que no están cargados, tales como los compuestos orgánicos.

Cuanto más grande sean la carga y la partícula, mayor probabilidad habrá de que sea rechazada.

Con la ósmosis inversa de un paso se produce normalmente un agua Tipo 3. Si se quiere obtener un agua Tipo 2 debe tener un tratamiento previo de desionización.

#### 9.5.1.3 Almacenamiento

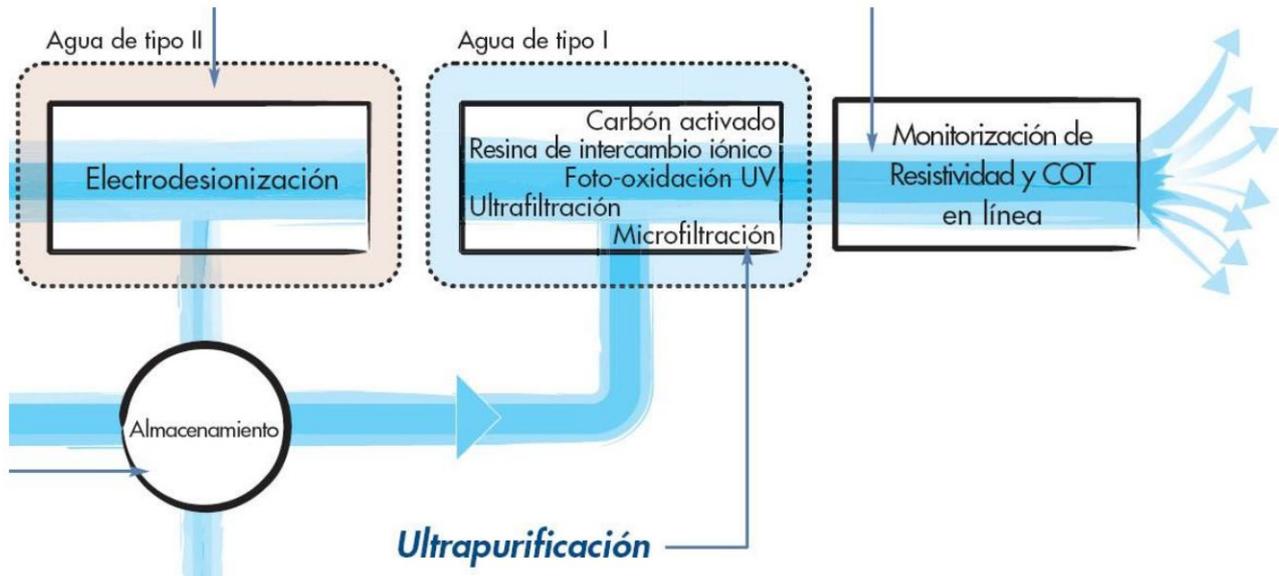
Para evitar la recontaminación, los depósitos de almacenamiento diseñados especialmente garantizan que su agua pura se mantiene en condiciones óptimas. Opcionalmente puede haber un módulo de sanitización automático en la línea que previene eficazmente el crecimiento bacteriano mediante la luz ultravioleta. También debe de haber un filtro de venteo que permita la entrada de aire para equilibrar la presión del depósito al vaciarse y que a la vez evite la contaminación externa.

Los sistemas de almacenamiento y distribución previstos para sistemas más grandes (como los SDS de Millipore) permiten la distribución de agua purificada alrededor de un lazo externo para un fácil suministro a los puntos de uso o a los sistemas de ultrapurificación.

#### 9.5.2 Módulo de agua Ultrapura.

El agua producida es extremadamente pura y contiene una concentración muy baja de sales, de componentes orgánicos/pirógenos, oxígeno, sólidos suspendidos y bacterias. La producción del agua ultra pura exige una manera especializada de trabajo.

Algunas técnicas que se utilizan entre otras son:



Esquema de un proceso de ultrapurificación (Millipore)



Figura 6. Módulo de ultrapurificación (Millipore)

#### 9.5.2.1 Desionización

Proceso que utiliza resinas de intercambio iónico de fabricación especial que eliminan las sales ionizadas del agua. Teóricamente puede eliminar el 100% de las sales. La desionización normalmente no elimina los compuestos orgánicos, virus o bacterias excepto a través del atrapado "accidental" en la resina y las resinas aniónicas de base fuerte de fabricación especial que eliminan las bacterias gram negativo. Otro método usado para eliminar los iones del agua es la electrodesionización.

#### 9.5.2.2 Desmineralización

Cualquier proceso usado para eliminar los minerales del agua, sin embargo, normalmente el término se restringe a procesos de intercambio iónico.

##### \*Resinas de intercambio iónico.

Los intercambiadores iónicos son usados para la separación de sales (cationes y aniones) del agua. Los intercambiadores iónicos son sustancias granuladas insolubles las cuales tienen en su estructura molecular radicales ácidos o básicos que pueden ser intercambiados. Los iones positivos o negativos fijados en estos radicales serán reemplazados por iones del mismo signo en solución en el líquido en contacto con ellos.

Hoy en día, las sustancias de intercambiadores de iones son usadas casi exclusivamente con el nombre de resinas. Hay dos categorías de resinas: las resinas del tipo gel y estas otras de macroporos o de tipo de unión cruzada suelta. La diferencia entre ellas reposa en sus porosidades.

- Resinas tipo Gel tienen una porosidad natural limitada entre las distancias intermoleculares. Esta es una estructura tipo microporo.

- Resinas tipo Macroporos tienen una porosidad artificial adicional la cual es obtenida por la adición de sustancias diseñadas para esta proposición.

El intercambiador es conocido como monofuncional si hay solo una variedad de radicales y este es llamado polifuncional si la molécula contiene varios tipos de radicales.

##### \*Electrodesionización (EDI).

Esta nueva tecnología es una combinación de electrodiálisis e intercambio iónico, resultando en un proceso que elimina de manera efectiva los iones del agua a la vez que las resinas de intercambio iónico son continuamente regeneradas por una corriente eléctrica. Esta regeneración electroquímica se sirve de un medio eléctricamente activo y de un potencial eléctrico para influenciar el transporte iónico y sustituye a la regeneración química de los sistemas convencionales de intercambio iónico.

La EDI produce agua de proceso industrial de la más alta calidad, usando 95% menos de productos químicos que la tecnología convencional de intercambio iónico. Con el sistema de EDI, membranas y electricidad reemplazan a los millones de galones de productos químicos ácidos y cáusticos que los antiguos procesos requerían diariamente. Un aparato de EDI tiene la estructura básica de una cámara de desionización. La cámara contiene una resina de intercambio iónico, empaquetada en un espacio entre una membrana de intercambio catiónico y una membrana de intercambio aniónico.

Solamente los iones pueden pasar a través de las membranas, no el agua.

El agua de entrada pasa a través de la mezcla de resinas de intercambio iónico y, al mismo tiempo, una fuente externa de corriente suministra un campo transversal de corriente continua por medio de unos electrodos colocados en los extremos.

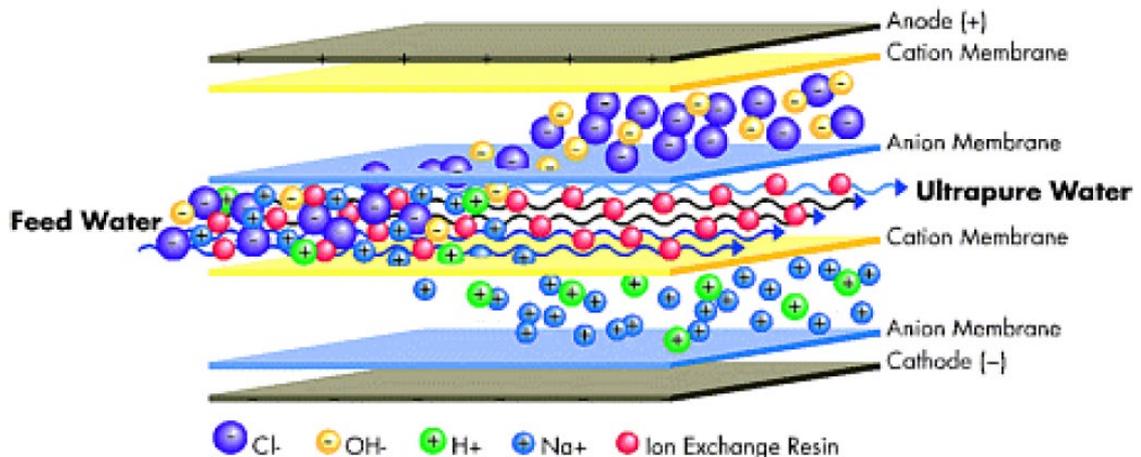


Figura 10. Electrodesionización (EDI).

El voltaje de corriente continua crea una corriente a través de la resina que arrastra a los cationes hacia el cátodo y a los aniones hacia el ánodo. En el camino de los iones hacia la membrana, estos pueden pasar dentro de las cámaras del concentrado (ver dibujo) pero no se pueden acercar más al electrodo. Están bloqueados por la membrana contigua, que contiene una resina con la misma carga fija.

De esta forma las membranas de intercambio iónico eliminan eléctricamente los iones del agua de entrada y los pasan al agua concentrada que sale de ambas membranas de intercambio iónico, produciendo así agua ultrapura desionizada.

\*Ventajas. Algunas de las ventajas de la EDI frente a los sistemas convencionales de intercambio iónico son:

- Operación simple y continua
- El uso de productos químicos de regeneración es totalmente eliminado
- Operación y mantenimiento económicos
- Bajo consumo energético
- Requiere muy pocas válvulas automáticas o secuencias complejas de control que puedan necesitar de la atención de un operador
- Ocupa menos espacio
- Produce calidad constante de agua sin fluctuaciones de flujo
- No contaminante, seguro y fiable: no hay manejo de productos químicos, no se producen efluentes peligrosos, no se vierten resinas.
- Elimina efectivamente las partículas inorgánicas disueltas
- En combinación con la ósmosis inversa como pretratamiento, elimina más del 99,9% de los iones del agua

\*Desventajas

- No se puede usar para aguas de dureza superior a 1 ppm, ya que el carbonato de calcio crearía una costra en la cámara del concentrado, limitando la operación
- Necesita de una purificación previa.

### 9.5.2.3 Adsorción por carbón activo.

La adsorción es un proceso donde un sólido se utiliza para quitar una sustancia soluble del agua. En este proceso el carbón activo es el sólido. El carbón activo se produce específicamente para alcanzar una superficie interna muy grande (entre 500 - 1500 m<sup>2</sup>/g). Esta superficie

interna grande hace que el carbón tenga una adsorción ideal. El carbón activo viene en dos variaciones: Carbón activado en polvo (PAC) y carbón activado granular (GAC). La versión de GAC se utiliza sobre todo en el tratamiento de aguas, puede fijar las siguientes sustancias solubles por adsorción:

\*Adsorción de sustancias no polares como:

- Aceite mineral
- BTEX
- Poli-hidrocarburos aromáticos (PACs)
- (Cloruro) Fenol

\*Adsorción de sustancias halogenadas: I, Br, Cl, H y F

\*Olor

\*Gusto

\*Levaduras

\*Varios productos de fermentación

\*Sustancias no polares (sustancias las cuáles no son solubles en agua)

El agua es bombeada dentro de una columna que contiene el carbón activo, este agua deja la columna a través de un sistema de drenaje. La actividad del carbón activo de la columna depende de la temperatura y de la naturaleza de las sustancias. El agua pasa a través de la columna constantemente, con lo que produce una acumulación de sustancias en el filtro. Por esa razón el filtro necesita ser sustituido periódicamente. Un filtro usado se puede regenerar de diversas maneras, el carbón granular puede ser regenerado fácilmente oxidando la materia orgánica. La eficacia del carbón activo disminuye en un 5-10%. Una parte pequeña del carbón activo se destruye durante el proceso de la regeneración y debe ser sustituida.

\*Factores que influyen en la adsorción de compuestos presentes en el agua:

- El tipo de compuesto que desee ser eliminado. Los compuestos con elevado peso molecular y baja solubilidad se absorben más fácilmente.
- La concentración del compuesto que desea ser eliminado. Cuanto más alta sea la concentración, más carbón se necesitará.
- Presencia de otros compuestos orgánicos que competirán con otros compuestos por los lugares de adsorción disponibles.
- El pH del agua. Por ejemplo, los compuestos ácidos se eliminan más fácilmente a pHs bajos.

#### 9.5.2.4 Microfiltración.

El paso final suele ser la microfiltración, para reducir la contaminación a los niveles de traza. Consiste en un filtro final de 0,22  $\mu\text{m}$  que elimina, las bacterias y partículas. Se sitúa en la salida del agua ultrapura.

#### 9.5.2.5 Sistemas adicionales. Módulo de desinfección.

Generalmente se realiza por acción de la luz ultravioleta, que además tiene un efecto oxidante sobre los compuestos orgánicos. En los últimos 100 años la ciencia ha reconocido los efectos bactericidas del área ultravioleta del espectro electromagnético. Las longitudes de onda específicas responsables de esta reacción se sitúan entre 240 - 280 nanómetros (designados el nm) con una longitud de onda máxima de 265 nm y se conocen como UV-C.

\*Fuente de radiación UV.

En su diseño la lámpara ultravioleta está formada, simplificando, por una especie de fluorescente recubierto de una cámara de cuarzo. En el interior del fluorescente encontramos dos electrodos a través de los cuales fluye una corriente eléctrica por medio de un gas inerte con una pequeña carga de mercurio. La acción de esta carga eléctrica activa los iones de mercurio produciendo la radiación. Las lámparas cuentan con un cuerpo de cuarzo que recubre el fluorescente y cuyo objetivo es el de no permitir la emisión de radiaciones extremadamente bajas que provocarían la ionización del oxígeno produciendo ozono y monóxido de nitrógeno.

