

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA  
FACULTAD DE CIENCIAS  
ESCUELA PROFESIONAL DE QUÍMICA**



**INFORME DE SUFICIENCIA  
PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE  
LICENCIADO EN QUÍMICA**

TITULADA:

**“DETERMINACIÓN DE SURFACTANTES ANIÓNICOS POR  
EL MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO DEL AZUL DE  
METILENO EN MUESTRAS DE AGUA”**

PRESENTADA POR:

**CATHERINE MARIANELLA HENRIQUEZ GALLEGOS**

**LIMA – PERÚ  
2002**

## RESUMEN

Existen sustancias que usamos a diario cuyo desecho inadecuado causa un efecto negativo al medio ambiente, una de estas sustancias son los Surfactantes (Agentes Humectantes de los Detergentes), cuya presencia se pone de manifiesto en las descargas de los efluentes que los contienen en forma de espumas.

Teniendo en cuenta que los surfactantes aniónicos estables, principales responsables de esos signos visibles de contaminación del agua, no son tóxicos a las concentraciones habitualmente observadas, el presente trabajo proporciona la metodología adecuada para el análisis de surfactantes aniónicos por el Método Espectrofotométrico del Azul de Metileno en Muestras de Aguas (Agua Potable, Agua Superficial y Agua Residual).

Éste método es relativamente simple y preciso; comprende tres extracciones sucesivas en cloroformo a partir de un medio ácido – acuoso que contenga exceso de Azul de Metileno, y la determinación del color azul en el cloroformo por espectrofotometría a 652 nm de longitud de onda.

## SUMMARY

Substances that we use daily exist whose waste inadequate cause a negative effect to the environment, one of these substances is the Surfactant (Moistening Agent of the Detergent ) whose witnesses shows in the discharges of the effluents that contain them in form of foams.

Keeping in mind that the stable anionic surfactant, main responsible for these visible signs of contamination of the water, is not toxic to the habitually observed concentrations, the present work provides the appropriate methodology for the analysis of surfactants anionic for the Method Spectrophotometry of the Methylene Blue in Samples of Water ( drinking water, superficial water and residual water ).

This method is relatively simple and precise. It comprises three successive extractions from acid aqueous medium containing excess methylene blue into chloroform and measurement of the blue color in the chloroform by spectrophotometry at 652 nm.

## **Agradecimiento**

A Dios y la Virgen María por darme su bendición para poder continuar con el logro de mis anhelos y metas.

## **Dedicatoria**

Este trabajo esta dedicado a mi familia y en especial a mis padres por ser mi ejemplo de amor y lucha para salir adelante en las metas trazadas.

## INDICE

|  | Pág. |
|--|------|
| INTRODUCCIÓN   | 01   |
| CAPITULO I   |      |
| CONTAMINACIÓN AMBIENTAL  | 03   |
| 1.1 Antecedentes   | 03   |
| 1.2 Rutas de Exposición a la Contaminación                                 | 07   |
| 1.3 Detergentes  | 11   |
| 1.4 Principales Problemas de Contaminación ocasionados por los Detergentes | 13   |
| 1.5 Detergentes Domésticos   | 21   |
| 1.6 Presencia de Detergentes en Aguas                                      | 24   |
| 1.7 Normas Ambientales Nacionales é Internacionales                        | 29   |
| CAPITULO II  |      |
| TENSIOACTIVOS  | 37   |
| 2.1 Generalidades  | 37   |
| 2.2 Tensión Superficial  | 43   |
| 2.3 Formación Micelar  | 44   |
| 2.4 Constitucion Química del Tensioactico                                  | 45   |
| 2.4.1 Grupos Lipofílicos   | 45   |
| 2.4.2 Grupos Hidrófilos  | 46   |
| 2.5 Clasificación de Tensioactivos   | 47   |
| 2.5.1 Tipo Aniónico  | 48   |
| 2.5.1.1 Familia Acil-Aminoacidos y Sales                                   | 49   |
| 2.5.1.2 Familia Ácidos Carboxílicos y sus Sales                            | 49   |

|   |    |
|---|----|
| 2.5.1.3 Familia Ésteres del Ácido Fosfórico y sus Sales                             | 50 |
| 2.5.1.4 Familia Ácidos Sulfónicos y sus Sales                                       | 51 |
| 2.5.1.5 Familia Ésteres del Ácido Suilfúrico  | 57 |
| 2.5.2 Tipo Catiónico  | 64 |
| 2.5.3 Tipo Anfótero   | 65 |
| 2.5.4 Tipo No Iónico  | 66 |
| 2.6 Algunas Características de los Tensioactivos en Relación a su Biodegradabilidad | 67 |
| 2.7 Composición de un Detergente Comercial  | 72 |

### CAPITULO III

#### METODO DE ANÁLISIS QUÍMICO DE SURFACTANTES ANIÓNICOS COMO SUSTANCIAS ACTIVAS AL AZUL DE METILENO

|   |     |
|---|-----|
|   | 75  |
| 3.1 Fundamento  | 75  |
| 3.2 Procedimiento   | 83  |
| 3.3 Diagrama de Flujo   | 87  |
| 3.4 Calculos  | 88  |
| 3.5 Parámetros de Verificación del Método Analítico para la Determinación de Surfactantes Aniónicos como sustancias Activas al azul de metileno | 88  |
| 3.5.1 Longitud de Onda de máxima absorción del compuesto absorbente formado por las sustancias activas al azul de metileno                      | 89  |
| 3.5.2 Determinación de la Estabilidad del Compuesto Absorbente  | 100 |
| 3.5.3 Determinación de la Sensibilidad  | 107 |
| 3.5.4 Determinación de la Reproducibilidad  | 113 |
| 3.5.5 Prueba de Linealidad  | 124 |
| 3.6 Aplicación del Método Analítico para la Evaluación en Muestras de Agua  | 130 |

|  |     |
|--|-----|
| 3.7 Reacciones Químicas  | 133 |
| 3.8 Mecanismo de Reacción  | 136 |
| CAPITULO IV  |     |
| CONCLUSIONES   | 137 |
| CAPITULO V   |     |
| REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS   | 138 |
| ANEXOS   |     |
| ANEXO 1: Ley General de Aguas  | 143 |
| ANEXO 2: Espectroscopía de Ultravioleta Visible.   | 144 |
| ANEXO 3: Equipos y Materiales utilizados para la determinación de Surfactantes Aniónicos.                    | 147 |
| ANEXO 4: Reactivos y preparación de soluciones para la determinación de Surfactantes Aniónicos.              | 148 |
| ANEXO 5: Clasificación de Cuerpos de Agua Superficiales según Calidad sugerida por la OPS.                   | 149 |
| ANEXO 6: Métodos Analíticos para la determinación de Surfactantes Aniónicos en agua usando Azul de Metileno. | 150 |



## INDICE DE TABLAS

|   | Pág. |
|---|------|
| Tabla 1.1 Algunos compuestos tóxicos para los peces   | 10   |
| Tabla 3.1 Volúmen de Muestra sobre la base de la Concentración de MBAS esperado                       | 84   |
| Tabla 3.2 Valores de absorbancia para la curva de barrido N° 1.<br>Concentración de LAS: 0,3 mg/L     | 90   |
| Tabla 3.3 Valores de absorbancia para la curva de barrido N° 2.<br>Concentración de LAS: 0,7 mg/L     | 93   |
| Tabla 3.4 Valores de absorbancia para la curva de barrido N° 3.<br>Concentración de LAS: 1,5 mg/L     | 96   |
| Tabla 3.5 Valores de absorbancia para la curva de estabilidad N° 1.<br>Concentración de LAS: 0,3 mg/L | 101  |
| Tabla 3.6 Valores de absorbancia para la curva de estabilidad N° 2.<br>Concentración de LAS: 0,7 mg/L | 103  |
| Tabla 3.7 Valores de absorbancia para la curva de estabilidad N° 3.<br>Concentración de LAS: 1,5 mg/L | 105  |
| Tabla 3.8 Valores de absorbancia para el Control de Blancos N° 1.                                     | 108  |
| Tabla 3.9 Valores de absorbancia para el Control de Blancos N° 2.                                     | 110  |
| Tabla 3.10 Absorbancias para la Curva de Control de Estándares N° 1.                                  | 114  |
| Tabla 3.11 Absorbancias para la Curva de Control de Estándares N° 2.                                  | 117  |
| Tabla 3.12 Absorbancias para la Curva de Control de Estándares N° 3.                                  | 120  |
| Tabla 3.13 Valores de la Curva de Calibración   | 125  |
| Tabla 3.14 Valores para el Cálculo del Coeficiente de Correlación                                     |      |

Tabla 3.15 Concentración de LAS encontrada en cada tipo de  
Muestra de Agua 2001

131

## INDICE DE GRAFICAS

|   | Pág. |
|---|------|
| Gráfica N° 3.1 Curva de Barrido de Longitud de Onda N° 1.                               | 92   |
| Gráfica N° 3.2 Curva de Barrido de Longitud de Onda N° 2.                               | 95   |
| Gráfica N° 3.3 Curva de Barrido de Longitud de Onda N° 3.                               | 98   |
| Gráfica N° 3.4 Curvas de Barrido de Longitud de Onda Conjuntas.                         | 99   |
| Gráfica N° 3.5 Curva de Estabilidad del Compuesto Absorbente N° 1.                      | 102  |
| Gráfica N° 3.6 Curva de Estabilidad del Compuesto Absorbente N° 2.                      | 104  |
| Gráfica N° 3.7 Curva de Estabilidad del Compuesto Absorbente N° 3.                      | 106  |
| Gráfica N° 3.8 Curva de Control de Blancos N° 1.  | 109  |
| Gráfica N° 3.9 Curva de Control de Blancos N° 2.  | 111  |
| Gráfica N° 3.10 Curva de Control de Estándares N° 1.                                    | 116  |
| Gráfica N° 3.11 Curva de Control de Estándares N° 2.                                    | 119  |
| Gráfica N° 3.12 Curva de Control de Estándares N° 3.                                    | 122  |
| Gráfica N° 3.13 Curva de Calibración.   | 129  |
| Gráfica N° 3.14 Concentración de LAS encontrada en cada tipo de<br>Muestra de Agua 2001 | 132  |

## INDICE DE FIGURAS

|  | Pág. |
|--|------|
| Figura N° 2.1 Formación de Micelas y Fijación de la Grasa        | 40   |
| Figura N° 2.2 Modificación de la Unión Suciedad – Sustrato       | 40   |
| Figura N°2.3 Emulsión de la Suciedad por las Micelas y Agitación | 41   |

## INDICE

|                 | Pág. |
|-----------------|------|
| Diagrama N° 1.1 | 06   |
| Diagrama N° 2.1 | 37   |

## ABREVIATURAS

|      |  |
|------|--|
| APHA | American Public Health Association     |
| AWWA | American Water Works Association       |
| WEF  | Water Environment Federation           |
| MBAS | Sustancias Activas al Azul de Metileno |
| NTP  | Norma Técnica Peruana                  |
| OD   | Oxígeno Disuelto                       |
| LTm  | Límite de Tolerancia medio             |
| DL50 | Dosis Letal al 50%                     |
| DDT  | Dicloro Difenil Tricloroetano          |
| NTA  | Ácido Nitrilo Triacético               |
| CMC  | Concentración Micelar Crítica          |
| ABS  | Sulfonato de Alquil Benceno Ramificado |
| LAS  | Sulfonato de Alquil Benceno Lineal     |
| nm   | nanómetros                             |
| ppm  | partes por millón                      |
| mg   | miligramo                              |

## RESUMEN

Existen sustancias que usamos a diario cuyo desecho inadecuado causa un efecto negativo al medio ambiente, una de estas sustancias son los Surfactantes (Agentes Humectantes de los Detergentes), cuya presencia se pone de manifiesto en las descargas de los efluentes que los contienen en forma de espumas.

Teniendo en cuenta que los surfactantes aniónicos estables, principales responsables de esos signos visibles de contaminación del agua, no son tóxicos a las concentraciones habitualmente observadas, el presente trabajo proporciona la metodología adecuada para el análisis de surfactantes aniónicos por el Método Espectrofotométrico del Azul de Metileno en Muestras de Aguas (Agua Potable, Agua Superficial y Agua Residual).

Éste método es relativamente simple y preciso; comprende tres extracciones sucesivas en cloroformo a partir de un medio ácido – acuoso que contenga exceso de Azul de Metileno, y la determinación del color azul en el cloroformo por espectrofotometría a 652 nm de longitud de onda.

## SUMMARY

Substances that we use daily exist whose waste inadequate cause a negative effect to the environment, one of these substances is the Surfactant (Moistening Agent of the Detergent ) whose witnesses shows in the discharges of the effluents that contain them in form of foams.

Keeping in mind that the stable anionic surfactant, main responsible for these visible signs of contamination of the water, is not toxic to the habitually observed concentrations, the present work provides the appropriate methodology for the analysis of surfactants anionic for the Method Spectrophotometry of the Methylene Blue in Samples of Water ( drinking water, superficial water and residual water ).

This method is relatively simple and precise. It comprises three successive extractions from acid aqueous medium containing excess methylene blue into chloroform and measurement of the blue color in the chloroform by spectrophotometry at 652 nm.



# **DETERMINACION DE SURFACTANTES ANIONICOS POR EL METODO ESPECTROFOTOMETRICO DEL AZUL DE METILENO EN MUESTRAS DE AGUA**

## **INTRODUCCION**

En el Perú se ha despertado un interés considerable sobre el medio ambiente, esto es debido principalmente a dos factores fundamentales: el avance de las investigaciones científicas en el campo de la ecología y el efecto negativo que el medio ambiente, modificado y utilizado empezó a tener sobre los habitantes; tales riesgos son a la salud humana, a la ecología y a la calidad de vida en general.

Es evidente que el riesgo creado depende principalmente del grado de contaminación química y de la importancia de la población expuesta. La facilidad con la que se pueden eliminar, modificar o destruir los contaminantes químicos por procedimientos ordinarios o especiales constituyen también factores significativos, pero de menor importancia.

Existen sustancias que todos utilizamos cotidianamente en nuestra vida, pero poco hemos reparado en los efectos que causa el inadecuado desecho de éstas en otros seres y al medio ambiente. Entre los más comunes están los plaguicidas, hidrocarburos, grasas, aceites y detergentes.

Asimismo, el amplio uso que tienen los tensioactivos en la industria, ha hecho que se preste atención a sus consecuencias ambientales desde hace mucho

tiempo, especialmente a la tendencia que tienen de formar espumas observadas en la descarga de los efluentes que los contienen. Teniendo en cuenta que los surfactantes aniónicos estables, principales responsables de esos signos visibles de contaminación del agua, no son tóxicos en las concentraciones habitualmente observadas, han surgido restricciones a su uso y reglamentaciones que condicionan su vertido.

Es sabido que dependiendo de su estructura fisicoquímica, algunos de estos productos son más biodegradables y/o tóxicos que otros, afectando en forma directa el curso receptor.

Los efluentes naturales (ríos, arroyos) y los mantos de agua (presas, lagos, lagunas) tienen en general muchas funciones, pero todas ellas convergen en una meta única: preservar toda clase de vida existente en el planeta. Podemos afirmar sin lugar a dudas que se conoce el efecto de muchos subproductos como los transportados por las aguas residuales, pero sin embargo hay otros, que es imperativo que se estudien más intensamente, entre éstos principalmente están los detergentes.

En el presente trabajo se proporciona la metodología a seguir cuando se realiza el Análisis de Surfactantes Aniónicos por el Método Espectrofotométrico del Azul de Metileno según la norma APHA-AWWA-WEF, 5540 C. Anionic Surfactants as MBAS, en aguas (potables, superficiales y residuales); su aplicación, evaluación e importancia del método y los efectos que causa el inadecuado desecho de éstos en el medio ambiente.

# CAPITULO I

## CONTAMINACIÓN AMBIENTAL

### 1.1 ANTECEDENTES (1 , 2)

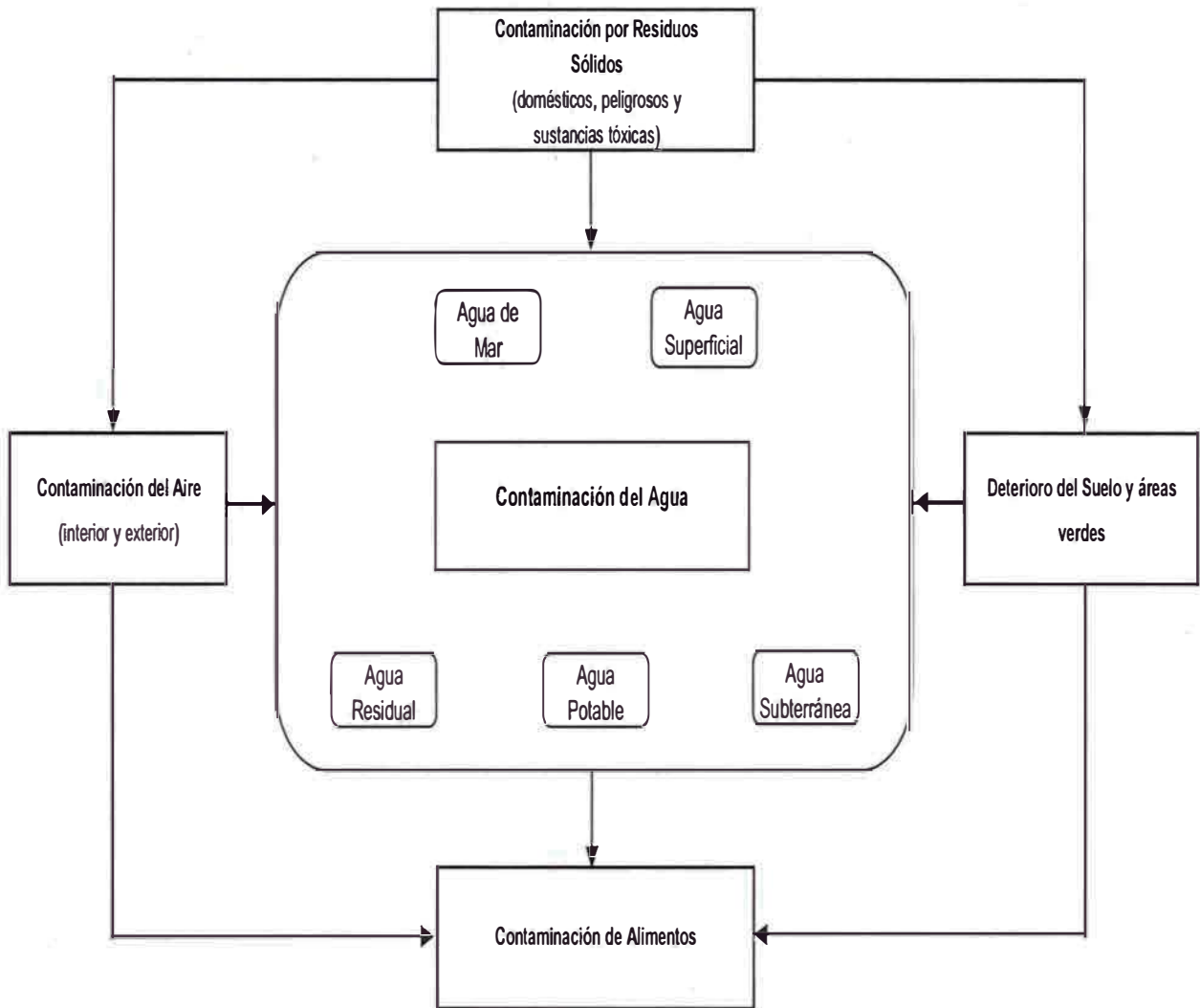
Cada año se fabrican centenares de nuevas sustancias químicas orgánicas, algunas de las cuales no se degradan y son empleadas en todo el mundo. Figuran entre éstas los nuevos plásticos, detergentes y disolventes sintéticos, aditivos alimenticios y plaguicidas. Muchos de ellos penetran directa e indirectamente en los alimentos y aún pueden alcanzar las reservas de aguas superficiales y subterráneas o ser liberados en la atmósfera.

Los recursos totales de agua en el mundo y en cada una de sus regiones están determinados por la intervención de las fuerzas hidrológicas. Sin embargo, el empleo de esos recursos aumenta con rapidez a causa del crecimiento demográfico y de la expansión industrial. En los países muy desarrollados, el agua dulce de muchos de los principales ríos es utilizada una y otra vez a lo largo de su curso desde la montaña hasta el mar. Cada uno de los usos modifica la calidad del agua, en general en perjuicio de los ulteriores usuarios y de la flora y fauna acuática. La absorción de productos residuales por una corriente o un lago tiene un límite, a partir del cual queda gravemente amenazado el bienestar físico, mental y social del hombre. Este límite ha sido alcanzado o superado en numerosos casos.

En casi todos los países desarrollados aumenta la inquietud ante la creciente introducción en el agua de productos químicos y sustancias radiactivas que pueden ejercer sobre el hombre efectos fisiológicos tóxicos y cancerígenos. El Perú enfrenta severos problemas ambientales que se van agudizando a medida que la ciudad crece y se desarrolla. El sector industrial prácticamente carece de un marco legal apropiado para la regulación ambiental y vierte casi todos sus residuos al aire, agua o suelo sin tratamiento alguno. Casi el 100% del agua del río Rímac, la principal fuente de agua de Lima, se extrae y utiliza con fines domésticos o productivos. La extracción de agua subterránea excede la recarga natural, lo que provoca un descenso en el nivel de la napa freática de aproximadamente dos metros al año y favorece la intrusión de agua salada en las reservas acuíferas cercanas al litoral limeño. La urbanización acelerada también está erosionando las áreas verdes y agrícolas (necesarias para cultivos, recreación, recarga de la napa freática y embellecimiento del paisaje) a una velocidad alarmante.

La contaminación causa serios daños en la salud y bienestar de la población, afectando la calidad de vida y reduciendo la productividad económica. Asimismo, la inadecuada gestión ambiental de la ciudad reduce la disponibilidad de recursos naturales necesarios para desarrollar actividades generadoras de empleo e ingresos, tales como la industria, la agricultura, el turismo y la pesquería.

Tanto la cantidad como la calidad del agua influyen en la salud de las personas. El agua contiene, y a su vez es vehículo de una larga lista de agentes contaminantes biológicos y químicos. Además constituye el hábitat de seres acuáticos y vectores que transmiten organismos patógenos. Todos los problemas ambientales están fuertemente interrelacionados y los riesgos resultantes son estrechamente interdependientes. Esto se puede visualizar en el diagrama N° 1.1:



**Diagrama N° 1.1: Interrelación de los Problemas Ambientales.**

## 1.2 RUTAS DE EXPOSICIÓN A LA CONTAMINACIÓN (1 , 3)

Las rutas de exposición a la contaminación por agua pueden ser directas o indirectas. Las rutas directas incluyen: la ingestión de agua contaminada y el contacto durante actividades productivas, domésticas y recreativas.

Las rutas indirectas incluyen el consumo de cultivos regados con aguas servidas, la ingestión de alimentos preparados con agua contaminada y el consumo de pescado y mariscos contaminados por organismos patógenos, entre otros. Dichas rutas de exposición asociadas al agua que constituyen un riesgo para la salud de la población son:

- La ingestión de agua potable tratada de los ríos.
- El consumo de agua potable proveniente de pozos; los diversos usos (incluyendo la ingestión) de las aguas superficiales no tratadas.
- El consumo de agua subterránea proveniente de los pozos que no se encuentran bajo administración alguna.
- El consumo de alimentos regados, lavados o preparados con aguas sucias, o el consumo de pescados y mariscos provenientes de aguas contaminadas.
- El contacto con las aguas marinas contaminadas durante el baño o las actividades recreativas.
- La limitada disponibilidad de agua para los sectores que no cuentan con conexiones domésticas o cuyos servicios son deficientes.

Es importante saber, que la oferta de recursos hídricos en Lima es escasa. Las necesidades de todas las actividades productivas y no productivas se satisfacen mediante la explotación de las aguas subterráneas y las aguas superficiales de tres ríos: Rímac, Chillón y Lurín. Estas constituyen las fuentes de agua superficiales para todos los usos de consumo y no consumo: la generación de energía, la agricultura, la producción minera e industrial, las actividades comerciales, domésticas y sociales de la capital.

A pesar de constituir las únicas fuentes de agua superficial, los tres ríos son receptores de residuos líquidos y sólidos, contaminantes que producen las actividades urbanas y no urbanas. Para el caso del río Rímac, se han contabilizado 175 descargas de aguas residuales de origen minero, industrial y doméstico. En las zonas altas, el río se carga de agua contaminada, la misma que debe ser removida mediante costosos procesos de tratamiento aguas abajo.

Es sabido que se efectúan mediciones sistemáticas de la calidad del agua del río Rímac; Dichas mediciones son realizadas en base a lo estipulado en la Ley General de Aguas ( D.L. 17752-69 y D.S. 007-83 SA).(Ver Anexo 1).

Asimismo, es importante señalar que la calidad de las aguas de consumo también están sometidas a la legislación peruana (NTP 214-003).

Los peces son utilizados como indicadores sensibles de la contaminación tóxica, aunque la situación se complica porque las diferentes condiciones



ambientales pueden afectar en forma importante la toxicidad de un material en particular. Por lo que toca a los peces, dos son los factores ambientales más importantes: el oxígeno disuelto (OD) y la temperatura.

Los peces requieren un suministro mínimo de oxígeno para su actividad normal, que varía de entre 1,5 ppm para peces ordinarios y de 5 ppm para peces de pesca deportiva. En o cerca de estos niveles límites de OD, se entorpece la actividad de los peces y se incrementa su sensibilidad a las sustancias venenosas. De tal manera, si el OD tiene una saturación del 50%, disminuye al 70% el nivel al cual es tóxica la concentración de un metal pesado. El metabolismo de los peces está íntimamente ligado a la temperatura; un aumento en 10 °C incrementa su requerimiento de oxígeno 2 ó 3 veces. Sin embargo, la concentración de saturación de OD disminuye con el aumento de la temperatura, de manera que el efecto que tiene el elevar la temperatura es el de incrementar el requerimiento de oxígeno y, simultáneamente, se reduce el abastecimiento disponible del mismo.

Otro factor que tiene un efecto considerable en la toxicidad, es el pH.

Es común que se mida cómo actúan los materiales potencialmente tóxicos en los ríos por su efecto en los peces. La medida prescrita de toxicidad aguda es el límite de tolerancia medio (  $LT_m$ ) que se denomina dosis letal del 50% ( $DL_{50}$ ). Esta es la concentración de material sometido a prueba en la cual el 50% de los peces de prueba sobrevive en un período específico de exposición (normalmente de 48 a 96 horas). Ver Tabla N° 1.1.

**Tabla N° 1.1**  
**Algunos compuestos tóxicos para los peces**

| MATERIAL                        | PROCEDENCIA                  | DL <sub>50</sub> ( ppm) |
|---------------------------------|------------------------------|-------------------------|
| Aldrín                          | Insecticida                  | 0,02                    |
| Sulfonato de Alquil-<br>Benceno | Efluente de agua residual    | 3-12                    |
| Amoníaco                        | Efluente de agua Residual    | 2-3                     |
| Cloro                           | Efluentes Clorados           | 0,06                    |
| Sulfato de Cobre                | Procesos de Metales          | 0,1-2,0                 |
| Cianuro                         | Desechos de Cromo            | 0,04-0,1                |
| DDT                             | Insecticida                  | <0,1                    |
| Detergentes Sintéticos          | Efluente de agua<br>Residual | 15-80                   |
| Fluoruro                        | Fundición de Aluminio        | 2,5-60                  |
| Nitrato de Plata                | Desechos fotográficos        | 0,004                   |
| Zinc                            | Galvanizado                  | 1-2                     |

### 1.3 DETERGENTES (4 )

Los detergentes son aquellos agentes limpiadores o composiciones limpiadoras que manifiestan su actividad en solución.

Los detergentes están formados básicamente por un agente tensioactivo que actúa modificando la tensión superficial, disminuyendo la fuerza de adhesión de las partículas (mugre) a una superficie, por fosfatos que tienen un efecto ablandador del agua y flocculan y emulsionan a las partículas de mugre, y algunos otros componentes que actúan como solubilizante, blanqueador, bactericida, perfumes, abrillantadores ópticos (tinturas que dan a la ropa el aspecto de limpieza), etc.

La formulación química de un detergente comprende numerosos compuestos que pueden clasificarse según tres categorías generales: surfactante, estructurador y varios.

El surfactante de un detergente funciona como un agente humectante; se rebaja la tensión superficial del agua, lo que permite que ésta penetre más en el tejido textil. Además, las moléculas de surfactante forman puentes entre las partículas de suciedad y el agua. Así pues, el surfactante ayuda en la penetración, remojo, emulsificación, dispersión, solubilización y formación de espuma.

La principal función desempeñada por el estructurador de un detergente es la de agente secuestrante. Estos agentes se unen a los iones del agua dura. Los estructuradores más comunes son los polifosfatos (que precipitan

los iones metálicos, poseen una gran actividad de secuestro, suspensión y limpieza), pero es importante mencionar que también están presentes : álcalis (Hidróxido de Sodio, Carbonato y Bicarbonato de Sodio, que si bien es cierto no secuestran los iones metálicos y su efecto suspensor es muy escaso, mantiene el pH elevado que produce un buen efecto limpiador) , silicatos (son inhibidores efectivos de la corrosión y reducen la acción corrosiva que tienen los surfactantes sulfatados sobre el aluminio y otros metales que se usan en las lavadoras), sales neutras solubles (sulfato de sodio y cloruro de sodio que se comportan como coadyudantes o como diluyentes), algunas veces se agregan ácidos a los detergentes con el fin de disolver o aflojar por acción química la suciedad.

Los detergentes también contienen ingredientes varios como abrillantadores, perfumes, agentes antiredeposición y enzimas; usualmente, se encuentran pequeñas cantidades de estas sustancias, que son incorporados para llenar una o más de las siguientes funciones específicas: disminuir la redeposición de la suciedad sobre el sustrato cuando este se encuentre en el baño detergente; secuestrar iones de metales pesados en el detergente concentrado y en el baño limpiador diluido; aumentar el efecto espumante y la estabilidad de la espuma; aumentar el poder limpiador o el aspecto óptico de la limpieza; aumentar la solubilidad del detergente; inhibir los efectos nocivos que el detergente pueda tener sobre el sustrato (empañamiento del vidrio y la irritación de la piel).

#### 1.4 PRINCIPALES PROBLEMAS DE CONTAMINACIÓN OCASIONADOS POR LOS DETERGENTES (5, 7, 8)

A medida que se liberaban más y más detergentes en las aguas naturales, a través de los vertidos de aguas residuales, fue poniéndose de manifiesto lentamente que aquellos persistían en el ambiente. Dentro de los principales problemas considerados perjudiciales en el uso indiscriminado de los detergentes podemos mencionar:

1° Formación de Espumas: Inhiben o paralizan los procesos de depuración natural (ó artificial), concentran las impurezas y pueden diseminar las bacterias o los virus. Es suficiente una concentración de tensioactivos aniónicos de 0,3 mg/L para producir una espuma estable.

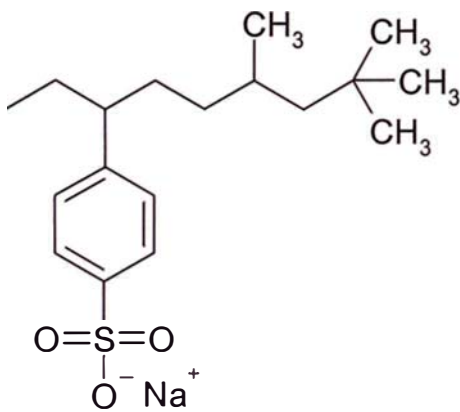
Asimismo, el sabor a jabón que se detecta para contenidos netamente superiores al umbral de formación de espuma.

Las moléculas de detergentes tienden a formar capas, sobre la superficie del agua, con la cabeza polar hidrofílica en el agua y la cadena larga de hidrocarburo hidrofóbico, no polar, en el exterior del agua. Cuando la concentración de detergente es suficientemente alta, el sistema se vuelve estable gracias a la producción de una interfaz agua – detergente – aire de área superficial grande, creándose la muy visible y conocida espuma.

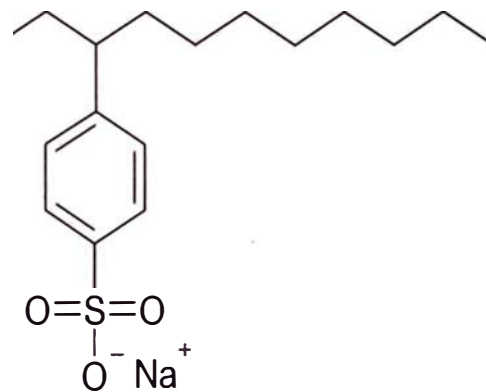
El origen de la espuma se debía a los surfactantes de los detergentes. Se suponía que las bacterias ambientales podían descomponer rápidamente

estos surfactantes en compuestos más simples, como en el caso de los jabones( se suponía que los surfactantes eran biodegradables). Resultó que éste no era el caso y que los surfactantes experimentaban sólo una lenta degradación. En consecuencia, persistían en el ambiente durante períodos prolongados y escapaban al tratamiento de las aguas residuales. El problema se solucionó alterando químicamente la estructura molecular de los surfactantes y haciéndolos más vulnerables a las bacterias.

La alteración química supuso la sustitución de las cadenas ramificadas de carbono (que se biodegradan con lentitud) de los primeros surfactantes por cadenas lineales (que se biodegradan con rapidez). Se pueden ver las diferencias en cuanto a estructura entre los surfactantes ramificados y los lineales.



Surfactante que se biodegrada  
con lentitud.



Surfactante que se biodegrada  
con rapidez.

- 2° Disminución de la absorción de oxígeno de la atmósfera y de su disolución, aún en ausencia de espuma, por aparición de una película aislante que se forma en la superficie.
- 3° Toxicidad en la agricultura: al utilizar aguas negras que contengan tensioactivos para irrigación, se pueden contaminar los suelos y por consiguiente, los cultivos. Así por ejemplo se ha observado que el ABS inhibe en un 70% el crecimiento de las plantas como el girasol en concentraciones de tan solo 10 ppm y en un 100% a 40 ppm.
- 4° Toxicidad en la vida acuática: no es posible dar un límite de toxicidad debido a que la sensibilidad de cada organismo varía con relación a la especie, tamaño, tipo de tensioactivo y otros factores físicos del medio ambiente.
- 5° El aumento del contenido de fosfatos en los detergentes procedentes de los polifosfatos que se usan en combinación con los tensioactivos: favorece la eutroficación de los lagos (transparencia reducida, crecimiento de biomasa, déficit de oxígeno en capas profundas, aparición de algas, cambio de coloración verde a marrón) y el desarrollo de plancton en los ríos. En algunos países se han reemplazado los fosfatos por sales del ácido nítrilo triacético (NTA).

Las preocupaciones ambientales del momento con respecto a los detergentes están relacionadas con el tipo de estructuradores utilizados y no con el surfactante. El principal estructurador empleado en los

detergentes es el  $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ . Esta sustancia no acarrea problemas ambientales, ya que el ión  $\text{P}_3\text{O}_{10}^{-5}$  experimenta una lenta reacción de hidrólisis en el ambiente hasta convertirse en ortofosfatos, los cuales carecen de toda toxicidad, según la siguiente reacción :



Los estructuradores con polifosfatos son motivo de honda preocupación ya que tanto ellos como los productos resultantes de su hidrólisis contienen obviamente fósforo, que se halla implicado en el proceso de eutrofización.

En 1945, cuando el uso de detergentes empezó a aumentar el potencial efecto fertilizador del fósforo incluido en la formulación, probablemente no se consideró importante. Hoy en día se reconoce que la amplia aceptación y uso de los detergentes conduce a dicha presencia que no debe desdeñarse.

En general, se acepta que el uso de detergentes sea el causante del 50% de los fosfatos presentes en las aguas residuales: cerca de las grandes ciudades, donde existe poca dilución de aquellas, algunas estimaciones indican que los detergentes son responsables de hasta el 70%.

Debido al rápido incremento en la eutrofización de las aguas naturales (el problema es considerado preocupante en un 10 a 12% de las aguas naturales de los Estados Unidos ), se han efectuado varias propuestas con



el fin de limitar el uso de fosfatos en los detergentes, o de eliminarlos por completo de los mismos. El eliminar los fosfatos de los detergentes ha resultado objeto de controversia, ya que se sabe con toda certeza que la disminución de los niveles de fosfatos en las aguas naturales frenaría de hecho el proceso de eutrofización.

Los fabricantes de detergentes han empleado dos métodos en un intento de reducir o eliminar por completo el contenido en fosfatos de los mismos:

- 1) Sustitución de los estructuradores con fosfatos por sustancias con propiedades similares.
- 2) Empleo de surfactantes que funcionen sin estructuradores de tipo secuestrante.

Se ha examinado y sometido a pruebas, usando sustitutos parciales o totales de los estructuradores con fosfatos. El sustituto a sido difícil de encontrar debido a las características de los fosfatos:

- 1) Los fosfatos no son tóxicos para la vida acuática ni son nocivos para la salud de las personas.
- 2) Los fosfatos pueden usarse con seguridad sobre colores, tejidos y fibras de todo tipo. Esto es muy importante, con la utilización y disponibilidad de tantas fibras sintéticas.
- 3) Los fosfatos pueden usarse con seguridad en las máquinas de lavar, pues no son corrosivas ni inflamables.

Los fosfatos presentan otras características desde el punto de vista de la pureza del agua:

- 1) Se descomponen satisfactoriamente mediante hidrólisis en las plantas depuradoras y en las aguas superficiales. Después de degradarse ya no se comportan como agentes secuestrantes.
- 2) No interfieren con otros procedimientos de tratamiento de residuos.
- 3) Pueden eliminarse con efectividad de las aguas residuales en las centrales depuradoras.
- 4) Su estructura química y sus reacciones ya se conocen muy bien, y han sido investigadas y documentadas durante años.

Otra desventaja de usar grandes cantidades de fosfatos en los detergentes, es que el fósforo es uno de los elementos vitales necesarios para el crecimiento de cultivos alimenticios, y estos son usados profusamente en fertilizantes que contienen fósforo en forma de fosfatos. Sin embargo, las fuentes de fosfatos son limitadas y a futuro se podría reducir al grado en que se pudiera afectar la producción de alimentos.

6° Eutricación: la palabra proviene del griego "bien alimentado"; constituye un proceso natural de envejecimiento, en el que el lago sobrealimentado acumula grandes cantidades de material vegetal en descomposición en su fondo. Esto tiende a llenar el lago y hacerlo menos profundo, más tibio y con gran acumulación de nutrientes. Las plantas se apoderan del lecho del lago conforme se va llenando y se

convierte poco a poco en un pantano para transformarse por último en un prado ó un bosque. Es un proceso natural de envejecimiento de un lago que se puede desarrollar en un periodo de cientos de años. Al ingresar grandes cantidades de detergentes, de los que como vimos anteriormente el 50% en peso son fosfatos, los cuales son excelentes nutrientes para las plantas, y éstos sumados con los nutrientes ya existentes en un cuerpo de agua, se acelera el proceso de eutricación antes mencionado, a tan sólo cuestión de unas décadas. Si hay un excesivo crecimiento de las plantas acuáticas, éstas tienden a cubrir la superficie del cuerpo de agua, impidiendo el libre intercambio de oxígeno y bióxido de carbono; al morir estas plantas, se descomponen en el lago consumiendo el oxígeno presente en éste, al cabo de un tiempo ya no hay oxígeno disponible y la descomposición tiene que hacerse en forma anaerobia, esto es, en ausencia de oxígeno, dando por consecuencia productos secundarios como metano, amoniaco, sulfuro de hidrógeno y otros compuestos que le confieren al cuerpo de agua un olor desagradable. Otro factor que se debe tomar en cuenta, es que los peces presentes en el cuerpo de agua también necesitan oxígeno disuelto en el agua para poder respirar y si éste se consumió con la degradación de las plantas muertas, entonces también los peces morirán. Todos estos procesos implican como consecuencia una

degeneración de la calidad de las condiciones, tanto del agua como de la vida animal y vegetal del cuerpo de agua.

- 7° Aumento progresivo del contenido de boro en las aguas superficiales y profundas procedente de las grandes cantidades de perborato sódico usado en determinados tensioactivos. Asimismo, algunos detergentes contienen enzimas, las cuales atacan sustratos orgánicos específicos.
- 8° Entre otros efectos secundarios producidos por los detergentes es que afectan procesos de tratamiento de las aguas residuales, por ejemplo: cambios en la demanda bioquímica de oxígeno y en los sólidos suspendidos, efectos corrosivos en algunas partes mecánicas de las plantas, interferencias en el proceso de cloración y en la determinación de oxígeno disuelto y algunos aditivos en los detergentes pueden intervenir en la formación de flóculos (agrupaciones de partículas suspendidas).

## 1.5 DETERGENTES DOMESTICOS (6,9)

El principal mercado de la formulación de detergentes es el uso doméstico como lavado de ropa, trastos, pisos y otros sustratos domésticos.

El desarrollo de la formulación de detergentes y de sus propiedades ha sido gradual. En las sociedades primitivas las personas limpiaban la ropa golpeándola sobre las rocas cerca de una corriente. El jabón se conoce tal vez desde la época de Abraham y con seguridad desde el año 600 a.C. cuando los fenicios lo fabricaban con sebo de cabra y cenizas de madera. En el siglo XVIII la fabricación de jabón se difundió en Europa y Norteamérica y a fines del siglo había llegado a ser una gran industria.

En 1907 la compañía alemana Henkel lanzó al mercado la primera formulación de detergente.

El primer detergente sintético fue el aceite de ricino sulfatado, que se usó en la industria textil desde 1834. El primer detergente aniónico sintético lo preparó en 1930 la Shell Chemical Co.

La Primera Guerra Mundial tuvo un efecto adverso sobre la disponibilidad de las materias primas necesarias para la fabricación del jabón, tanto por ser consideradas productos estratégicos, como por la necesidad de desviar las grasas animales al consumo humano.

Ello obligó a intensificar la búsqueda de nuevas sustancias capaces de sustituir al jabón, lo que lograron, casi simultáneamente, los investigadores norteamericanos W. Harkins e Irving Langmuir (Premio Nobel de Química

1932) al encontrar, en 1917, ciertas sustancias sintéticas con propiedades similares a las de los jabones.

Después de la Segunda Guerra Mundial la rápida disponibilidad de hidrocarburos procedentes de la industria petroquímica en desarrollo hizo atractiva la idea de que existiese un sistema de detergentes barato y eficiente.

Hasta 1970 un detergente típico de lavandería de gran potencia contenía 50% de tripolifosfato de sodio y sólo un 18% de sulfato de alquilo.

Los fabricantes de detergentes son de la opinión de que, si se rebaja el contenido en fosfatos de sus productos sin un sustituyente apropiado, la mayoría de personas simplemente usarán más detergentes con el fin de conseguir resultados que le satisfagan. El resultado neto sería más o menos la misma cantidad de fosfatos en las aguas residuales, pero a un costo superior para los consumidores.

La búsqueda de combinaciones útiles de surfactantes y estructuradores de tipo no secuestrante ha tenido un éxito moderado. Los surfactantes se combinan con estructuradores que aumentan sustancialmente la alcalinidad, y que precipitan los iones del agua dura en lugar de secuestrarlos. Los estructuradores comúnmente usados son carbonatos y silicatos. Estos estructuradores presentan algunas desventajas. La formación de residuos de sales de Calcio y Magnesio es una de ellas. Los estructuradores secuestrantes mantienen en solución a los metales. Los

estructuradores precipitantes confieren una alcalinidad mucho mayor al agua para lavar que los fosfatos. Los detergentes con estos últimos producen un pH entre 9 y 10,5 en el agua para lavar. Los detergentes sin fosfatos hacen que por lo general el agua tenga un pH entre 10,5 y 11. Una solución con un pH de 11 y más se aproxima al valor en que la corrosión de la piel, graves irritaciones oculares y la toxicidad por ingestión llegan a constituir un problema. A unos valores de pH tan elevados las soluciones aparentemente forman geles con los tejidos protéicos y son difíciles de eliminar antes de que se originen daños graves.

## 1.6 PRESENCIA DE DETERGENTES EN AGUAS (1, 3)

La contaminación del agua es la descarga por el hombre de sustancias en el ambiente acuático, que tienen riesgos para la salud humana, daña los recursos vivos y los ecosistemas acuáticos, impide su uso para fines recreativos o interfiere otros usos legítimos del agua.

En las aguas residuales, los detergentes sintéticos usados proceden sobre todo de los hogares y en menor grado de las industrias. Por el contrario, las fábricas vierten principalmente otras sustancias orgánicas sintéticas en forma de residuos de la producción o de líquidos residuales procedentes de las distintas operaciones del proceso de fabricación. La naturaleza y la concentración de los productos vertidos en el agua varían según el tipo de industria y las condiciones de fabricación. El tratamiento de los efluentes antes de llegar a los cursos de agua permite normalmente modificar la concentración y, en el caso de las sustancias inestables, la naturaleza y la concentración de sus productos de descomposición intermedios y finales. La penetración, con frecuencia en concentraciones apreciables, de los productos orgánicos de síntesis en las aguas superficiales y subterráneas está ampliamente demostrada por la presencia de las desagradables espumas que cubren los ríos, los estanques y los lagos o que emergen de los pozos y manantiales. Teniendo en cuenta que los detergentes aniónicos estables, principales responsables de esos signos visibles de contaminación del agua, no son tóxicos en las concentraciones



habitualmente observadas, las medidas adoptadas contra su empleo se basan ante todo en razones estéticas. Sin embargo, siendo aún el gusto y el aspecto del agua suministrada factores secundarios en relación con su inocuidad, no se pueden tratar a la ligera. Tiene también interés la inclusión en las preparaciones de detergentes los llamados "aditivos" que, entre otras sustancias, contienen polifosfatos que actúan como agentes de ablandamiento. Esos productos tampoco son tóxicos, pero constituyen elementos fundamentales en la eutroficación de los lagos y de otras masas profundas de agua. Al facilitar elementos nutritivos esenciales a las algas, las diatomeas y otros componentes del plancton, los fosfatos aumentan el número y la importancia de las eflorescencias o crecimientos repentinos de esos organismos. Se forman así espumas desagradables y malolientes, que dificultan el disfrute del agua por parte de los bañistas, además de obstaculizar la producción de cantidades suficientes de agua cuyo gusto sea satisfactorio.

Los detergentes disminuyen el paso de oxígeno a través del plano de interferencia aire-agua, fenómeno de una gran importancia económica.

Salvo algunas excepciones, no se conoce con certeza la toxicidad de los nuevos productos de síntesis que llegan al agua potable y no puede esperarse una adquisición rápida de los conocimientos indispensables hasta que no se logre identificar la naturaleza y la concentración de los contaminantes de interés.

La historia de la contaminación por los detergentes ilustra las consecuencias que puede tener la introducción de un nuevo tipo de contaminante microquímico en el medio acuático y las medidas que se han adoptado para reducir los riesgos causados. Las preparaciones de detergentes para uso doméstico, contenían como elemento fundamental un Sulfonato de Alquilbenceno (molécula que comprende un núcleo bencénico al que están unidos un grupo de sulfonato sódico y una cadena alquílica que comprende en general ocho o más átomos de carbono).

Pronto se puso de manifiesto que ese tipo de sustancias tensioactivas era especialmente resistente a la descomposición de los agentes bacterianos. En ese sentido resultaban muy distintas de los jabones a los que sustituían, pues éstos se descomponen con rapidez y no plantean ningún problema especial en las aguas en las que son finalmente vertidos.

A causa de su resistencia a los agentes bacterianos, los primeros tipos de sulfonatos de alquilbenceno sólo eran parcialmente descompuestos en el curso del tratamiento de las aguas usadas y el efluente de las instalaciones contenía la mitad aproximadamente de la cantidad inicial de detergentes. Una de las propiedades peculiares de esas sustancias consiste en disminuir la velocidad de disolución del oxígeno gaseoso en los líquidos. Teniendo en cuenta que la purificación del agua de alcantarillado por la acción bacteriana es fundamentalmente un proceso aerobio, es muy importante que el líquido contenga una cantidad suficiente de oxígeno disuelto y para

obtener ese resultado ha de recurrirse a costosos métodos de aeración. Así, la presencia de restos de detergentes ha aumentado en gran manera el costo del tratamiento de las aguas residuales al dificultar el proceso en cuestión. Si no se dispone de instalaciones especiales de aeración, disminuye en gran manera la calidad del efluente tratado.

Los residuos vertidos en las aguas superficiales son también una causa importante de contaminación. Es conocida la presencia de desagradables espumas en los ríos, en especial aguas debajo de los puntos de turbulencia. Otro efecto menos visible, pero no menos grave, es la disminución de la velocidad de disolución del oxígeno del aire en las aguas superficiales, que reduce a su vez la velocidad de los procesos de autopurificación aguas debajo de los puntos de descarga de los efluentes. Algunos investigadores han afirmado además que los restos de detergentes ejercen un efecto nocivo sobre las plantas y los animales acuáticos. Es probable que ello suceda si los residuos alcanzan una concentración excepcionalmente elevada.

Debido a lo antes mencionado, el tema de la acumulación de los detergentes en los cuerpos de agua ha llamado profundamente la atención de los investigadores y se están realizando muchas investigaciones para aumentar la biodegradabilidad de los detergentes.

Asimismo se han desarrollado diversos métodos de análisis químico para la determinación de surfactantes en las aguas, tales como:

- Determinación de Surfactantes por Separación.
- Determinación de Surfactantes Aniónicos por el método Espectrofotométrico del azul de metileno.
- Determinación de Surfactantes No Iónicos usando el reactivo de Dragendorff.

El impacto ambiental que estamos causando al medio ambiente podría parecernos a primera vista exagerado y poco probable de que esté sucediendo o que se presente en un futuro inmediato. Sin embargo, si tomamos en cuenta la cantidad de agua que usamos para lavar la ropa, quitarle el jabón a los utensilios de cocina que tienen grasa y residuos de comida, dejar limpio el auto y bañarnos; podríamos imaginar el volumen de agua contaminada con detergentes que estamos arrojando al drenaje y de ahí a los depósitos de aguas negras y lagunas de oxidación, para terminar finalmente en un efluente natural o un cuerpo de agua. De esta forma, lenta pero constantemente estamos ayudando a que se intensifiquen todos los efectos ya mencionados.

Recordemos que sólo estamos de paso y que el mundo donde vivimos sólo es prestado y por no ser nuestro y más que todo porque va seguir siendo utilizado, debemos preocuparnos un poco por cuidarlo.

## 1.7 NORMAS AMBIENTALES NACIONALES E INTERNACIONALES

### 1.7.1 NACIONALES (15 )Ver Anexo 1.

La normatividad ambiental en el Perú se inicia formalmente en la Constitución Política del Perú de 1979, que en su artículo 123° establece:

“Todos tiene el derecho de habitar en ambiente saludable, ecológicamente equilibrado y adecuado para el desarrollo de la vida y la preservación del paisaje y la naturaleza. Todos tienen el deber de conservar dicho ambiente. Es obligación del Estado prevenir y controlar la contaminación ambiental.”

Lo que se ratifica en la Constitución Política de 1993. En el país se han promulgado diversas normas relacionadas con la protección de los recursos hídricos, tales como la Ley General de Aguas y sus Reglamentos en 1969, posteriormente revisados en 1983, en la cual indica la prohibición de efectuar descargas de desechos de sustancias contaminantes en el agua, aire o suelo sin haber adoptado las precauciones de depuración en la forma que señalan las normas sanitarias y de protección del ambiente. Siendo los puntos centrales de su articulado los siguientes:

- No existe propiedad privada de las aguas ni derechos sobre ellas.
- El Estado deberá formular la política general de su utilización y desarrollo, planificar, administrar sus usos, así como inventariar y evaluar su potencial, también conservar, preservar, mantener actualizados los estudios hidrológicos, hidrobiológicos, hidrogeológicos, meteorológicos, que fuesen necesarios en las cuencas del país.
- El ámbito de aplicación comprende las aguas marítimas, terrestres y atmosféricas del territorio nacional ( golfos, bahías, ensenadas , nevados glaciares, ríos y sus afluentes, lagos, lagunas y embalses, subterráneas, minero medicinales, servidas, de desagüe agrícola, filtraciones y drenaje, entre otras).
- Nadie podrá variar la naturaleza o calidad de las aguas, ni alterar los cauces ni el uso público de los mismos sin la correspondiente autorización.
- Nadie podrá impedir, alterar, modificar o perturbar el uso legítimo de las aguas.
- Está prohibido verter o emitir cualquier residuo, sólido, líquido o gaseoso que pueda contaminar las aguas, causando daños o poniendo en peligro la salud humana o el normal desarrollo de la flora o fauna o comprometiendo su empleo para otros usos. Podrán descargarse únicamente cuando: sean sometidos a los

necesarios tratamientos previos; se compruebe que con lanzamiento submarino no se causará perjuicio para otro uso en otros casos que autorice el Reglamento.

- Está prohibido verter a las redes públicas de alcantarillado, residuos con propiedades corrosivas o destructoras de los materiales de construcción o que imposibiliten la reutilización de las aguas receptoras.
- El Estado otorgará el uso de las aguas preferentemente para fines domésticos y abastecimiento de poblaciones, que comprenderá la satisfacción de las necesidades primarias y sanitarias de la población como conjunto humano.
- El orden de preferencia en el uso de las aguas es el siguiente:
  - a. Para las necesidades primarias y abastecimientos de poblaciones.
  - b. Para criar y explotar de animales.
  - c. Para agricultura.
  - d. Para usos energéticos, industriales y mineros.
  - e. Para otros usos.

## LEY GENERAL DE AGUAS (16)

Artículo 81°: Especifica la clasificación de la calidad de los cuerpos de agua.

- I. Aguas de abastecimiento doméstico con simple desinfección.
- II. Aguas de abastecimiento doméstico con tratamiento equivalente a procesos combinados de mezcla y coagulación, sedimentación, filtración y cloración, aprobados por el Ministerio de Salud.
- III. Aguas para riego de vegetales de consumo crudo y bebida de animales.
- IV. Aguas de zonas recreativas de contacto primario (baños similares).
- V. Aguas de zonas de pesca de mariscos bivalvos.
- VI. Aguas de zonas de Preservación de Fauna Acuática y Pesca Recreativa o Comercial.

Artículo 82°: Límites permisibles.

1. Límites de Sustancias o Parámetros Potencialmente Perjudiciales.

Aplicables en los Usos I, II, III, IV.



**Tabla 1.2**

**Límites Permisibles de Sustancias Potencialmente Perjudiciales**

**(Valores expresados en ppm)**

| MUESTRA                                 | I - II | III | IV  |
|---|--------|-----|-----|
| Material extraíble en Hexano            | 1,5    | 0,5 | 0,2 |
| Sustancias activas al Azul de Metileno  | 0,5    | 1,0 | 0,5 |
| Columna de Carbón activa por Alcohol    | 1,5    | 5,0 | 5,0 |
| Columna de Carbón activa por Cloroformo | 0,3    | 1,0 | 1,0 |

## 1.7.2 INTERNACIONALES

### 1. ARGENTINA (17)

- Decreto 776/92, regula los vertidos de Desagües en Capital y Gran Buenos Aires, es en este decreto donde los Tensioactivos se cuantifican como Sustancia Reactivas al Azul de Ortotolidina (SRAO).

Límites Permitidos SRAO para colector: Cloacal 5 ppm  
Pluvial 5ppm

- Ley 5965/58, en esta ley se cuantifica a los Tensioactivos como aquellas Sustancias Activas al Azul de Metileno (SAAM).

Límites Permitidos SAAM: para colector: Cloacal 10ppm  
Pluvial 2ppm

### 2. VENEZUELA (18)

- Decreto N° 2.211 del 23 de Abril de 1992, Normas para el Control de la Generación y Manejo de Desechos Peligrosos.
- Decreto N° 2.222 del 23 de Abril de 1992, Normas sobre Clasificación de las Aguas y Medidas de Control de Calidad de los Vertidos en la Cuenca del Olago de Maracaibo.

Detergentes (límite permisible): <0,2 ppm

### 3. CHILE (19)

- Norma Chilena sobre Residuos Industriales Líquidos.  
NCh 2313/27.Of 1998.Método de Análisis. Parte 27:  
Determinación de surfactantes aniónicos. Método para  
Sustancias activas al azul de metileno.
- Norma Chilena sobre Calidad de Agua de Mar  
NCh 411/3. Of 1996.  
Detergentes (límite permisible): <0,2 ppm

### 4. BRASIL(20)

- Norma Brasileira para aguas. NBr 10738/89.  
Determinación de surfactantes aniónicos. Método para  
Sustancias activas al azul de metileno.  
Detergentes (límite permisible): <0,2 ppm

### 5. COLOMBIA (21)

- Decreto N° 1594 del 26 de Junio de 1984, Normatividad sobre  
el Medio Ambiente. Ministerio de Agricultura. Capitulo IV, De los  
Criterios de Calidad para Destinación del Recurso.

Los criterios de calidad admisibles de sustancias activas al azul de metileno son:

|   |          |
|---|----------|
| Aguas para consumo humano y doméstico:                              | 0,5 ppm  |
| Aguas para fines recreativos:                                       | 0,5 ppm  |
| Aguas para preservación de flora y fauna en aguas dulces y de mar : | 0,143ppm |

#### 6. MÉXICO (22)

- Norma Oficial Mexicana NOM-CCA-026-ECOL/1993.

Límite de sustancias activas al azul de metileno en:

|   |        |
|---|--------|
| Aguas Residuales de restaurantes y hoteles: | 3 ppm  |
| Aguas Residuales de industria de jabón:     | 10 ppm |
| Aguas Residuales de alcantarillado urbano:  | 30 ppm |

## CAPITULO II

### TENSIOACTIVOS

#### 2.1 GENERALIDADES (12)

El principal responsable de la Detergencia es un compuesto químico llamado Tensioactivo (también conocido como surfactante ó agente de superficie activa) constituido por moléculas muy largas, normalmente de hidrocarburos. Uno de los extremos de éstas moléculas tiene afinidad por el agua y por los disolventes polares, por lo que recibe el nombre de “extremo hidrófilo o hidrofílico”, mientras que el otro extremo tiene afinidad por las grasas y los compuestos no polares y se llama “extremo hidrófobo o hidrofóbico”.

El extremo hidrófilo tiene tal afinidad por el agua, que confiere solubilidad al compuesto.

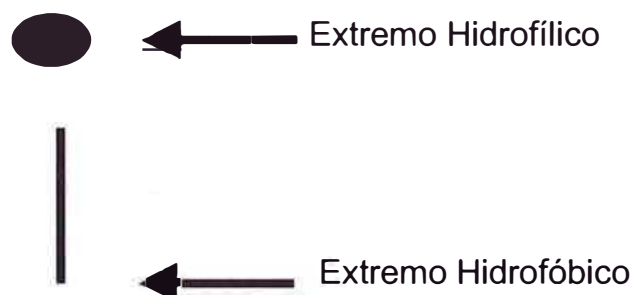


Diagrama N° 2.1: Representación de un Tensioactivo

Cuando estos productos se disuelven en un líquido, tienen la propiedad de concentrarse, preferentemente, en la superficie de las interfases líquido-gas, líquido-líquido o líquido-sólido, por lo que se les llama agentes de superficie, así como de reducir la tensión superficial, denominándoseles por ello, tensioactivos.

No todos los compuestos con las características descritas son tensioactivos, para ello deben cumplir los siguientes requisitos:

- a) Poseer una longitud de cadena hidrófoba de, al menos, ocho átomos de carbono. El carácter hidrófobo aumenta con el número de átomos de carbono y se reduce al disminuir el número de enlaces etilénicos, o con la formación de ciclos. Por eso, en la fabricación de jabones se utilizan, principalmente, los ácidos palmítico, oleico y esteárico, con 16, 17 y 18 átomos de carbono, respectivamente.
- b) Alcanzar una polaridad mínima, esto es, un balance adecuado grupo hidrófilo / grupo hidrófobo, en la molécula.
- c) Poder formar agregados micelares.

El proceso de solubilización de la suciedad, que ejercen los tensioactivos, se puede explicar del siguiente modo:

Cuando se disuelve en el agua una pequeña cantidad de tensioactivo, sus moléculas se orientan en la interfase agua-aire, con el extremo hidrófilo en el agua y el hidrófobo en el aire. Al añadir más tensioactivo, se alcanzará la

saturación de la superficie y el exceso de moléculas pasará a la solución, donde podrá formar, en función de la concentración, unos agregados especiales de moléculas de tensioactivos llamados “micelas”.

En una primera aproximación, una micela podría considerarse como un conjunto de moléculas cuyos extremos hidrófobos se orientan hacia un mismo punto central, quedando los extremos hidrófilos orientados hacia el exterior, adoptando el conjunto una forma esférica.

Si ahora la solución de tensioactivo con estructura micelar, encuentra una partícula de grasa, los extremos hidrófobos de las moléculas de tensioactivos se sitúan alrededor de ella, manteniéndola en el centro de la micela, lo que equivale a ponerla en solución.

En las siguientes figuras se resume el proceso de solubilización de la suciedad paso a paso:

1. Saturación de la interfase agua-aire con moléculas de tensioactivo, formación de micelas y saturación de la interfase agua-suciedad con las moléculas citadas.

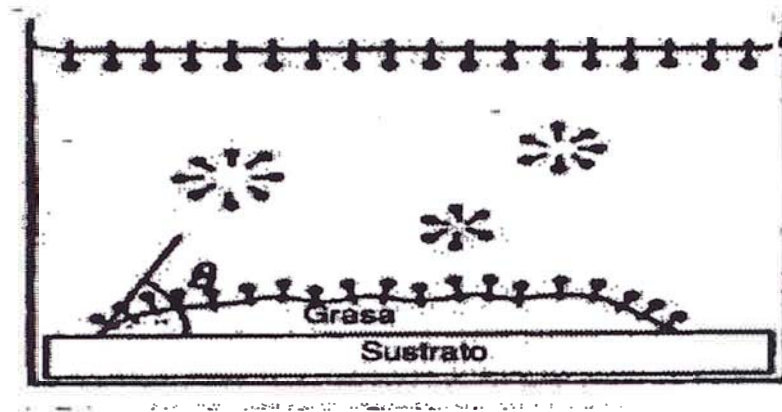


Figura N° 2.1: Formación de Micelas y fijación de la grasa.

2. El tensioactivo disuelto en la superficie de la suciedad, modifica el ángulo de contacto entre ésta y el sustrato sólido en el que está depositada. Luego, la suciedad comienza a abultarse, aumentando su resistencia al roce del agua durante la agitación.

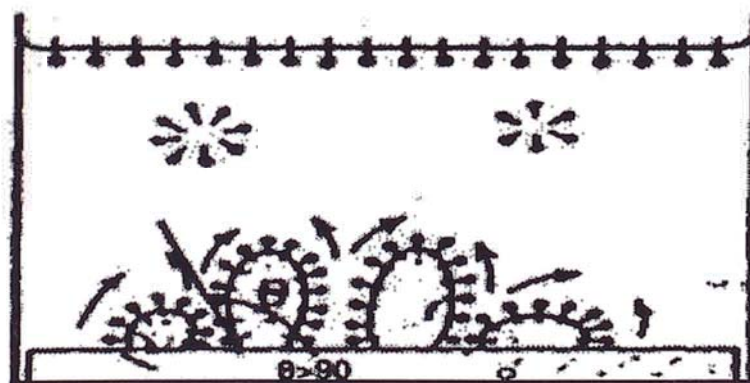


Figura N° 2.2: Modificación de la Unión Suciedad-Sustrato.



3. Las corrientes hidráulicas producidas por la agitación provocan el desprendimiento de la suciedad en forma de partículas macroscópicas, que pasan a ser el centro de las micelas.

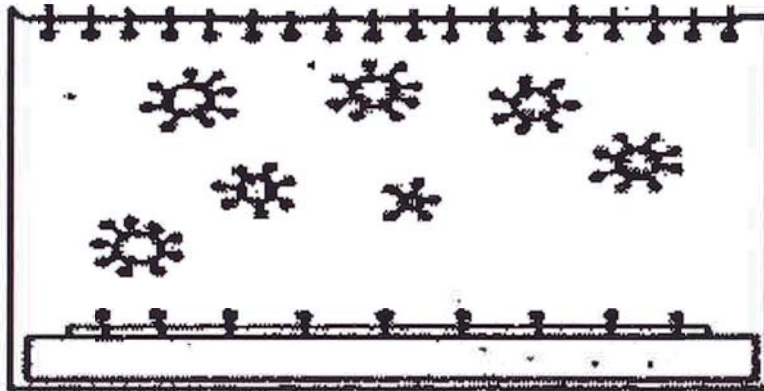


Figura N° 2.3: Emulsión de la suciedad por las micelas y agitación.

La utilización del jabón como detergente, presenta tres puntos débiles. Precipita en presencia de iones de Calcio y Magnesio. Es ineficaz en medio ácido y es poco soluble en presencia de electrolitos.

Científicos alemanes encontraron que el causante de tales deficiencias era el grupo carboxilo ( $-\text{COO}^-$ ), por lo que decidieron transformarlo, por hidrogenación, en alcohol, naciendo así la rama de tensioactivos llamada alcoholes grasos saturados. Posteriormente se sulfataron éstos alcoholes, dando lugar a otra rama de tensioactivos: los alcoholes grasos sulfatados

(  $\text{CH}_2\text{-O-SO}_3^-$  ). Estas transformaciones y otras que fueron surgiendo, propiciaron el nacimiento de una potente industria química, la industria de los tensioactivos, con aplicaciones en infinidad de campos, tales como: detergencia, farmacia, cosmética, alimentación, pinturas, plásticos, etc.

Los tensioactivos se caracterizan fundamentalmente por disminuir la tensión superficial e interfacial, como consecuencia de ello, estas sustancias presentan las siguientes propiedades:

- Actúan como detergentes.
- Son espumantes.
- Tienen capacidad solubilizante.
- Son emulsionantes.
- Se comportan como humectantes.
- Actúan como dispersantes.

## 2.2 TENSIÓN SUPERFICIAL (10)

Una molécula en el interior de un líquido está sometida a la acción de fuerzas atractivas de cohesión (fuerzas débiles de Van der Waals) en todas las direcciones, siendo la resultante de todas ellas una fuerza nula. Pero si la molécula está situada en la superficie del líquido, está sometida a la acción de fuerzas de cohesión que no están balanceadas cuya resultante es una fuerza perpendicular a la superficie dirigida hacia el interior del líquido. Por lo que las moléculas de la superficie tienen más energía que las moléculas interiores y tienden a irse al seno del líquido ; por tal razón, la superficie tiende a contraerse o reducirse formando una tensión en la superficie y ocupar el área más pequeña posible. De aquí que sea necesario consumir cierto trabajo para mover las moléculas hacia la superficie venciendo la resistencia de éstas fuerzas. Se define entonces cuantitativamente la tensión superficial como el trabajo que debe realizarse para llevar moléculas en número suficiente desde el interior del líquido hasta la superficie para crear una nueva unidad de superficie. Debido a estas fuerzas la superficie tiende a contraerse y a ocupar el área más pequeña posible. Si se trata de una gota libre tiende a tomar la forma esférica.

### 2.3 FORMACION MICELAR (10,23)

Cuando la estructura molecular de un compuesto es tal que su molécula contiene partes solubles en agua y otras insolubles, el comportamiento del compuesto frente al disolvente cambia, ya que no se distribuyen uniformemente, siendo su concentración en la superficie de éste y en sus proximidades, mayor que en el resto del líquido. Los tensioactivos debido a su estructura polar-apolar de su molécula presentan este fenómeno y disminuyen la tensión superficial del agua en concentraciones por debajo de la concentración en la que el tensioactivo ha cubierto la totalidad de la superficie. Arriba de esta concentración las moléculas de tensioactivo se dirigen hacia al interior del líquido formando agregados de moléculas sencillas de tensioactivos resultando una estructura con una orientación específica de alto peso molecular a partir de la cual se observan cambios bruscos en las propiedades fisicoquímicas como en su conductividad, presión osmótica, turbidez, tensión superficial. A esta concentración a la cual se da este cambio se le llama concentración micelar crítica (CMC).

## 2.4 CONSTITUCION QUÍMICA DEL TENSIOACTICO ( 10 )

Todos los agentes de superficie activa o tensioactivos contienen en su molécula, uno o varios grupos hidrofílicos, de tipo iónico y no iónico y generalmente una estructura hidrocarbonada lipofílica no polar.

Es importante examinar algunos de los tipos más usuales de grupos lipofílicos y hidrofílicos que intervienen en la mayoría de los agentes tensioactivos comerciales.

### 2.4.1 Grupos Lipofílicos.

La parte lipofílica de la molécula puede estar constituida por una variedad de estructuras alifáticas o alifático-aromáticas, puesto que las materias primas utilizadas en su preparación son hidrocarburos alifáticos saturados o insaturados, ramificados o lineales e hidrocarburos aromáticos formados por anillos simples o condensados. Dentro de estos grupos alquílicos, los de mayor uso en la industria de productos de superficie activa, son los de cadena lineal ya que tienen la ventaja de ser biodegradables rápidamente, lo que no ocurre con los de cadena ramificados.

1. Cadenas alquílicas lineales de  $C_8$  a  $C_{18}$  derivados de ácidos grasos naturales. Estos se pueden usar como tal, o como intermediarios de síntesis de agentes tensioactivos.

2. Cadenas alquílicas de  $C_3$  a  $C_6$  frecuentemente unidos a núcleos aromáticos como benceno o naftaleno.
3. Cadenas alquílicas olefínicas de  $C_8$  a  $C_{18}$  o más, obtenidas por polimerización de propeno, isobuteno e isómeros de penteno y hexeno. Estas olefinas se utilizan ampliamente en la alquilación de fenol y benceno.
4. Hidrocarburos lipofílicos derivados del petróleo, en el rango de  $C_8$  a  $C_{20}$  o más, a partir de fracciones de kerosene, aceites ligeros y ceras de parafina.
5. Obtención de alcoholes de alto peso molecular, por el proceso "oxo".

#### 2.4.2 Grupos Hidrófilos

Los grupos hidrófilos pueden estar cargados eléctricamente, debido a la presencia de un par de iones de carga opuesta, o presentar cargas residuales, positivas o negativas que ponen de manifiesto la presencia de un dipolar. Es importante tomar en consideración los grupos hidrofílicos no-iónicos, conteniendo uniones etéreas, hidroxilos etc.

- a) Grupos ácidos, como carboxilos, monoester sulfúrico, sulfónicos, fosfatos.
- b) Grupos básicos, como aminas primarias, aminas secundarias, aminas terciarias, derivados de amonio cuaternario.
- c) Grupos no-iónicos : -COO- ; -CONH- ; -NH- ; -O- ; -CH (OH)-

## 2.5 CLASIFICACIÓN DE TENSIOACTIVOS ( 10 - 11 )

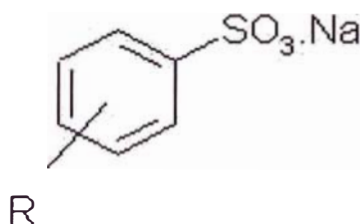
Dicha clasificación se fundamenta en el poder de disociación del tensioactivo en presencia de un electrolito, naturaleza de la cadena hidrofílica y de sus propiedades fisicoquímicas. Pueden ser: iónicos o no iónicos; y dentro de los iónicos según la carga que posea la parte que presenta la actividad de superficie serán: aniónicos, catiónicos y anfóteros.

- ANIONICOS
- CATIONICOS
- ANFOTEROS
- NO IONICOS

### 2.5.1 TIPO ANIONICO

Un tensioactivo es de tipo aniónico si la carga eléctrica presente en el grupo hidrófilo es negativa. Hay casos de tensioactivos, por ejemplo ácidos carboxílicos, que a bajo pH no presentan carga eléctrica neta, pero que a pH más elevados son aniónicos.

Fórmula General



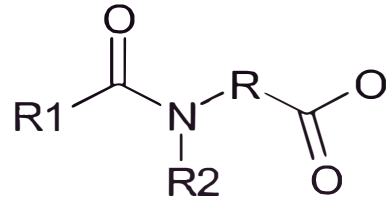
Están constituidos por una cadena alquílica lineal o ramificada que va de 10 a 14 átomos de carbono, y en su extremo polar de la molécula se encuentra un anión.

Los tensioactivos aniónicos se clasifican en cinco familias:

- Acil- aminoácidos (y sales)
- Ácidos Carbóxicos y sus sales
- Ésteres del ácido fosfórico (y sales)
- Ácidos sulfónicos (y sales)
- Ésteres del ácido sulfúrico

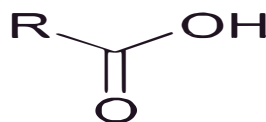


### 2.5.1.1 FAMILIA ACIL-AMINOACIDOS Y SALES



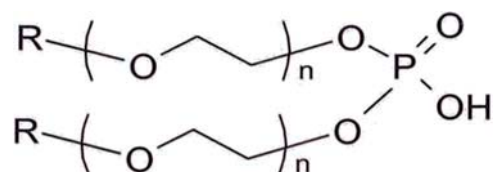
Las sustancias que forman este grupo se preparan mediante la acilación del grupo amino de los  $\alpha$ -aminoácidos. En el transcurso de la acilación los grupos aminos son neutralizados y el producto resultante es un tensioactivo aniónico.

### 2.5.1.2 FAMILIA ACIDOS CARBOXILICOS Y SUS SALES



Los tensioactivos de esta familia son ácidos débiles y su solubilidad en agua depende de la neutralización con una base. Sus sales alcalinas son los denominados “Jabones”. Este grupo es compatible con tensioactivos aniónicos y no iónicos.

### 2.5.1.3 FAMILIA ESTERES DEL ÁCIDO FOSFÓRICO Y SUS SALES



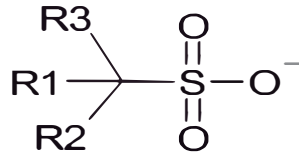
Este grupo comprende los mono y diésteres del ácido fosfórico y sus sales. Los triésteres son no iónicos y no se emplean muy comúnmente como tensioactivos.

Los diésteres son más lipófilos que los monoésteres. Las propiedades lipofóbicas dependen de la naturaleza de la cadena esterificada.

Aunque los ésteres neutralizados sean solubles en agua, frecuentemente pueden presentar algo de solubilidad en disolventes no polares. Algunos ésteres de este grupo, por el contrario son dispersables en agua y principalmente solubles en soluciones orgánicas (apolares).

Los éteres libres, son sólidos ó fluidos viscosos a temperatura ambiente, mientras que las sales sódicas son sólidos. Estas sustancias no son buenas espumantes.

#### 2.5.1.4 FAMILIA ACIDOS SULFÓNICOS Y SUS SALES

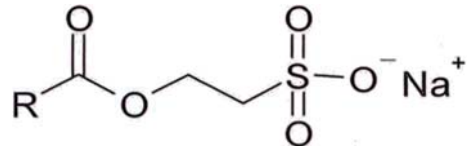


Los tensioactivos del tipo ácido sulfónico se distinguen por presentar un enlace del tipo C-S. Los ácidos sulfónicos son un grupo de ácidos fuertes usado en cosmética solo en forma de sales.

En este grupo se pueden diferenciar cuatro subfamilias, según sea el radical R1 (R2 y R3 suelen ser sólo Hidrógeno):

- Acil-isotionatos
- Alquil aril sulfonatos
- Alquil sulfonatos
- Sulfosuccinatos

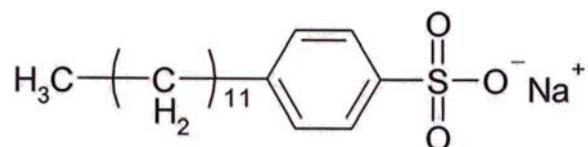
- Subfamilia Acil-isotionatos



Los acil-isotionatos son ésteres formados entre ácidos grasos y ácido isotiónico. Los isotionatos son ácidos fuertes, sujetos a auto hidrólisis a menos que el pH sea ajustado alrededor de 7. Es remarcable el hecho de que los acil-isotionatos sean más suaves que los ésteres del ácido sulfúrico además de otros alquil sulfonatos.

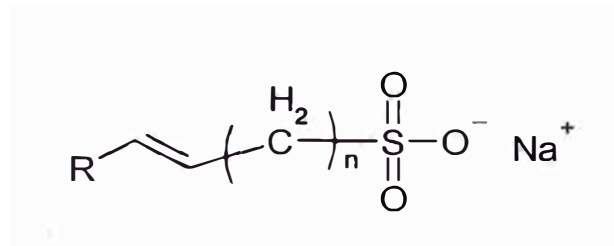
Los isotionatos pueden ser mezclados con otros tensioactivos aniónicos y no iónicos. Son solubles en agua y no se ven afectados por la dureza de ésta. Son sólidos y generalmente se comercializan en polvo o en escamas. Espuman bien y sus mezclas con jabones son muy comunes.

- Subfamilia Alquil Aril Sulfonatos



La mayoría de estos compuestos son derivados del ácido benenosulfónico. La cadena alquímica puede ser más o menos larga. Antiguamente se obtenían por polimerización de olefinas gaseosas; como resultado se obtenían sustancias con cadenas ramificadas, no muy biodegradables. Hoy en día, se tiende a fabricar estos compuestos con cadenas lineales que son condensadas con benceno (mediante una reacción de Friedel-Crafts) el alquilbenceno resultante será sulfonado posteriormente. Son solubles en agua y no se afectan por dureza del agua. Por otra parte, las sustancias de esta familia con largas cadenas son buenos espumantes y agentes de mojado. Los derivados de cadena corta disminuyen la tensión superficial. No espuman bien pero aumentan la solubilidad de otros tensioactivos en presencia de sales inorgánicas (hidrotropía). No son muy usados en cosmética debido a que tienden a limpiar excesivamente, dejando una sensación de sequedad y aspereza en la piel.

- Subfamilia Alquil Sulfonatos

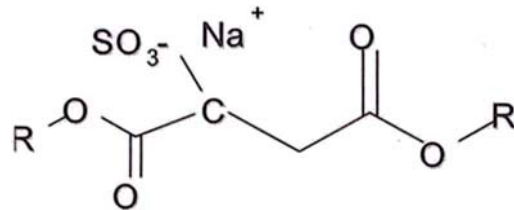


Este grupo incluye a una serie de sustancias químicas de diversas estructuras. Algunas son derivadas del propilenglicol, aunque sean nombradas como derivadas de la glicerina. Otras derivan de la sulfonación de alcoholes o ácidos.

Los alquil sulfonatos más importantes son los  $\alpha$ -olefin sulfonatos, que son preparados por sulfonación de olefinas lineales provenientes del craqueo del petróleo o de la polimerización del etileno.

La mayoría de los alquil sulfonatos espuman bien y poseen buenas propiedades detergentes. Son usados en las pastas dentríficas.

- Subfamilia Sulfosuccinatos



Los Sulfosuccinatos son derivados del ácido sulfosuccínico. Estos pueden ser considerados como alquil sulfonatos, ácidos carboxílicos, ésteres o amidas.

La obtención se lleva a cabo haciendo reaccionar anhídrido maléico con un hidrófobo (un alcohol o menos frecuentemente una amina). Según se lleve a cabo la reacción puedo conseguir un mono o un diéster o amida. El último paso es la reacción con sulfito o bisulfito sódico.

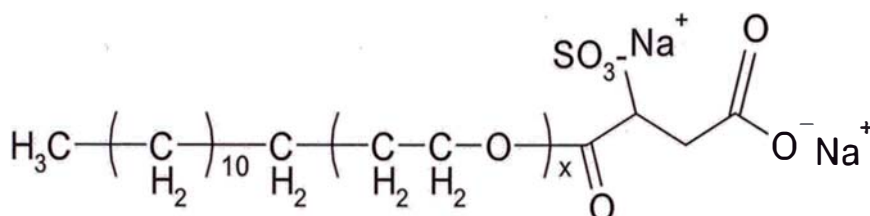
Los Sulfosuccinatos son sales de ácidos fuertes y tienen buena solubilidad en agua.

Los mono-ésteres disminuyen la tensión superficial del agua, pero no producen espumas estables; además se dice que reducen la irritación potencial de otros tensioactivos aniónicos.

Los di-ésteres, en cambio, sí que producen espumas más estables.

Ejemplo:

Lauril Disódico Sulfosuccinato

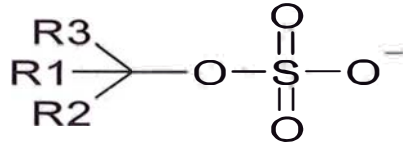


Propiedades Físico-Químicas típicas

|                   |  |
|-------------------|--|
| Composición       | Semiéster del ácido sulfosuccínico<br>basado en un aquil poliglicol éter |
| Aspecto           | Líquido  |
| Datos técnicos    | Concentración de sustancia activa 38-42%                                 |
| Salas inorgánicas | Sulf. máx. 1%  |
| Punto de nublado  | < 0 °C   |
| Valor ácido       | < 6  |
| Agua              |  |
| Valor de pH       | 5.5-6.5  |



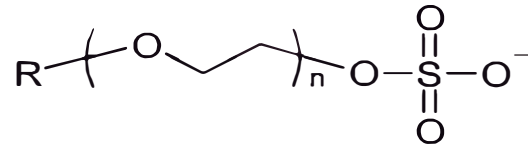
### 2.5.1.5 FAMILIA ÉSTERES DEL ÁCIDO SULFÚRICO ( 23 )



Los tensioactivos del tipo ésteres del ácido sulfúrico son sales o monoésteres del ácido sulfúrico. Los ácidos libres no están disponibles comercialmente ya que sufren hidrólisis, en el momento en que haya trazas de agua, y otras reacciones de descomposición. Se dispone de dos tipos de ésteres del ácido sulfúrico según sea el radical R1 (R2 y R3 suelen ser solo H). Uno, los alquil sulfatos, se preparan por sulfatación de alcoholes con cadena alquílica larga; el otro, los alquil éter sulfatos, emplean alcoholes etoxilados (alquil éteres) como cadena hidrofóbica principal.

- Alquil éter sulfatos
- Alquil sulfatos

- Subfamilia Alquil Éter Sulfatos



Los alquil éter sulfatos resultan de la sulfatación del grupo OH terminal de un alcohol etoxilado (la reacción se realiza generalmente con ácido clorosulfónico). El alcohol etoxilado resultante puede contener uno o más grupos de etilenglicol. También se pueden obtener alquil éter sulfatos a partir de fenoles etoxilados y aminas o amidas etoxiladas.

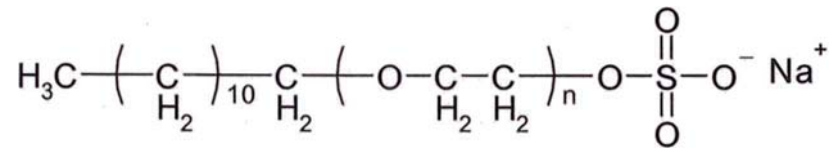
Estos compuestos raramente son sustancias puras, sino que son mezclas, debido a la impureza de la materia prima (alcohol) y a que el grado de etoxilación es un valor medio.

Estas sustancias tienen buena solubilidad en agua y su actuación no se ve afectada por la dureza.

Los alquil éter sulfatos están disponibles comercialmente como soluciones acuosas (con alrededor del 25% al 60% de materia activa). Su espuma es buena, pero su densidad de espuma y su volumen son inferiores que las de los alquilsulfatos. Los alquil éter sulfatos presentan un punto de turbidez menor que los alquil sulfatos.

Ejemplo:

Lauril Sulfato Sódico



Propiedades Físico-Químicas típicas

|                         |   |
|-------------------------|---|
| Composición             | Lauril éter sulfato sódico  |
| Aspecto                 | Dependiendo de su concentración,<br>varía desde un líquido amarillento<br>hasta una pasta |
| Datos técnicos          | Concentración de sustancia activa<br>27-30 %  |
| Cloruro sódico          | máx. 0.1%   |
| Sulfato sódico          | máx. 0.5 %  |
| Valor de pH             | 6.4 - 7.5   |
| Viscosidad a 20 °C      | máx. 200 cP   |
| Punto de enturbiamiento | inf. a 0 °C   |
| Densidad a 20 °C        | aprox. 1.05 g/cc  |

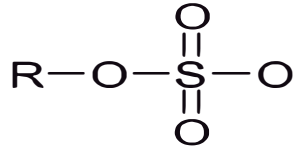
Este producto presenta una notable insensibilidad frente a los endurecedores del agua e incluso a bajas temperaturas es capaz de desarrollar todo su poder espumante.

Su alta compatibilidad con la piel y su capacidad humectante y emulsionante, hacen que sea una de las materias primas más usadas en cosmética. A estas propiedades hay que sumarle su ligero olor que permite que sea perfumado sin ningún problema. En cuanto a su coloración, si se presenta en forma de pasta es levemente turbio, pero una vez diluido toma un aspecto claro más o menos transparente según el grado de impurezas; esto permite que también sea fácilmente coloreado.

Se suele combinar con alcanolamidas de ácidos grasos para sobreengrasar y espesar el producto. Una manera de aumentar la viscosidad de estos compuestos es mediante la adición de sal común (cloruro sódico) El Lauril éter sulfato sódico se puede mezclar con un gran número de sustancias detergentes, en cualquier proporción, y también con otros principios activos y aditivos especiales.

Se deja enjuagar de cabello con facilidad y confiere un hermoso brillo y una excelente peinabilidad al cabello.

- Subfamilia Alquil Sulfatos



Los alquil sulfatos son preparados por sulfatación de alcoholes grasos, preferentemente primarios aunque también se puedan sulfatar alcoholes secundarios (aceite de ricino).

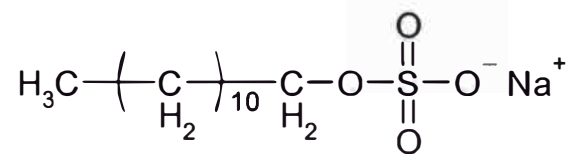
Los derivados de cadenas menores de diez átomos son menos usados en cosmética. Los alquil sulfatos de cadena con más de dieciocho átomos de carbono presentan un punto de turbidez menor. Los alcoholes grasos pueden ser obtenidos por vía natural o sintética. Al igual que los alquil éter sulfatos estas sustancias son mezclas de alquil sulfatos con cadenas de distinta longitud.

La solubilidad de estos compuestos depende del catión que acompañe a la sal.

Los alquil sulfatos son buenos agentes de mojado y producen una espuma copiosa, además de ser emulsificantes.

Ejemplo:

Lauril Sulfato de Sodio



Propiedades Físico-Químicas típicas

|                     |   |
|---------------------|---|
| Composición         | Lauril sulfato sódico   |
| Aspecto             | Existen distintas presentaciones,<br>líquido, pasta, polvo, granulado o<br>aguas, con distintas concentraciones |
| Datos técnicos      | Concentración de sustancia activa<br>> 98%  |
| Cloruro sódico      | <0.3%   |
| Sulfato sódico      | <0.3%   |
| Agua                | <1%   |
| pH (solución al 1%) | 6 -9  |
| Densidad g/L        | 300-400   |

El Lauril sulfato sódico es el tensioactivo aniónico por excelencia en cosmética; sus buenas propiedades detergentes, espumantes, humectantes, dispersantes, así como su resistencia a las durezas del agua incluso a bajas temperaturas y su afinidad con la piel, le permiten estar presente en la mayoría de preparaciones para el cuidado e higiene capilar y dérmico. Son muchas las variantes de esta sustancia que se encuentran en el mercado, estas pueden variar el contenido en sales, la pureza del alcohol graso del que proviene, la concentración de materia detergente, aditivos adicionales, etc.

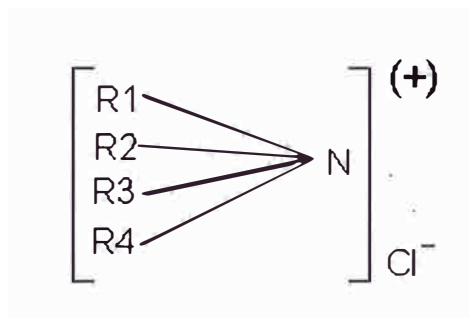
Una característica que le proporciona una gran versatilidad es su solubilidad en agua y la conservación del poder espumante a bajas temperaturas; así los champús a base de este compuesto se eliminan de forma fácil enjuagando el cabello. Su débil olor permite un perfumado fácil y duradero.

El Lauril sulfato sódico es compatible con casi todas las sustancias detergentes empleadas en cosmética y con otro tipo de aditivos como azufre, ácido salicílico, vitaminas, etc.

## 2.5.2 TIPO CATIONICO

Un tensioactivo catiónico se caracteriza por poseer una carga eléctrica neta positiva en su parte hidrófila. Las sustancias que a pH altos no presentan carga neta pero a pH menores son catiónicas también se incluyen en este grupo. Los tensioactivos catiónicos contienen por lo menos una cadena de 8 a 25 átomos de carbono, derivada de un ácido graso y un nitrógeno cargado positivamente, el anión suele ser un  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{OH}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ . La mayoría de los agentes catiónicos están constituidas por una cadena larga de sales de amonio cuaternarios o sales de alquilaminas. La cadena larga constituye el grupo hidrofóbico, en tanto que el hidrofílico pequeño y altamente ionizado, lo constituye el nitrógeno tetravalente en forma de sales de amonio cuaternario. Estos surfactantes son de menor interés que los agentes aniónicos y no-iónicos pero reside su importancia por su eficiencia bactericida, germicida, algicida, etc. En el catión, el radical R, representa la cadena larga (grupos alquílicos o arílicos); los otros radicales pueden estar reemplazados por átomos de hidrógeno u otros radicales alquílicos.

Fórmula:





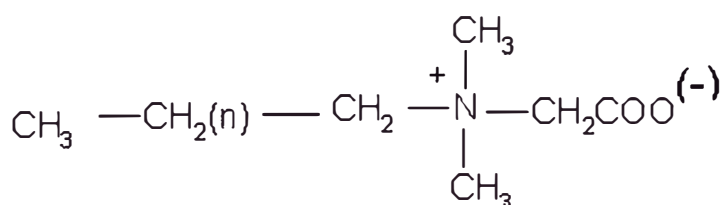
### 2.5.3 TIPO ANFÓTERO

Las sustancias clasificadas como anfóteras tienen la particularidad de que la carga eléctrica de la parte hidrofílica cambia en función del pH del medio. Los tensioactivos que son anfóteros poseen una carga positiva en ambientes fuertemente ácidos y presentan carga negativa en ambientes fuertemente básicos, y en medios neutros tienen forma intermedia híbrida. Presentan en su molécula a grupos aniónicos y catiónicos, constituidos por una cadena grasa y un nitrógeno cuaternario conteniendo un radical aniónico, son productos completamente estables en sistemas ácidos y alcalinos, son básicos en el área cosmética por su inocuidad a la piel, también tienen aplicación en inhibidores de la corrosión y en neutralización de cargas. Ejemplo de ellos son las betaínas y derivados de imidazolinas.

Las sustancias anfóteras se dividen en dos familias:

Ejemplo

Fórmula: Alquil Dimetil Betaína



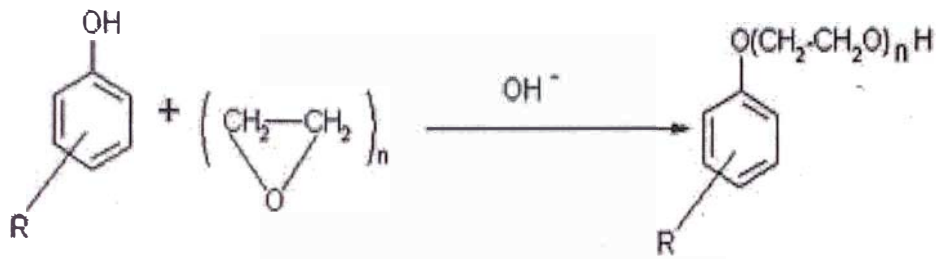
#### 2.5.4 TIPO NO IONICO

Estos tipos de sustancias son moléculas tensioactivas que no poseen carga eléctrica neta.

Una característica común en muchos de ellos es la etoxilación (o polietoxilación) Como consecuencia, muchos tensioactivos no iónicos podrían ser clasificados como éteres o alcoholes.

Al no ionizarse en agua, no forman sales con los iones metálicos y son igualmente efectivos en aguas blandas y duras. Su naturaleza química los hace compatible con otros tensioactivos aniónicos, catiónicos y coloides cargados positiva y negativamente.

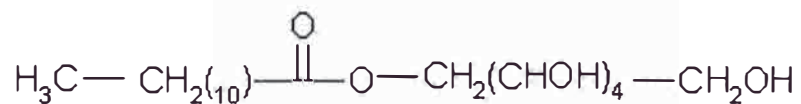
En los agentes no-iónicos el grupo hidrofóbico está formado por una cadena larga que contienen una serie de grupos débilmente solubilizantes (hidrofílicos) tales como enlaces etéreos o grupos hidroxilos en sus moléculas. La repetición de estas unidades débiles tiene el mismo efecto que un hidrófilo fuerte, pero no hay ninguna ionización. La longitud de la cadena se puede variar controlando la reacción de óxido de etileno a alquilfenol sustituido como se indica en la siguiente reacción:



"n" puede ser de 1.5 a 30 o más. Prácticamente, cualquier compuesto hidrofóbico que contenga un su estructura grupos hidrofílicos, hidroxilos, aminos, o aminos con un hidrógeno lábil puede reaccionar con óxido de etileno para formar tensoactivos no-iónicos.

Ejemplo:

Fórmula: Laurato de sorbitán



## **2.6 ALGUNAS CARACTERÍSTICAS DE LOS TENSIOACTIVOS EN RELACION A SU BIODEGRADABILIDAD ( 9 -13 )**

Las propiedades generales y comportamiento de los agentes tensioactivos se deben al carácter dual de sus moléculas (grupo hidrófilo y lipófilo); es así como el antagonismo entre estas dos secciones de su molécula y el equilibrio entre ellas es la que da al compuesto sus propiedades activas de superficie. El grupo hidrófilo ejerce un efecto solubilizante y tiende a llevar a la molécula a disolución completa. El grupo hidrófobo, en cambio, es debido a la insolubilidad que tiende a contrarrestar la tendencia del otro. Si se logra el equilibrio adecuado entre los dos grupos se ve que la sustancia no se disuelve por completo, ni queda sin disolver del todo, concentrándose en la interfase con sus moléculas orientadas de tal forma que los grupos hidrófilos se orientan hacia la fase acuosa, mientras que los hidrófobos hacia la no acuosa o a la fase vapor.

Se considera que el factor más importante en la evaluación toxicológica de los distintos tensioactivos es la diferencia de biodegradabilidad entre ellos. En general se acepta que los productos de cadena lineal son suficientemente biodegradables como para cumplir con los requisitos de las diversas legislaciones, no así los ramificados. Con relación a la toxicidad en agua, se dice lo siguiente:

- La biodegradabilidad decrece cuando aumenta la hidrofobicidad de los tensioactivos y disminuye su solubilidad, independientemente de sus características iónicas.
- Un aumento en el grado de etoxilación disminuye la toxicidad.
- Los tensioactivos aniónicos son generalmente menos tóxicos que los no iónicos debido a su menor carácter hidrófobo.
- Aún pequeñas cantidades de tensioactivos en sistemas acuáticos pueden dañar la cadena alimenticia.
- Los tensioactivos no iónicos son menos tóxicos cuando se sulfatan pues disminuye su carácter hidrófobo.
- Los tensioactivos catiónicos y aniónicos pueden reaccionar formando un complejo rápidamente biodegradable, aunque menos tóxico que los reactivos en sí mismos.

La biodegradación es la ruptura molecular de un sustrato orgánico, resultante de la acción enzimática de microorganismos vivos que usan este sustrato como alimento, dicha acción es suficiente para desaparecer las propiedades características de la molécula intacta. Para los tensioactivos, esto se mide como la pérdida de su capacidad como agente espumígeno o como reductor de la tensión superficial.

La biodegradabilidad de los detergentes es muy variable. Dependiendo de su estructura química, pueden ser fácilmente descompuestos o difícil de utilizar como alimento por las bacterias.

Se puede considerar que salvo en ciertas excepciones, todos los tensioactivos aniónicos hoy usados muestran muy elevada biodegradabilidad, del orden del 93 al 96%.

Los fabricados con base en ABS son resistentes al ataque biológico por su composición molecular ramificada y por la adhesión de los anillos bencénicos a los átomos terciarios de carbono de los grupos de cadena ramificada. Los fabricados con base en LAS(alquil benceno sulfonato lineal) son biodegradables en condiciones aeróbicas(dicha degradación se hace más lenta cuanto más ramificada se encuentra la cadena), pero resistentes a la actividad bacteriana anaeróbica. Se ha demostrado que los LAS (lineales) se degradan en un 90%, mientras que los ABS (ramificados) solo lo hacen en un 20%. Desde 1965, en Estado Unidos, los detergentes del tipo ABS fueron reemplazados con detergentes del tipo LAS.

El cambio en el tipo de detergente ha permitido minimizar los problemas de espumas de detergentes, pero su uso intensivo ha contribuido a un aumento de la concentración de fósforo en las aguas residuales, con el consecuente problema de eutrofización en los lagos y embalse que reciben dichas aguas. La sustitución de los detergentes con base en fósforo no ha sido exitosa hasta la fecha, aunque hoy se usan fórmulas con una

concentración menor. Aproximadamente, el 60% del fósforo en las aguas residuales.

En analogía con la biodegradabilidad, se observa una dependencia clara entre la estructura del tensioactivo y su toxicidad acuática. En parte, el efecto tóxico de los tensioactivos se debe a su propiedad de perturbar el transporte de oxígeno a través de las membranas de los organismos acuáticos.

En la evaluación ecológica de tensioactivos iónicos para su uso en gran escala, debe tenerse en cuenta que la biodegradabilidad y la toxicidad acuática son contradictorias:

- Cuanto mayor es la cadena carbonada, mayor es la toxicidad acuática.
- Cuanto más larga y menos ramificada sea la cadena carbonada, mejor es su biodegradabilidad.

Al introducir en un medio aeróbico tensioactivos con diferente estructura molecular, comienza el proceso de biodegradación y aquellos con mayor grado de toxicidad son degradados más rápido que los de menor toxicidad.

## 2.7 COMPOSICIÓN DE UN DETERGENTE COMERCIAL(7)

Un detergente debe formularse para realizar dos funciones. Debe desprender la suciedad del sustrato que se limpie y debe suspenderla o dispersarla para que no se redeposite sobre éste. Un buen detergente debe trabajar a temperaturas moderadas y en un tiempo razonable. No debe ser tóxico, ni dañar al sustrato.

El desarrollo de la formulación de detergentes ha sido gradual.

Las sustancias tensioactivas aniónicas, sulfatos de alcoholes grasos, reemplazaron, a fines de la segunda guerra mundial a los jabones utilizados para lavado de textiles. Los tensioactivos forman parte de un 40% del total de la composición de la formulación, el resto contiene muchas otras sustancias que favorecen su eficacia (llamados llenantes, como sulfato de sodio, tripolifosfato de sodio, pirofosfato de sodio o silicato de sodio) .Los agentes deteritivos aniónicos adicionándoles sosa y tripolifosfatos, mejoran la calidad de estos detergentes aunque retardan la biodegradabilidad de los mismos. La adición de silicatos mejora el efecto de lavado y tienen propiedades anticorrosivas. La adición de carboximetilcelulosa mejora el poder de eliminación de la suciedad, por ser el principal agente suspensor de suciedad ó fortificador orgánico. Su función es evitar que se redeposite la suciedad y actúa incrementando la carga negativa sobre la superficie de



las telas, que entonces repelen las partículas de suciedad, las cuales tienen cargas negativas.

La suciedad que no se elimina por los mecanismos usuales, con frecuencia puede modificarse mediante un blanqueador. Los blanqueadores de cloro tienen un olor desagradable y tienden a descomponerse durante el almacenamiento y dañar las telas y los colorantes. Es preferible usar blanqueadores que se descomponen formando peróxido de hidrógeno y el más usado es el perborato de sodio. Los blanqueadores ópticos son tintes incoloros que aumentan el grado de blancura ya que transforman la luz ultravioleta de longitud de onda corta invisible, en luz de longitud de onda larga (fluorescencia): estos enmascaran cualquier tono amarillo debido al envejecimiento de la tela y producen un aspecto " más blanco que el blanco ". La adición de enzimas como proteasas es conveniente ya que rompe las cadenas proteicas de las manchas de sangre, en este caso, el agua debe calentarse a 40°C para que actúen las enzimas y después reacciona el tensoactivo. A medida que un tensoactivo aumenta su cadena hidrocarbonada, su poder quita-grasa es mayor, aunque su solubilidad se hace menor. Los tensoactivos no-iónicos son muy buenos disolventes de la grasa. Los detergentes sin espuma (para lavadoras) contienen de 10 a 20% de agente no-iónico el cual es un antiespumante. Para los champús la composición es diferente, se toma un detergente suave que no sea ácido, lauril sulfato de sodio (de 14 a 20%) de dietanolamina (4%) como

estabilizador de espuma, agentes secuestrantes y agentes colorantes (0.004%) perfume(0.5%) y agua destilada (55.3%).La adición de un electrolito como el cloruro de sodio a un tensoactivo lo precipita por razones de solubilidad, es decir el cloruro de sodio es mucho más soluble precipita al tensoactivo que es menos soluble que el tensoactivo. Para un buen lavado, hay factores a considerar como : la composición de la suciedad, el tipo de textil, o de superficie a lavar, el valor del pH, la temperatura, la duración del ciclo de lavado y la importancia de los efectos mecánicos.

Los iones, en general, tienden a romper los coloides e interfieren con los fenómenos de superficie y el efecto se incrementa rápidamente con la carga sobre el ión. Los iones divalentes, tales como calcio y magnesio, a las concentraciones que se encuentran en el agua dura, son suficientes para interferir con la eliminación de suciedad. Para que sea posible una limpieza efectiva el calcio y magnesio deben eliminarse del agua dura antes de usarla o bien deben acondicionarse ciertos productos químicos a la formulación de detergentes que secuestren los iones. Estos compuestos se llaman fortificadores. El ácido etilendiamintetraacético es un agente quelante muy efectivo.

## **CAPITULO III**

### **METODO DE ANÁLISIS QUÍMICO DE SURFACTANTES ANIÓNICOS COMO SUSTANCIAS ACTIVAS AL AZUL DE METILENO**

#### 3.1 FUNDAMENTO (23 , 24 )

##### a) Definición y Principio:

Las sustancias activas al azul de metileno (MBAS) llevan a cabo la transferencia del azul de metileno, un tinte catiónico, de una solución acuosa a un líquido orgánico inmiscible, hasta equilibrio. Esto ocurre a través de la formación de un par iónico entre el anión MBAS y el catión azul de metileno. La intensidad del color azul resultante en la fase orgánica es una medida del MBAS. Los Surfactantes Aniónicos son una de las principales sustancias, naturales y sintéticas, que muestran actividad al azul de metileno. El método del MBAS es útil para estimaciones del contenido de surfactantes aniónicos en aguas limpias y residuales, pero debe tenerse siempre en cuenta la posible presencia de otros tipos de MBAS.

Este método es relativamente simple y preciso. Comprende tres extracciones sucesivas en cloroformo a partir de un medio ácido-acuoso que contenga exceso de azul de metileno, seguido de lavado por contracorriente con agua, y la determinación del color azul en el cloroformo

por espectrofotometría a 652 nm. El método es aplicable a concentraciones de MBAS inferiores a unos 0,025 mg/L.

Es importante mencionar que los tensioactivos de tipo aniónico, son los únicos tensioactivos detectados analíticamente con los métodos establecidos. Si bien son biodegradables, esto significa que en un curso con un buen poder autodepurador serán degradados naturalmente. Esta es la razón por la que se establecen límites de descarga específicos. Una vez efectuada la máxima racionalización de estos, si el efluente de fábrica contiene un nivel alto de tensioactivos, se recomienda efectuar un tratamiento previo a su descarga. Hasta el momento, estos tensioactivos, dadas sus características de precio y su condición de fabricación resultan ser irremplazables.

Generalmente son sulfatos y sulfonatos como el sulfato laurel de sodio, el sulfonato alquil benceno o ABS y el sulfonato benceno lineal o LAS. El ABS se obtiene de polímeros del propileno y del grupo alquil con una cadena de átomos de carbono muy ramificada. El LAS se obtiene de parafinas de cadena recta con anillos bencénicos adheridos a los átomos de carbono primario y secundario con una estructura no ramificada.

El LAS decrece progresivamente en el orden:

agua residual>efluente tratado>agua superficial>agua de mar

Con frecuencia se encuentran las siguientes concentraciones de LAS :

- 1-10 ppm en agua residual
- 0,05-0,1 ppm en efluentes tratados biológicamente
- 0,05-0,6 ppm en efluentes tratados con filtros de precolación.
- 0,005-0,05 ppm en agua superficial
- <1-10 mg/kg en sedimentos
- 1-10 g/kg en lodos
- <0,001-0,002 ppm en agua de mar

Efecto Ambiental que se produce por la presencia del LAS en el medio acuático:

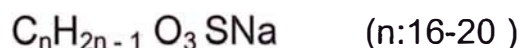
- Microorganismos :  $DL_{50} = 0,5$  ppm
- Plantas acuáticas:  $DL_{50} = 10-235$  ppm ( C10-C14 ) algas verdes  
 $DL_{50} = 5-56$  ppm( C11- C13 ) algas azules  
 $DL_{50} = 1,4-50$  ppm ( C11- C13 ) diatomeas
- Invertebrados:  $DL_{50} = 4-200$  ppm moluscos  
 $DL_{50} = 0,12-27$  ppm crustáceos  
 $DL_{50} = 1,4-270$  ppm insectos
- Peces:  $DL_{50} = 0,1-125$  ppm( C8 – C15 )

Hombre:

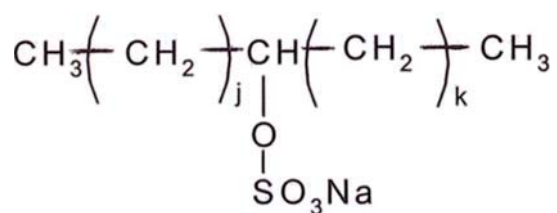
La principal ruta de exposición es a través de contacto de la piel. Asimismo se puede ingerir pequeñas cantidades de LAS en aguas contaminadas y como residuos en utensilios y comidas.

La piel puede tolerar contacto con soluciones de 1% de LAS por 24 horas con solo una irritación media, sensibilidad a la piel y hasta eczemas. Como otros surfactantes puede desnaturalizar a las proteínas.

Fórmula Química General:



Fórmula Estructural:



$$(j+k = 7-11)$$

Los métodos analíticos capaces de determinar LAS en agua incluyen métodos no específicos tales como: colorimétricos, fluorimétricos, técnicas de absorción atómica; también métodos específicos: Cromatografía de Gases y Espectrometría de Masas.

b) Respuesta de los Surfactantes Aniónicos:

Los jabones no responden al método del MBAS. Los usados en, o como, detergentes, son sales básicas de ácidos grasos de  $C_{10-20}$   $[RCO_2]^- Na^+$ , y aunque de naturaleza aniónica se ionizan tan débilmente que no se forma un par iónico extractable bajo las condiciones de la prueba. Entre los Surfactantes Aniónicos comúnmente usados en formulaciones de detergentes se incluyen a los surfactantes del tipo sulfonato  $[RSO_3]^- Na^+$ , del tipo éster de sulfato  $[ROSO_3]^- Na^+$ , y no iónicos sulfatados  $[RE_nOSO_3]^- Na^+$ . Estos son recuperados casi completamente por una extracción simple en cloroformo.

El Sulfonato lineal de alquilbenceno, LAS es el surfactante aniónico más usado y también sirve para estandarizar el método MBAS.

El LAS no es un simple compuesto, sino que puede constar de algunos ó todos los 26 isómeros y homólogos con estructura  $[R'C_6H_4SO_3]^- Na^+$ , donde R' es un grupo alquilo lineal secundario cuya longitud oscila entre 10 a 14 átomos de carbono.

Los Surfactantes de tipo sulfato y sulfonato responden juntos en el análisis de MBAS, pero pueden diferenciarse por otros medios.

El tipo sulfato descompone por hidrólisis ácida; la reducción resultante de las MBAS corresponde al contenido de surfactante sulfato original mientras el MBAS remanente corresponde al surfactante sulfonato.

El alquilbenceno sulfonato puede ser identificado y cuantificado por espectrometría infrarroja después de purificar. El LAS puede ser distinguido de otros surfactantes alquilbenceno sulfonatos por métodos infrarrojos puede ser identificado inequívocamente y este detallar la composición del isómero-homólogo determinado por cromatografía de gases – desulfonación.

- c) Interferencias: Interferencias positivas resultan por la presencia de especie activas al MBAS; si se busca una determinación directa de cualquier especie individual de MBAS, tal como LAS, interfieren todos los demás. Sustancias tales como sulfonatos, sulfatos, carboxilatos y fenoles, y tiocianatos, cianatos, nitratos y cloruros, también pueden transferir más o menos al azul de metileno a la fase de cloroformo. Cuanto más pobre la extractibilidad de sus pares iónicos, más efectiva es la etapa del lavado en contracorriente acuosa para extraer estas interferencias positivas; la interferencia de cloruro es eliminada casi enteramente y de nitratos también, por el lavado.

Las Interferencias negativas pueden resultar de la presencia de surfactantes catiónicos y otros materiales catiónicos, tales como aminas, porque compiten con el azul de metileno en la formación del par iónico. Material particulado puede dar interferencia negativa por adsorción de MBAS. Aunque algunos de los MBAS adsorbidos pueden ser



desadsorbidos y apareados durante la extracción con cloroformo, la recuperación puede ser incompleta y variable.

Se eliminan los surfactantes catiónicos que interfieren y otros materiales catiónicos utilizando una resina de intercambio catiónico bajo condiciones adecuadas. Manejar la adsorción de MBAS por partículas, preferentemente filtrando y analizando las insolubles. Con ó sin filtración, las MBAS absorbidos pueden ser desadsorbidos por hidrólisis ácida; sin embargo, la MBAS originada en cualquier surfactante del tipo éster sulfato presente es destruido simultáneamente. Los sulfuros, a menudo presentes en las aguas residuales sin tratar o primariamente tratadas, pueden reaccionar con azul de metileno para formar un producto de reducción incoloro, haciendo el análisis imposible. Eliminar estas interferencias por previa oxidación con peróxido de hidrógeno.

d) Peso Molecular: Resultados de pruebas podrían parecer que difieren, si fueron expresados en términos de pesos y no en cantidades molares. Cantidades equimolares de dos surfactantes aniónicos con diferente peso molecular darán sustancialmente colores iguales en la fase de cloroformo, aunque las cantidades por pesos podrían diferir significativamente.

Si los resultados son expresados por peso, como generalmente es conveniente, el promedio del peso molecular del surfactante medido

debe ser conocido ó usarse una curva de calibración hecha con un compuesto particular .Dado que dicha información detallada generalmente es carente, el reporte de resultados en términos de una adecuada curva de calibración standard, por ejemplo “ 0,65 mg/L MBAS (calculado como LAS, peso molecular 288,38 )

e) Cantidad mínima detectable: Alrededor de 10 microgramos de MBAS (calculado como LAS ).

f) Aplicación : El método del MBAS ha sido aplicado sucesivamente para muestras de agua potable. En aguas residuales, residuos industriales, numerosos materiales normalmente presentes pueden interferir seriamente si la determinación directa de MBAS es probada.

### 3.2 PROCEDIMIENTO (Ver anexo 3 y 4 )

a) Preparación de Curva de Calibración: Prepare una serie de 10 embudos de extracción con 0 – 1 – 3 – 5 – 7 – 9 – 11 – 13 - 15 y 20 ml de solución estándar LAS. Lleve a un volumen total de 100 ml en cada pera, con agua desionizada. Trate cada estándar como se describe en la parte d) y e); grafique una curva de calibración de absorbancia versus microgramos del LAS tomados, especificando el peso molecular del LAS usado.

b) Volumen de Muestra: Para análisis directos de aguas limpias y residuales, se selecciona un volumen de muestra sobre la base de la concentración de MBAS esperada:

Si se espera concentraciones de MBAS de 2 mg/L, diluir la muestra que contenga 40 a 200 microgramos de MBAS a 100 ml con agua

**Tabla 3.1**

**Volumen de muestra sobre la base de la concentración de MBAS esperada**

| Concentración Esperada<br>MBAS ( mg/L ) | Volumen de Muestra<br>( mL ) |
|---|------------------------------|
| 0,025 - 0,080                           | 400                          |
| 0,08 – 0,40                             | 250                          |
| 0,40 – 2,00                             | 100                          |

c) Tratamiento con peróxido: si es necesario evitar la decoloración del azul de metileno por sulfuros, adicionar unas gotas de peróxido de hidrógeno al 30%.

d) Apareamiento iónico y Extracción:

d.1) Colocar la muestra en la pera de extracción. Alcalinicese añadiendo gotas de NaOH 1N, usando fenolftaleína. Descartar el color rosa por adición prudente por goteo de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1N.

d.2) Adicionar 10 ml cloroformo y 25 ml de reactivo de azul de metileno. Agite vigorosamente por 30 segundos y deje separar las fases. Excesiva agitación podría producir la formación de emulsión. Para romper emulsiones persistentes adicione un pequeño volumen de alcohol isopropílico (< 10 ml); adicione el mismo volumen de alcohol isopropílico a todos los estándares. Algunas muestras requieren mas tiempo para la separación de fases respecto de otras. Antes de drenar la fase de cloroformo, de un movimiento giratorio y luego deje reposar.

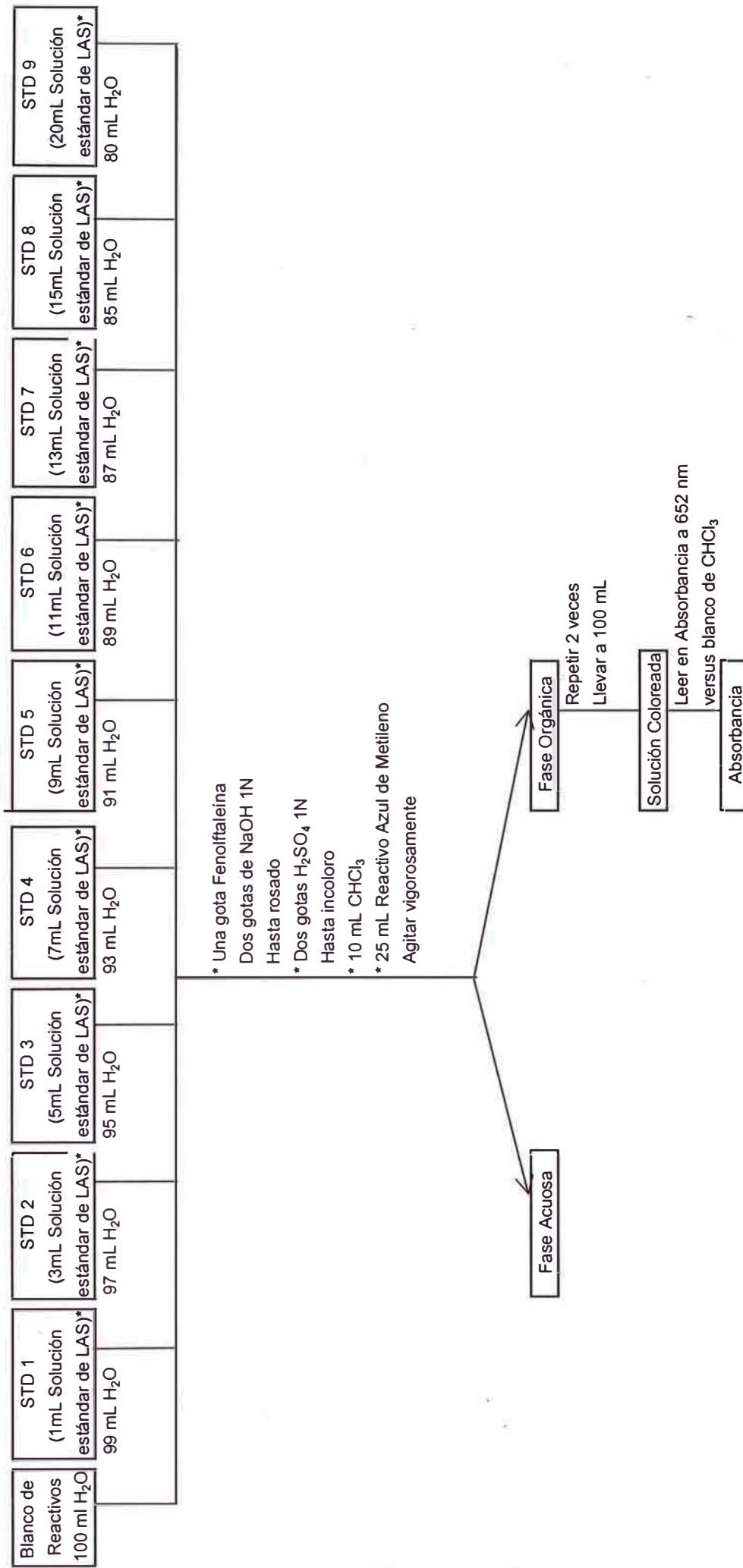
d.3) Pasar la fase de cloroformo dentro de una segunda pera de extracción.

Repita la extracción dos veces más, usando 10 ml de cloroformo en cada vez. Si el color azul en la fase acuosa empieza a atenuarse ó desaparecer, deseche y repita, usando una muestra más pequeña.

d.4) Mezclar todos los extractos de cloroformo. Adicione 50 ml de solución de lavado y agite vigorosamente por 30 segundos. Deje sedimentar, de un movimiento giratorio y deje pasar la fase de cloroformo a través de un embudo que contiene un tapón de lana de vidrio, a una fiola seca de 100 ml, el filtrado debe ser claro. Extráigase dos veces la solución de lavado con 10 ml de cloroformo cada uno y agregar a la fiola a través del embudo con la lana de vidrio. Enjuagar la lana de vidrio con cloroformo. Colectar todos estos enjuagues en la fiola, diluir hasta la marca con cloroformo y mezclar.

e) Leer en el espectrofotómetro, la absorbancia de las soluciones, contra un blanco de cloroformo a 652 nm usando una celda de 1,00 cm de paso de luz.

### 3.3 Diagrama de Flujo para la Determinación de Surfactantes Aniónicos



### **3.4 CALCULOS**

A partir de la curva de calibración léanse los microgramos de LAS aparente ( mol peso.... ) que corresponden a la absorbancia medida.

$$\text{mg MBAS /L} = \text{microgramos LAS/ ml muestra original}$$

Se reporta como “ MBAS, calculadas como LAS, mol peso.....”

### **3.5 PARÁMETROS DE VERIFICACIÓN DEL MÉTODO ANALÍTICO PARA LA DETERMINACIÓN DE SURFACTANTES ANIÓNICOS COMO SUSTANCIAS ACTIVAS AL AZUL DE METILENO.**

Para realizar la verificación de la validez de los análisis se estudiaron experimentalmente los siguientes parámetros:

- 1) Longitud de Onda de Máxima Absorción
- 2) Estabilidad
- 3) Sensibilidad y
- 4) Reproducibilidad



### 3.5.1 Longitud de Onda de máxima absorción ( $\lambda$ max) del compuesto absorbente formado por las sustancias activas al azul de metileno.

Para determinar la longitud de onda de máxima absorción del compuesto absorbente, se prepararon tres series de soluciones conteniendo 0,3, 0,7, y 1,5 mg/L de LAS, respectivamente, y se les aplicó el procedimiento correspondiente al método analítico. Cada solución fue sometida a un barrido de longitud de onda, entre 600nm y 700 nm, con un incremento de 2 en 2nm, midiendo las absorbancias contra un blanco de cloroformo, en una celda de 1,00 cm de paso de luz.

Los resultados de las mediciones de absorbancia de cada serie se representan en las tablas 3.2, 3.3 y 3.4 acompañadas de sus correspondientes curvas de barrido. Al final se representan las tres curvas de barrido conjuntas para apreciar la variación de  $\lambda$  max, para las tres series.

**Tabla 3.2**

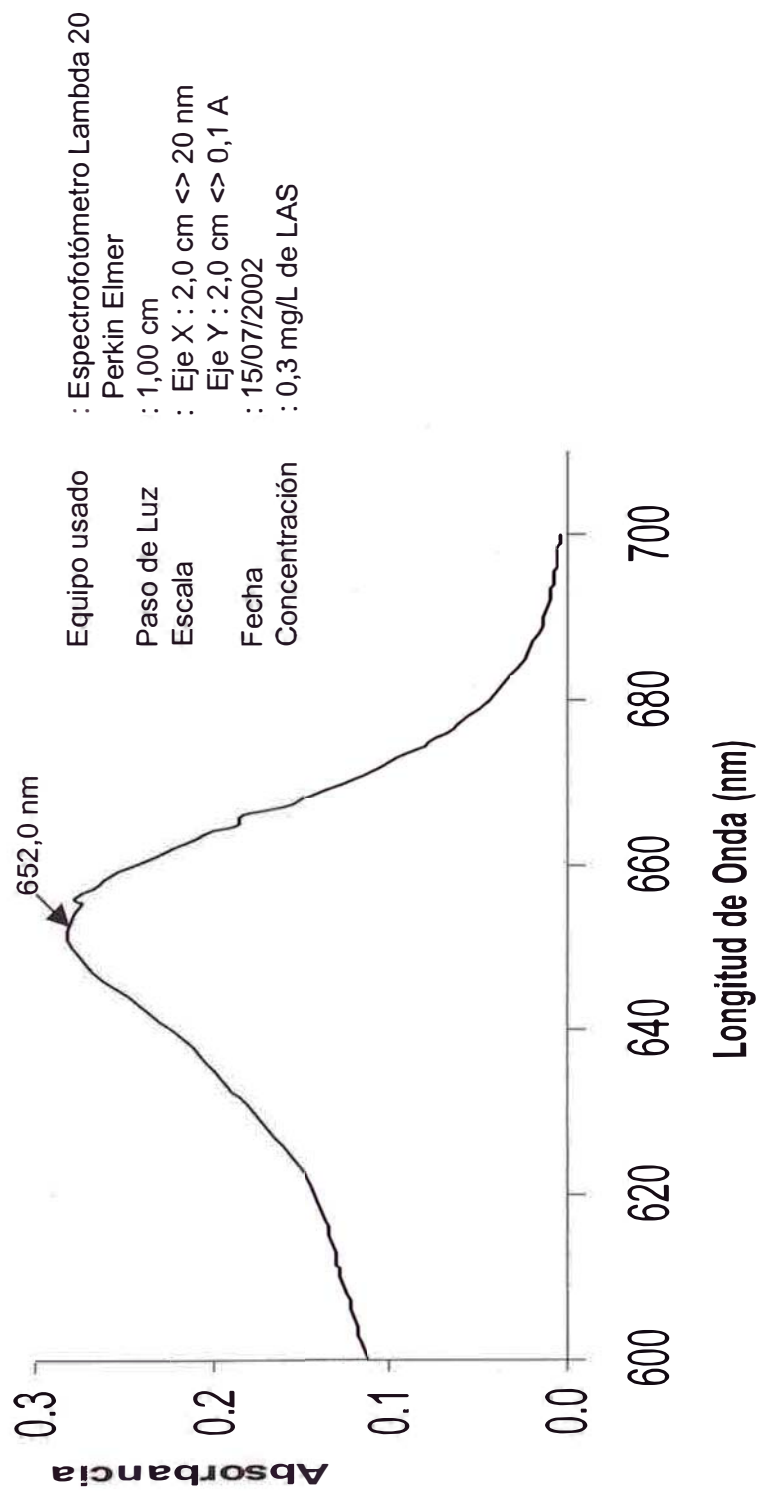
**Valores de absorbancia para la curva de barrido N° 1.**

**Concentración de LAS : 0,3 mg/L**

| $\lambda$ (nm) | Absorbancia |
|----------------|-------------|
| 600            | 0.112       |
| 602            | 0.116       |
| 604            | 0.119       |
| 606            | 0.122       |
| 608            | 0.125       |
| 610            | 0.128       |
| 612            | 0.130       |
| 614            | 0.132       |
| 616            | 0.135       |
| 618            | 0.138       |
| 620            | 0.142       |
| 622            | 0.146       |
| 624            | 0.153       |
| 626            | 0.161       |
| 628            | 0.169       |
| 630            | 0.177       |
| 632            | 0.186       |
| 634            | 0.195       |
| 636            | 0.204       |
| 638            | 0.212       |
| 640            | 0.224       |
| 642            | 0.235       |
| 644            | 0.248       |
| 646            | 0.262       |
| 648            | 0.272       |
| 650            | 0.279       |
| 652            | 0.282       |
| 654            | 0.277       |
| 656            | 0.277       |
| 658            | 0.261       |
| 660            | 0.243       |
| 662            | 0.221       |
| 664            | 0.199       |

|     |       |
|-----|-------|
| 666 | 0.183 |
| 668 | 0.149 |
| 670 | 0.126 |
| 672 | 0.105 |
| 674 | 0.085 |
| 676 | 0.069 |
| 678 | 0.056 |
| 680 | 0.045 |
| 682 | 0.036 |
| 684 | 0.029 |
| 686 | 0.022 |
| 688 | 0.017 |
| 690 | 0.014 |
| 692 | 0.011 |
| 694 | 0.009 |
| 696 | 0.007 |
| 698 | 0.006 |
| 700 | 0.005 |

**Gráfica N° 3.1 Curva de Barrido de Longitud de Onda N°1**



**Tabla 3.3**

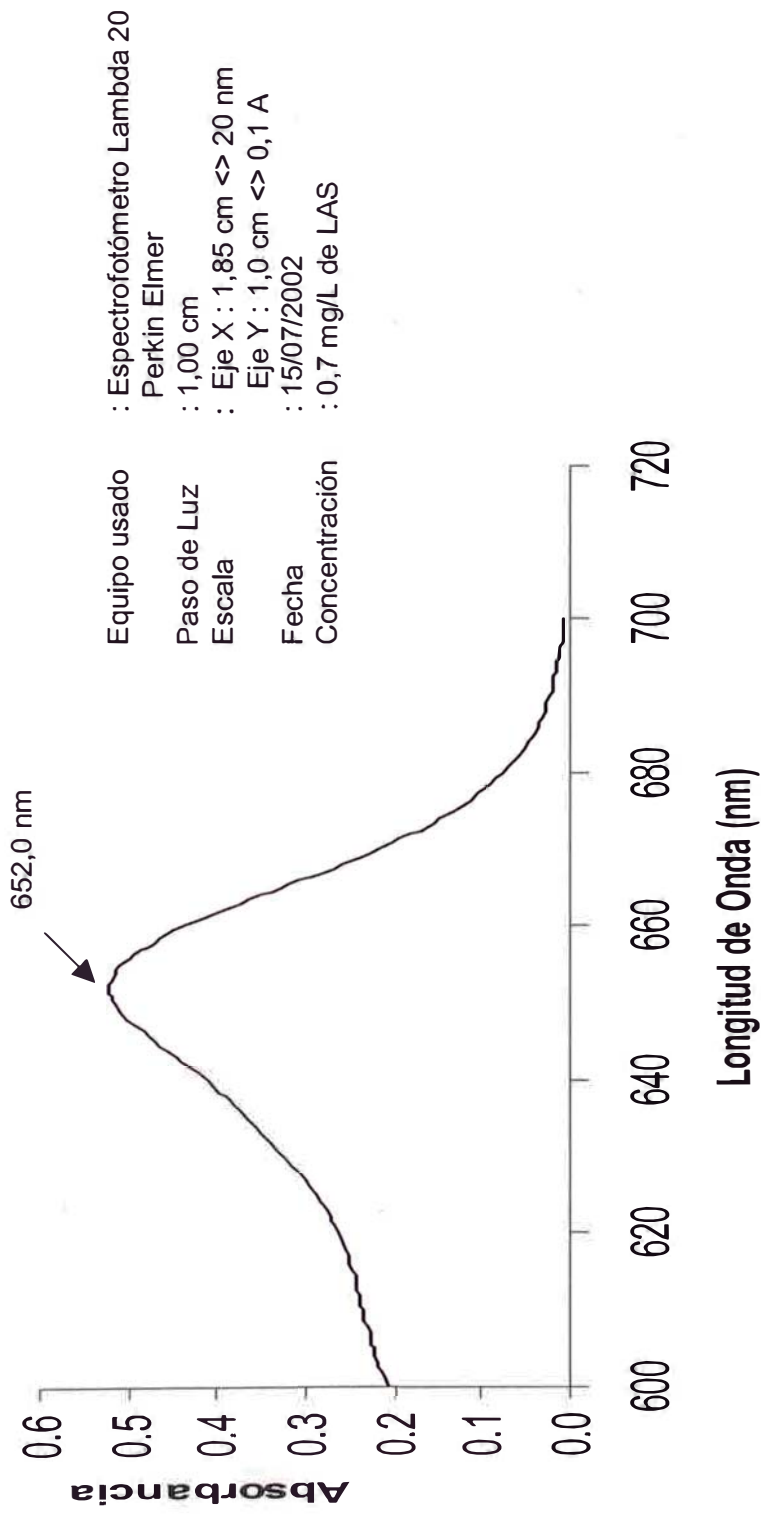
**Valores de absorbancia para la curva de barrido N° 2.**

**Concentración de LAS : 0,7 mg/L**

| $\lambda$ (nm) | Absorbancia |
|----------------|-------------|
| 600            | 0.207       |
| 602            | 0.214       |
| 604            | 0.221       |
| 606            | 0.227       |
| 608            | 0.232       |
| 610            | 0.237       |
| 612            | 0.241       |
| 614            | 0.245       |
| 616            | 0.250       |
| 618            | 0.255       |
| 620            | 0.262       |
| 622            | 0.270       |
| 624            | 0.282       |
| 626            | 0.295       |
| 628            | 0.310       |
| 630            | 0.325       |
| 632            | 0.340       |
| 634            | 0.356       |
| 636            | 0.373       |
| 638            | 0.390       |
| 640            | 0.411       |
| 642            | 0.435       |
| 644            | 0.457       |
| 646            | 0.480       |
| 648            | 0.502       |
| 650            | 0.516       |
| 652            | 0.522       |
| 654            | 0.515       |
| 656            | 0.500       |
| 658            | 0.472       |
| 660            | 0.436       |
| 662            | 0.395       |
| 664            | 0.352       |

|     |       |
|-----|-------|
| 666 | 0.307 |
| 668 | 0.260 |
| 670 | 0.219 |
| 672 | 0.183 |
| 674 | 0.149 |
| 676 | 0.119 |
| 678 | 0.096 |
| 680 | 0.076 |
| 682 | 0.060 |
| 684 | 0.048 |
| 686 | 0.038 |
| 688 | 0.030 |
| 690 | 0.023 |
| 692 | 0.019 |
| 694 | 0.015 |
| 696 | 0.012 |
| 698 | 0.009 |
| 700 | 0.008 |

**Gráfica N° 3.2 Curva de Barrido de Longitud de Onda N°2**



**Tabla 3.4**

**Valores de absorbancia para la curva de barrido N° 3.**

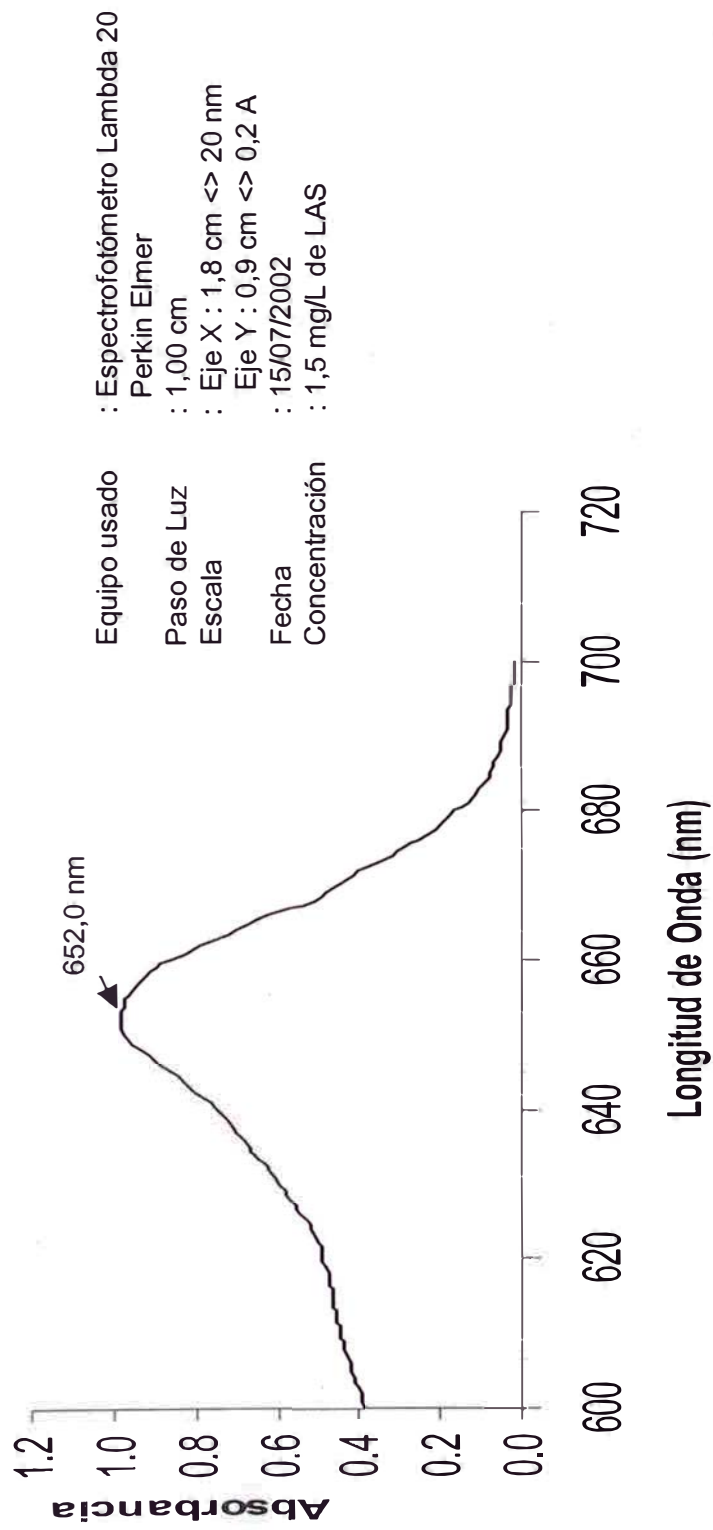
**Concentración de LAS : 1,5 mg/L**

| $\lambda$ (nm) | Absorbancia |
|----------------|-------------|
| 600            | 0.385       |
| 602            | 0.398       |
| 604            | 0.412       |
| 606            | 0.424       |
| 608            | 0.434       |
| 610            | 0.445       |
| 612            | 0.452       |
| 614            | 0.460       |
| 616            | 0.468       |
| 618            | 0.476       |
| 620            | 0.487       |
| 622            | 0.501       |
| 624            | 0.518       |
| 626            | 0.539       |
| 628            | 0.566       |
| 630            | 0.593       |
| 632            | 0.622       |
| 634            | 0.655       |
| 636            | 0.681       |
| 638            | 0.713       |
| 640            | 0.747       |
| 642            | 0.789       |
| 644            | 0.831       |
| 646            | 0.882       |
| 648            | 0.925       |
| 650            | 0.970       |
| 652            | 0.980       |
| 654            | 0.976       |
| 656            | 0.958       |
| 658            | 0.919       |
| 660            | 0.864       |
| 662            | 0.789       |
| 664            | 0.703       |

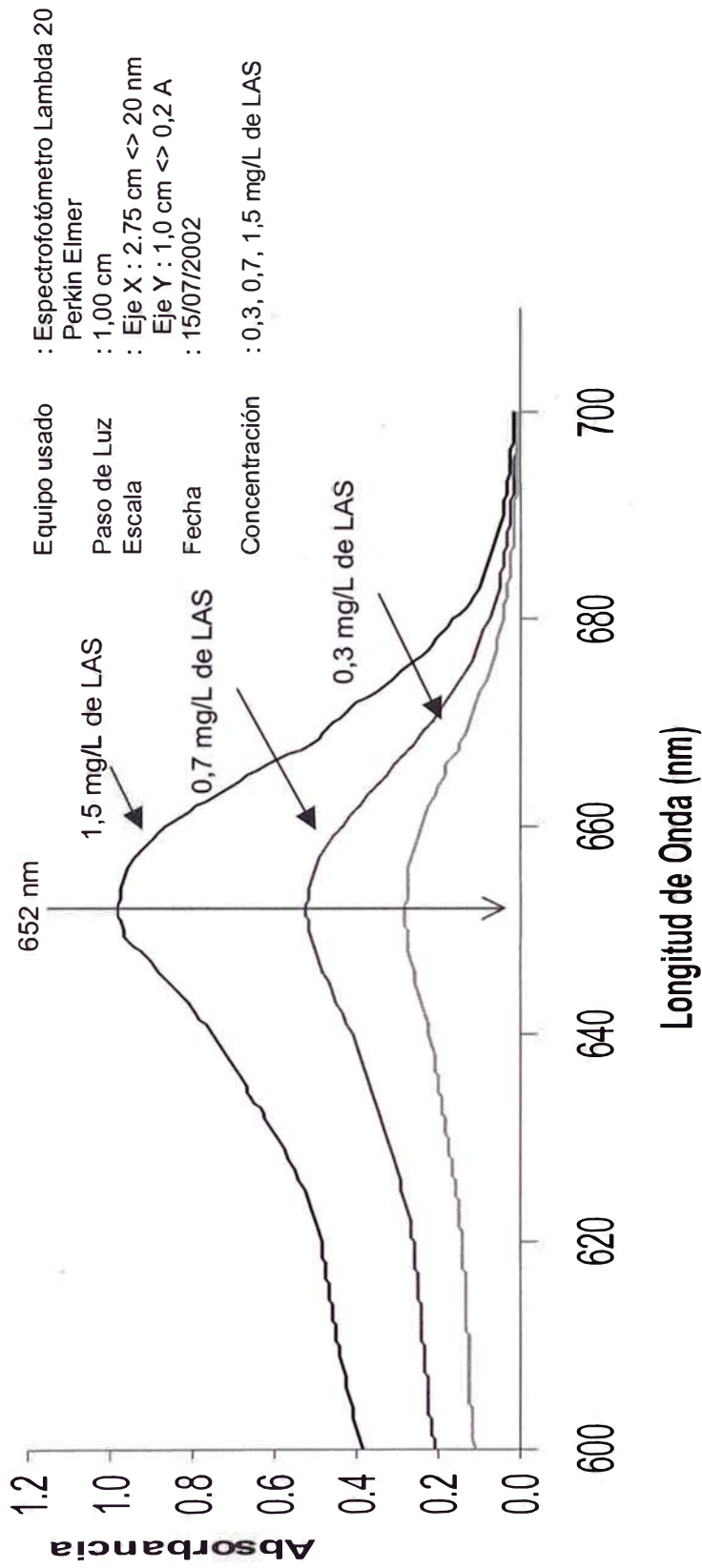


|     |       |
|-----|-------|
| 666 | 0.618 |
| 668 | 0.511 |
| 670 | 0.456 |
| 672 | 0.399 |
| 674 | 0.319 |
| 676 | 0.256 |
| 678 | 0.205 |
| 680 | 0.164 |
| 682 | 0.114 |
| 684 | 0.090 |
| 686 | 0.071 |
| 688 | 0.056 |
| 690 | 0.044 |
| 692 | 0.035 |
| 694 | 0.028 |
| 696 | 0.022 |
| 698 | 0.019 |
| 700 | 0.016 |

**Gráfica N° 3.3 Curva de Barrido de Longitud de Onda N° 3**



**Gráfica N° 3.4 Curvas de Barrido de Longitud de Onda Conjuntas**



De las longitudes de onda de máxima absorción obtenidas de las curvas de barrido 1, 2 y 3 para las concentraciones de 0,3, 0,7 y 1,5 mg/L de LAS, se obtiene la longitud de onda de máxima absorción promedio de 652 nm, la cual es utilizada en todas las mediciones de absorbancias siguientes.

### 3.5.2 Determinación de la Estabilidad del Compuesto Absorbente

Para determinar la estabilidad del compuesto coloreado absorbente en función del tiempo, se estudió el comportamiento de soluciones correspondientes a tres concentraciones diferentes de LAS, 0,3, 0,7 y 1,5 mg/L de LAS, en el intervalo de 0 a 120 minutos después de agregar la solución de desarrollo de color. Las correspondientes absorbancias se midieron contra un blanco de cloroformo a 652 nm en una celda de 1,00 cm de paso de luz. Las absorbancias para los diferentes tiempos, se muestran en las siguientes tablas, acompañadas por las curvas correspondientes.

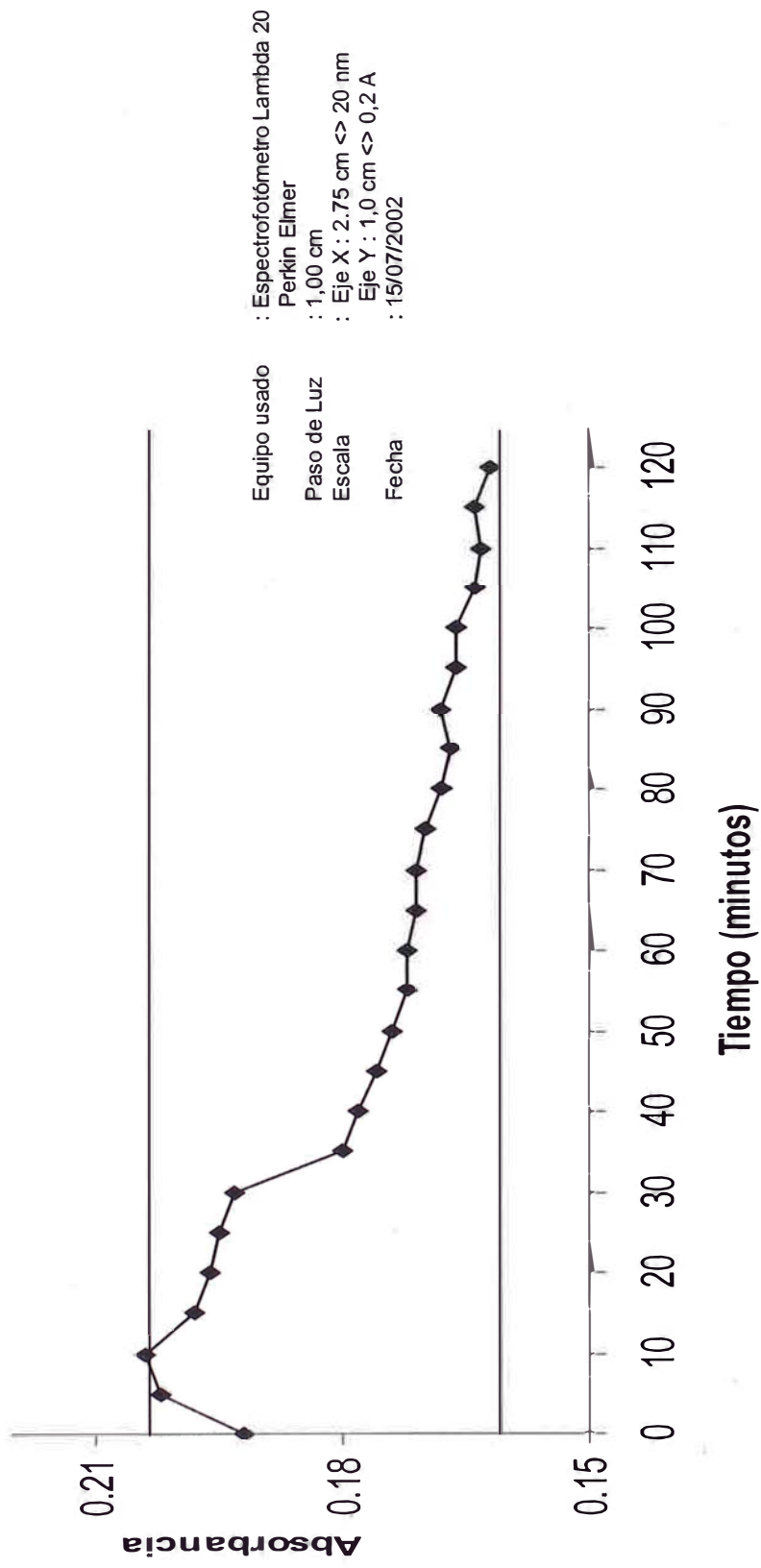
**Tabla 3.5**

**Valores de Absorbancia para la curva de estabilidad N°1.**

**Concentración 0,3 mg/L.**

| Tiempo (minutos) | Absorbancia |
|------------------|-------------|
| 0                | 0.192       |
| 5                | 0.202       |
| 10               | 0.204       |
| 15               | 0.198       |
| 20               | 0.196       |
| 25               | 0.195       |
| 30               | 0.193       |
| 35               | 0.180       |
| 40               | 0.178       |
| 45               | 0.176       |
| 50               | 0.174       |
| 55               | 0.172       |
| 60               | 0.172       |
| 65               | 0.172       |
| 70               | 0.171       |
| 75               | 0.171       |
| 80               | 0.170       |
| 85               | 0.168       |
| 90               | 0.167       |
| 95               | 0.168       |
| 100              | 0.166       |
| 105              | 0.166       |
| 110              | 0.164       |
| 115              | 0.163       |
| 120              | 0.164       |

Gráfica N° 3.5 Curva de Estabilidad del Compuesto Absorbente N°1



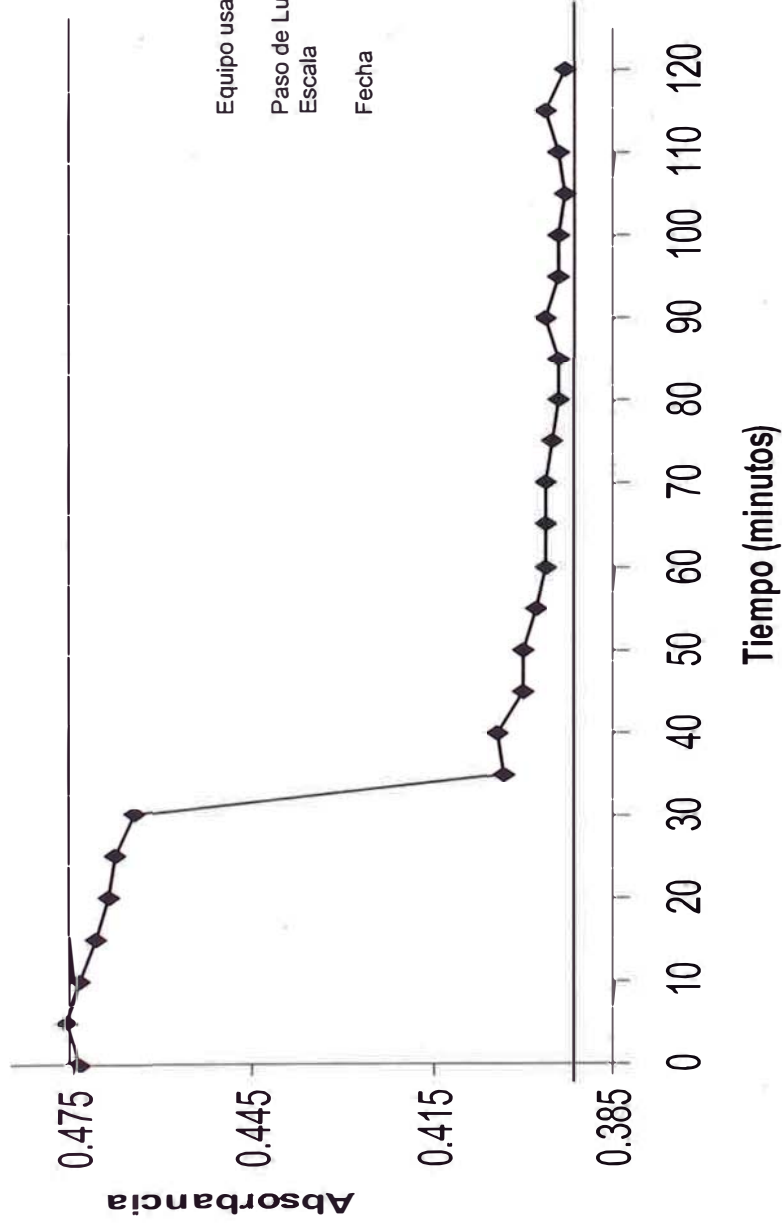
**Tabla 3.6**

**Valores de Absorbancia para la curva de estabilidad N°2.**

**Concentración 0,7 mg/L.**

| Tiempo (minutos) | Absorbancia |
|------------------|-------------|
| 0                | 0.474       |
| 5                | 0.476       |
| 10               | 0.474       |
| 15               | 0.471       |
| 20               | 0.469       |
| 25               | 0.468       |
| 30               | 0.465       |
| 35               | 0.403       |
| 40               | 0.404       |
| 45               | 0.400       |
| 50               | 0.400       |
| 55               | 0.398       |
| 60               | 0.396       |
| 65               | 0.396       |
| 70               | 0.396       |
| 75               | 0.395       |
| 80               | 0.394       |
| 85               | 0.394       |
| 90               | 0.393       |
| 95               | 0.394       |
| 100              | 0.394       |
| 105              | 0.393       |
| 110              | 0.394       |
| 115              | 0.396       |
| 120              | 0.393       |

Gráfica N° 3.6 Curva de Estabilidad del Compuesto Absorbente N°2



Equipo usado : Espectrofotómetro Lambda 20  
Perkin Elmer  
Paso de Luz : 1,00 cm  
Escala : Eje X : 2.75 cm ↔ 20 nm  
Eje Y : 1,0 cm ↔ 0,2 A  
Fecha : 15/07/2002



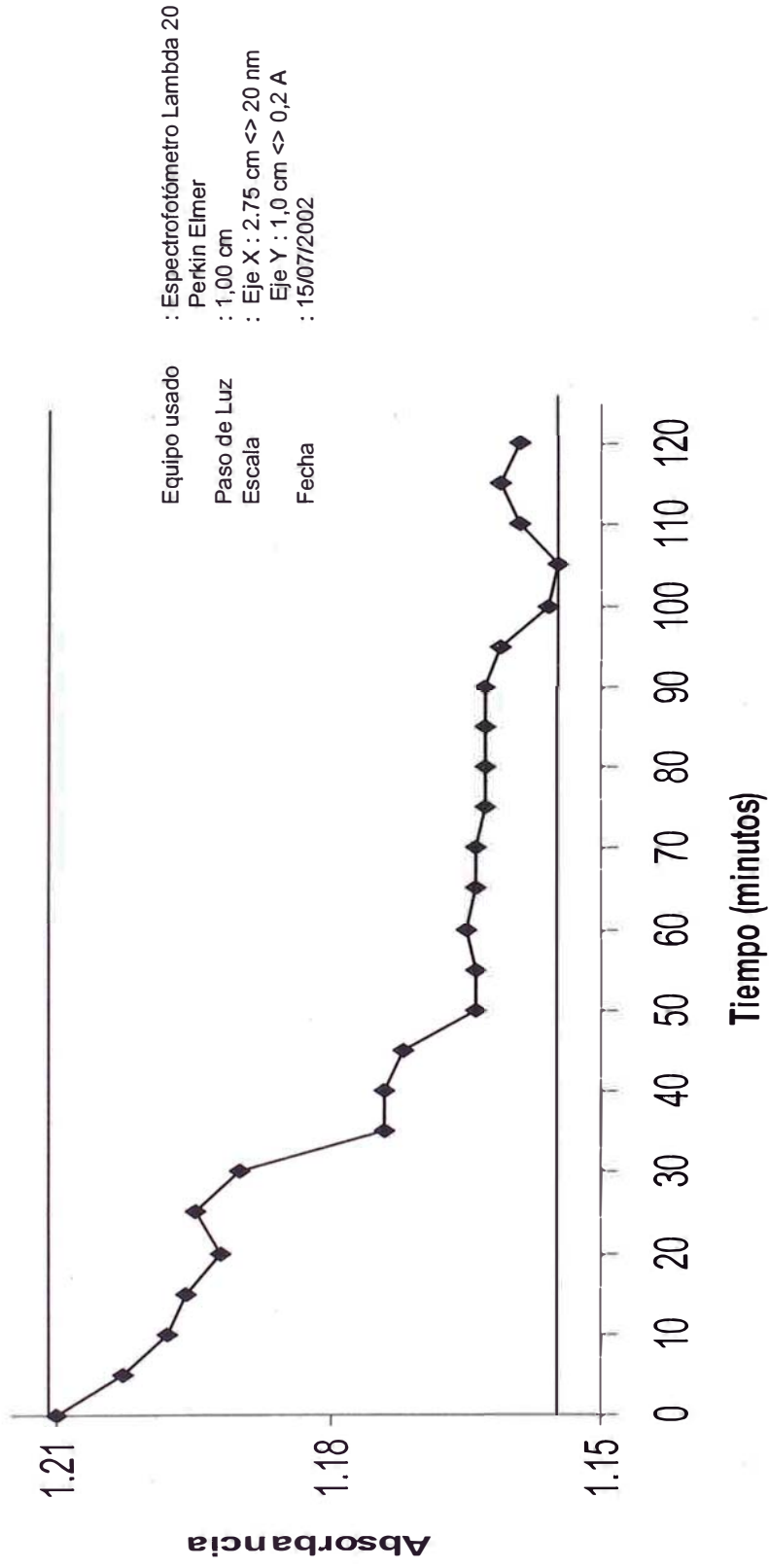
**Tabla 3.7**

**Valores de Absorbancia para la curva de estabilidad N°3.**

**Concentración 1,5 mg/L.**

| Tiempo (minutos) | Absorbancia |
|------------------|-------------|
| 0                | 1.210       |
| 5                | 1.203       |
| 10               | 1.198       |
| 15               | 1.196       |
| 20               | 1.192       |
| 25               | 1.195       |
| 30               | 1.190       |
| 35               | 1.174       |
| 40               | 1.174       |
| 45               | 1.172       |
| 50               | 1.164       |
| 55               | 1.164       |
| 60               | 1.165       |
| 65               | 1.164       |
| 70               | 1.164       |
| 75               | 1.163       |
| 80               | 1.163       |
| 85               | 1.163       |
| 90               | 1.163       |
| 95               | 1.161       |
| 100              | 1.156       |
| 105              | 1.155       |
| 110              | 1.159       |
| 115              | 1.161       |
| 120              | 1.159       |

**Gráfica N° 3.7 Curva de Estabilidad del Compuesto Absorbente N°3**



### 3.5.3 Determinación de la Sensibilidad

Para determinar la sensibilidad del método se realizaron dos controles de blancos de cloroformo. Las correspondientes absorbancias se midieron contra un blanco de cloroformo a 652 nm en una celda de 1,00 cm de paso de luz. Los resultados se muestran en las siguientes tablas, acompañadas por las curvas correspondientes.

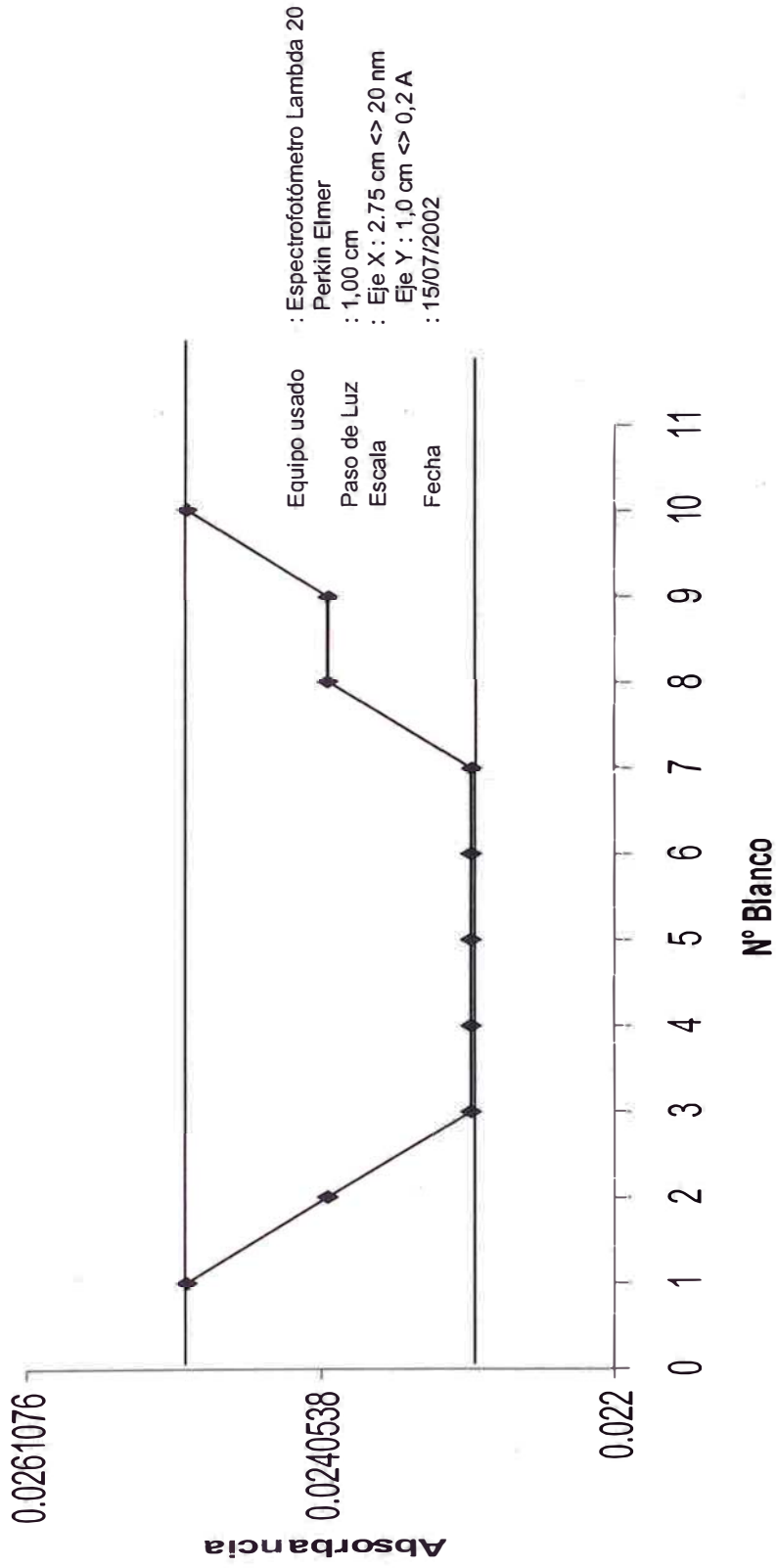
**Tabla 3.8**

**Valores de Absorbancia para el control de Blancos N°1.**

Número de blancos : 10      Valor teórico de Absorbancia: 0,000

| Número de Blanco | % Transmitancia | Absorbancia |
|------------------|-----------------|-------------|
| 01               | 94.41           | 0.025       |
| 02               | 94.62           | 0.024       |
| 03               | 94.84           | 0.023       |
| 04               | 94.84           | 0.023       |
| 05               | 94.84           | 0.023       |
| 06               | 94.84           | 0.023       |
| 07               | 94.84           | 0.023       |
| 08               | 94.62           | 0.024       |
| 09               | 94.62           | 0.024       |
| 10               | 94.41           | 0.025       |

Gráfica N° 3.8 Curva de Control de Blancos N°1



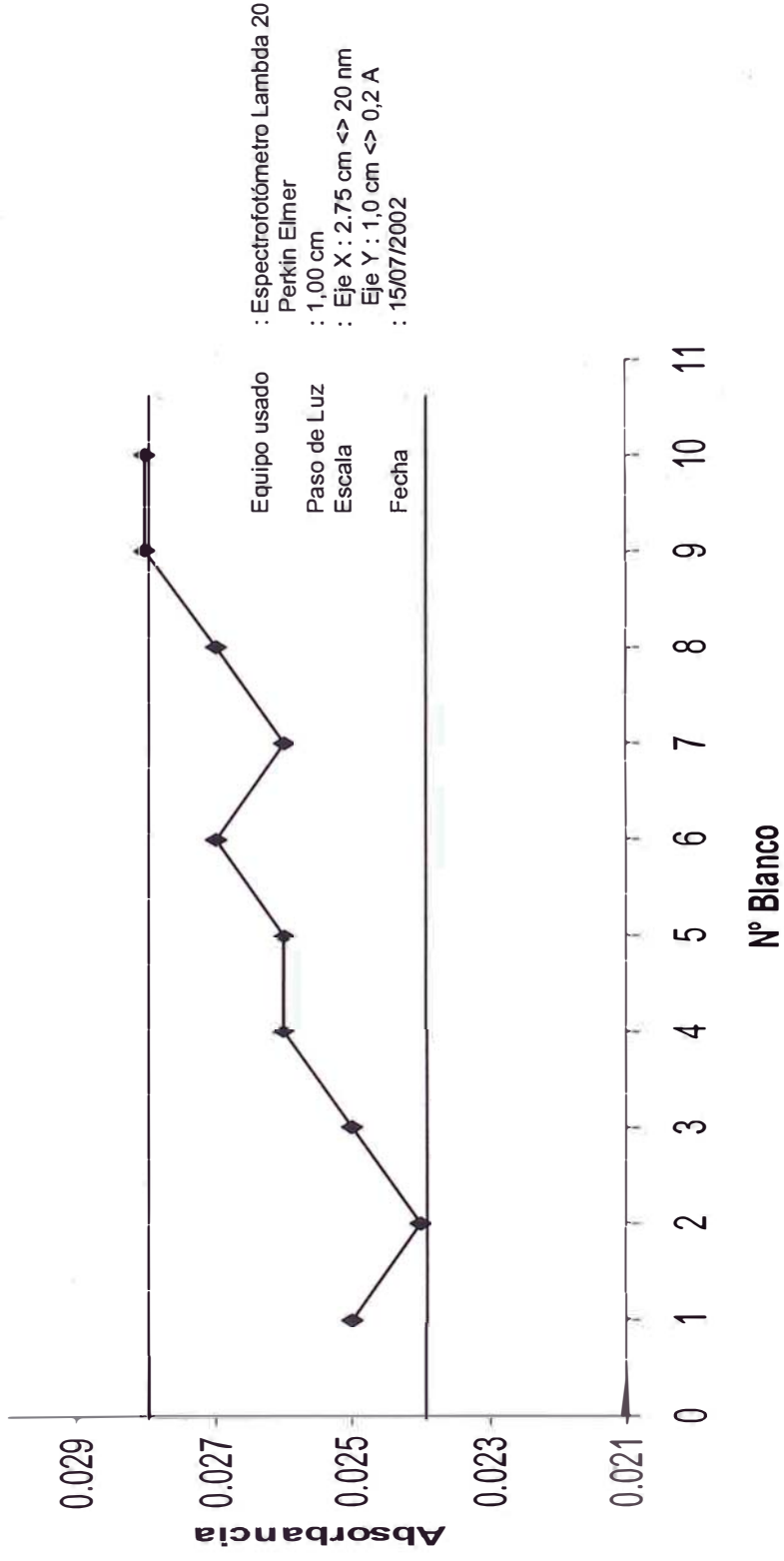
**Tabla 3.9**

**Valores de Absorbancia para el control de Blancos N°2.**

Número de blancos : 10      Valor teórico de Absorbancia: 0,000

| Número de Blanco | % Transmitancia | Absorbancia |
|------------------|-----------------|-------------|
| 01               | 94.41           | 0.025       |
| 02               | 94.62           | 0.024       |
| 03               | 94.41           | 0.025       |
| 04               | 94.19           | 0.026       |
| 05               | 94.19           | 0.026       |
| 06               | 93.97           | 0.027       |
| 07               | 94.19           | 0.026       |
| 08               | 93.97           | 0.027       |
| 09               | 93.76           | 0.028       |
| 10               | 93.76           | 0.028       |

Gráfica N° 3.9 Curva de Control de Blancos N°2



La dispersión de las lecturas promedio de absorbancia de blancos se consideran como ruido por lo que la señal que nos permitirá detectar la presencia de LAS en la muestra, debe corresponder al doble de ésta dispersión.

Considerando las curvas de control de blancos mostradas en las gráficas 3.8 y 3.9, la dispersión promedio de absorbancia es: 0,003 A.

Esto quiere decir que las lecturas de absorbancia que se obtengan con el método analítico denotarán la presencia de LAS en las muestras analizadas cuando sus valores estén por encima de 0,006 unidades de absorbancia ( $2 \times 0,003$ ) valor que marca la sensibilidad del método.



#### 3.5.4 Determinación de la Reproducibilidad

Para evaluar la reproducibilidad de las mediciones de absorbancia a través de las correspondientes cartas de control, se prepararon diez soluciones de una misma concentración de LAS, aplicándoles el procedimiento establecido en el método analítico. Las absorbancias obtenidas así como los cálculos y las correspondientes cartas de control se presentan a continuación.

**Tabla 3.10**

**Absorbancias para la Carta de Control de Estándares N°1**

Concentración 0,3 mg/L de LAS

| N° de Estándar | % Transmitancia | Absorbancia ( $X_1$ ) | $(X_1 - \bar{X}_1)^2$ |
|----------------|-----------------|-----------------------|-----------------------|
| 1              | 64.27           | 0.192                 | $4.00 \times 10^{-8}$ |
| 2              | 64.42           | 0.191                 | $6.40 \times 10^{-7}$ |
| 3              | 64.27           | 0.192                 | $4.00 \times 10^{-8}$ |
| 4              | 64.42           | 0.191                 | $6.40 \times 10^{-7}$ |
| 5              | 64.42           | 0.191                 | $6.40 \times 10^{-7}$ |
| 6              | 64.27           | 0.192                 | $4.00 \times 10^{-8}$ |
| 7              | 64.12           | 0.193                 | $1.44 \times 10^{-6}$ |
| 8              | 64.27           | 0.192                 | $4.00 \times 10^{-8}$ |
| 9              | 64.27           | 0.192                 | $4.00 \times 10^{-8}$ |
| 10             | 64.27           | 0.192                 | $4.00 \times 10^{-8}$ |

$$\bar{X}_1 = 0.1918$$

$$\sum (X_1 - \bar{X}_1)^2 = 3.60 \times 10^{-6}$$

**Desviación Estándar N°1:**

$$\begin{aligned}\sigma_1 &= \sqrt{\sum (X_1 - \bar{X}_1)^2 / (N-1)} \\ &= \sqrt{(3.60 \times 10^{-6})/9} \\ &= 0.0006\end{aligned}$$

$$2\sigma_1 = 0.0012$$

$$3\sigma_1 = 0.0018$$

**Rango de Dispersión de las Lecturas de Estándares N°1:**

$$X_1 + \sigma_1 = 0.1918 + 0.0006 = 0.1924 \text{ (línea alerta superior)}$$

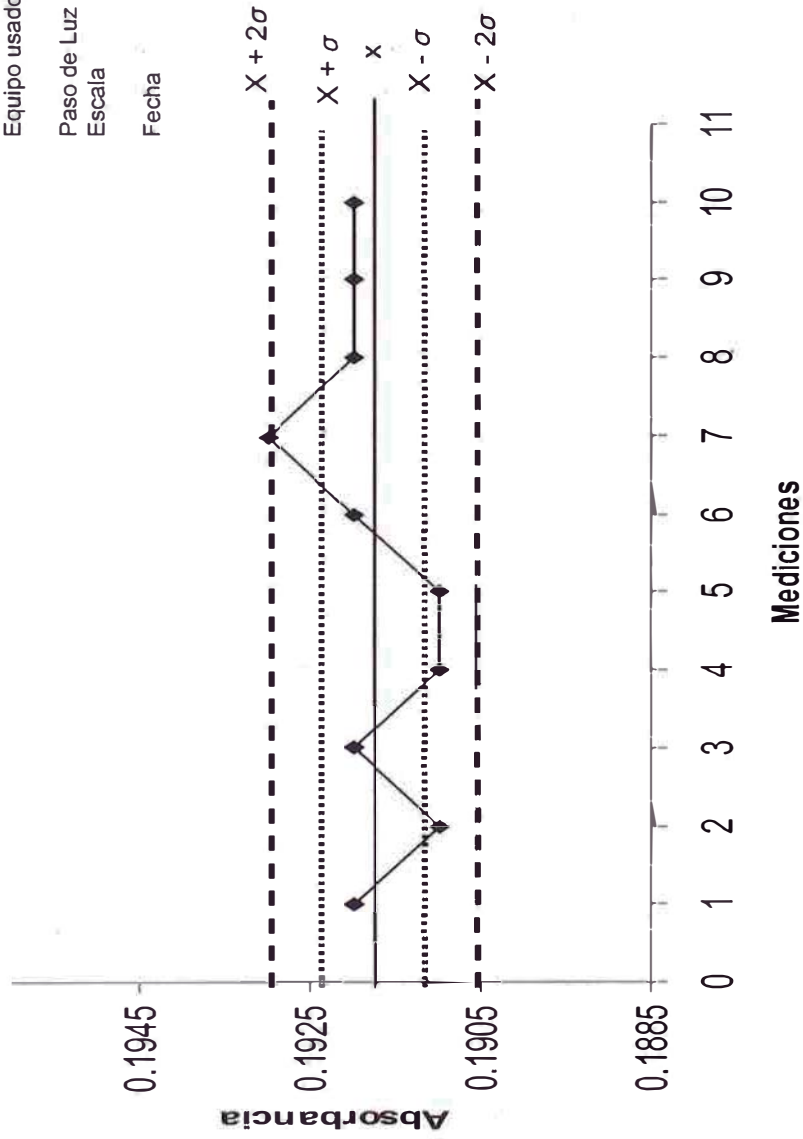
$$X_1 - \sigma_1 = 0.1918 - 0.0006 = 0.1912 \text{ (línea alerta inferior)}$$

$$X_1 + 2\sigma_1 = 0.1918 + 0.0012 = 0.1930 \text{ (línea acción superior)}$$

$$X_1 - 2\sigma_1 = 0.1918 - 0.0012 = 0.1906 \text{ (línea acción inferior)}$$

Gráfica N° 3.10 Curva de Control de Estándares N° 1

Equipo usado : Espectrofotómetro Lambda 20  
 Perkin Elmer  
 Paso de Luz : 1,00 cm  
 Escala : Eje X : 0,9 cm <math>\leftrightarrow</math> 1 und  
 Eje Y : 2,1 cm <math>\leftrightarrow</math> 0,0020 A  
 Fecha : 14/07/2002



**Tabla 3.11**

**Absorbancias para la Carta de Control de Estándares N°2**

Concentración 0,7 mg/L de LAS

| N° de Estándar | % Transmitancia | Absorbancia ( $X_2$ ) | $(X_2 - \bar{X}_2)^2$ |
|----------------|-----------------|-----------------------|-----------------------|
| 1              | 33.57           | 0.474                 | $1.00 \times 10^{-8}$ |
| 2              | 33.65           | 0.473                 | $8.10 \times 10^{-7}$ |
| 3              | 33.57           | 0.474                 | $1.00 \times 10^{-8}$ |
| 4              | 33.65           | 0.473                 | $8.10 \times 10^{-7}$ |
| 5              | 33.50           | 0.475                 | $1.21 \times 10^{-6}$ |
| 6              | 33.57           | 0.474                 | $1.00 \times 10^{-8}$ |
| 7              | 33.65           | 0.473                 | $8.10 \times 10^{-7}$ |
| 8              | 33.50           | 0.475                 | $1.21 \times 10^{-6}$ |
| 9              | 33.57           | 0.474                 | $1.00 \times 10^{-8}$ |
| 10             | 33.57           | 0.474                 | $1.00 \times 10^{-8}$ |

$$\bar{X}_2 = 0.4739$$

$$\sum (X_2 - \bar{X}_2)^2 = 4.90 \times 10^{-6}$$

**Desviación Estándar N°2:**

$$\begin{aligned}\Sigma_2 &= \sqrt{\sum (X_2 - \bar{X}_2)^2 / (N-1)} \\ &= \sqrt{(4.90 \times 10^{-6})/9} \\ &= 0.0007\end{aligned}$$

$$2\sigma_2 = 0.0014$$

$$3\sigma_2 = 0.0021$$

**Rango de Dispersión de las Lecturas de Estándares N°2:**

$$X_2 + \sigma_2 = 0.4739 + 0.0007 = 0.4746 \text{ (línea alerta superior)}$$

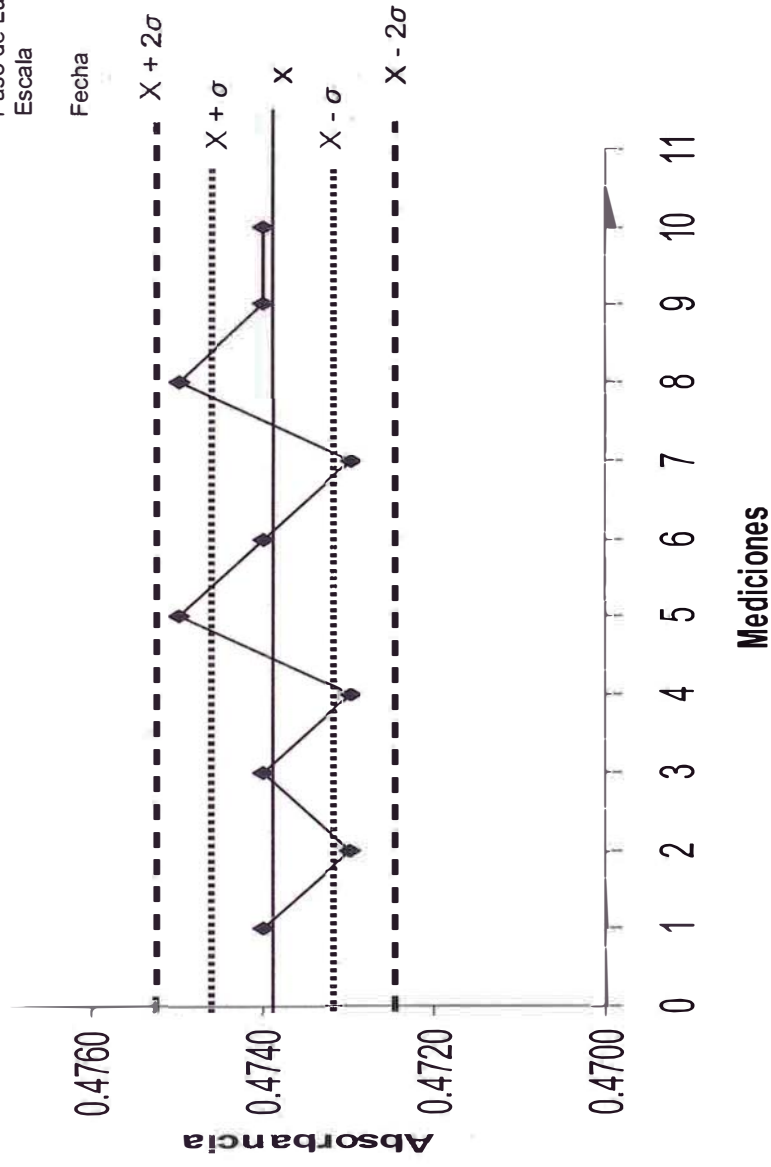
$$X_2 - \sigma_2 = 0.4739 - 0.0007 = 0.4732 \text{ (línea alerta inferior)}$$

$$X_2 + 2\sigma_2 = 0.4739 + 0.0014 = 0.4753 \text{ (línea acción superior)}$$

$$X_2 - 2\sigma_2 = 0.4739 - 0.0014 = 0.4725 \text{ (línea acción inferior)}$$

Gráfica N° 3.11 Curva de Control de Estándares N° 2

Equipo usado : Espectrofotómetro Lambda 20  
Perkin Elmer  
Paso de Luz : 1,00 cm  
Escala : Eje X : 1,0 cm <-> 1 und  
Eje Y : 2,1 cm <-> 0,0020 A  
Fecha : 14/07/2002



**Tabla 3.12**

**Absorbancias para la Carta de Control de Estándares N°3**

Concentración 1.5 mg/L de LAS

| N° de Estándar | % Transmitancia | Absorbancia ( $X_3$ ) | $(X_3 - \bar{X}_3)^2$ |
|----------------|-----------------|-----------------------|-----------------------|
| 1              | 6.17            | 1.210                 | $4.90 \times 10^{-7}$ |
| 2              | 6.19            | 1.208                 | $1.69 \times 10^{-6}$ |
| 3              | 6.17            | 1.210                 | $4.90 \times 10^{-7}$ |
| 4              | 6.18            | 1.209                 | $9.00 \times 10^{-8}$ |
| 5              | 6.18            | 1.209                 | $9.00 \times 10^{-8}$ |
| 6              | 6.18            | 1.209                 | $9.00 \times 10^{-8}$ |
| 7              | 6.19            | 1.208                 | $1.69 \times 10^{-6}$ |
| 8              | 6.17            | 1.210                 | $4.90 \times 10^{-7}$ |
| 9              | 6.17            | 1.210                 | $4.90 \times 10^{-7}$ |
| 10             | 6.17            | 1.210                 | $4.90 \times 10^{-7}$ |

$$\bar{X}_3 = 1.2093$$

$$\sum (X_3 - \bar{X}_3)^2 = 6.10 \times 10^{-6}$$



**Desviación Estándar N°3:**

$$\begin{aligned}\Sigma_3 &= \sqrt{\sum (X_3 - \bar{X}_3)^2 / (N-1)} \\ &= \sqrt{(6.10 \times 10^{-6})/9} \\ &= 0.0008\end{aligned}$$

$$2\sigma_3 = 0.0016$$

$$3\sigma_3 = 0.0024$$

**Rango de Dispersión de las Lecturas de Estándares N°3:**

$$X_3 + \sigma_3 = 1.2093 + 0.0008 = 1.2101 \text{ (línea alerta superior)}$$

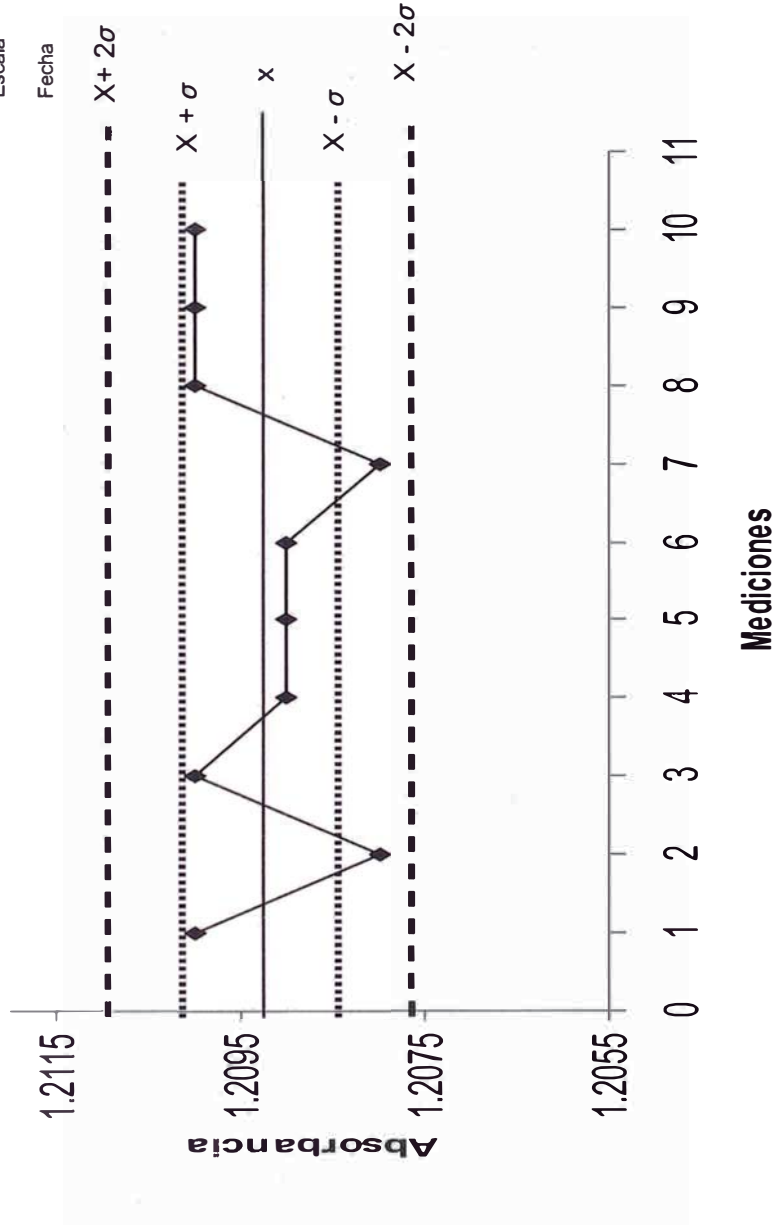
$$X_3 - \sigma_3 = 1.2093 - 0.0008 = 1.2085 \text{ (línea alerta inferior)}$$

$$X_3 + 2\sigma_3 = 1.2093 + 0.0016 = 1.2109 \text{ (línea acción superior)}$$

$$X_3 - 2\sigma_3 = 1.2093 - 0.0016 = 1.2077 \text{ (línea acción inferior)}$$

**Gráfica N° 3.12 Curva de Control de Estándares N° 3**

Equipo usado : Espectrofotómetro Lambda 20  
 Perkin Elmer  
 Paso de Luz : 1,00 cm  
 Escala : Eje X : 1,0 cm  $\leftrightarrow$  1 und  
 Eje Y : 2,3 cm  $\leftrightarrow$  0,0020 A  
 Fecha : 14/07/2002



### **Comparación de las Desviaciones Estándares**

Los valores de las desviaciones estándares para cada una de las tres concentraciones ,  $\sigma_1$  ,  $\sigma_2$  ,  $\sigma_3$  , se encuentran muy cercanas unas a otras dando un promedio de 0.0007 para el rango de concentraciones estudiadas, pudiéndose concluir que la reproducibilidad del método analítico para la determinación de Surfactantes Aniónicos como sustancias activas al azul de metileno, es buena y las diferencias entre las desviaciones estándar se deben a errores aleatorios.

### **3.5.5 Prueba de Linealidad : Curva de Calibración (27)**

Para probar la linealidad de la curva Absorbancia versus Concentración, se procesaron una serie de estándares, con concentraciones conocidas de LAS, los cuales fueron leídos en el espectrofotómetro a 652 nm.

Con los datos obtenidos de la curva de calibración, se preparó la siguiente tabla para el cálculo del coeficiente de correlación “ r “ y la ecuación de la curva de calibración.

**Tabla 3.13**

**Valores de la Curva de Calibración**

(  $\lambda$  = 652 nm ; b = 1.00 cm )

| mg LAS / L | Absorbancia ( A ) |
|------------|-------------------|
| 0.0        | 0.025             |
| 0.1        | 0.108             |
| 0.2        | 0.174             |
| 0.3        | 0.195             |
| 0.4        | 0.326             |
| 0.5        | 0.451             |
| 0.7        | 0.478             |
| 0.9        | 0.687             |
| 1.0        | 0.739             |
| 1.5        | 1.210             |
| 2.0        | 1.619             |

$\Sigma$  concentración = 7.60 mg LAS / L

$\Sigma$  Absorbancia = 6.012

**Tabla 3.14**

**Valores para el cálculo del coeficiente de correlación ( r ) y la ecuación de regresión de la curva de calibración.**

| mgLAS/L<br>( $x_i$ ) | Absorbancia<br>( $y_i$ ) | ( $x_i - \bar{x}$ ) | ( $x_i - \bar{x}$ ) <sup>2</sup> | ( $y_i - \bar{y}$ ) | ( $y_i - \bar{y}$ ) <sup>2</sup> | ( $x_i - \bar{x}$ )( $y_i - \bar{y}$ ) |
|----------------------|--------------------------|---------------------|----------------------------------|---------------------|----------------------------------|--|
| 0.0                  | 0.025                    | -0.6909             | 0.4774                           | -0.5215             | 0.2720                           | 0.3603                                 |
| 0.1                  | 0.108                    | -0.5909             | 0.3492                           | -0.4385             | 0.1923                           | 0.2591                                 |
| 0.2                  | 0.174                    | -0.4909             | 0.2410                           | -0.3725             | 0.1388                           | 0.1829                                 |
| 0.3                  | 0.195                    | -0.3909             | 0.1528                           | -0.3515             | 0.1236                           | 0.1374                                 |
| 0.4                  | 0.326                    | -0.2909             | 0.0846                           | -0.2205             | 0.0486                           | 0.0642                                 |
| 0.5                  | 0.451                    | -0.1909             | 0.0364                           | -0.0955             | 0.0091                           | 0.0182                                 |
| 0.7                  | 0.478                    | 0.0091              | 0.0001                           | -0.0685             | 0.0047                           | -0.0006                                |
| 0.9                  | 0.687                    | 0.2091              | 0.0437                           | 0.1405              | 0.0197                           | 0.0294                                 |
| 1.0                  | 0.739                    | 0.3091              | 0.0955                           | 0.1925              | 0.037                            | 0.0595                                 |
| 1.5                  | 1.210                    | 0.8091              | 0.6546                           | 0.6635              | 0.4402                           | 0.5368                                 |
| 2.0                  | 1.619                    | 1.3091              | 1.7137                           | 1.0725              | 1.1502                           | 1.4039                                 |
| $\Sigma = 7.60$      | $\Sigma = 6.012$         | 0.00                | 3.8491                           | 0.00                | 2.4363                           | 3.0512                                 |

### **Cálculo del coeficiente de correlación ( r )**

Para calcular el coeficiente de correlación se usó la siguiente fórmula:

$$r = \frac{\sum \{ (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y}) \}}{\{ [ \sum (x_i - \bar{x})^2 ] [ \sum (y_i - \bar{y})^2 ] \}^{1/2}}$$

Reemplazando los valores de la tabla 5.14, se obtiene

$$r = \frac{3.0512}{\sqrt{(3.8491)(2.4363)}}$$

$$r = 0.9964$$

Siendo el valor de r muy próximo a 1, se puede establecer que la relación entre la absorbancia y la concentración es prácticamente lineal y la ecuación de la recta Y (Absorbancia ) versus X ( mg LAS / L ), se puede calcular, según la ecuación ,  $y = bx + a$ , como sigue

$$b = \frac{\sum_i \{ (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y}) \}}{\{ [\sum_i (x_i - \bar{x})^2] \}}$$

Reemplazando los valores se obtiene :

$$b = 3.0512 / 3.8491$$

$$b = 0.7927$$

$$a = 6.012 - 0.7927 ( 7.60 )$$

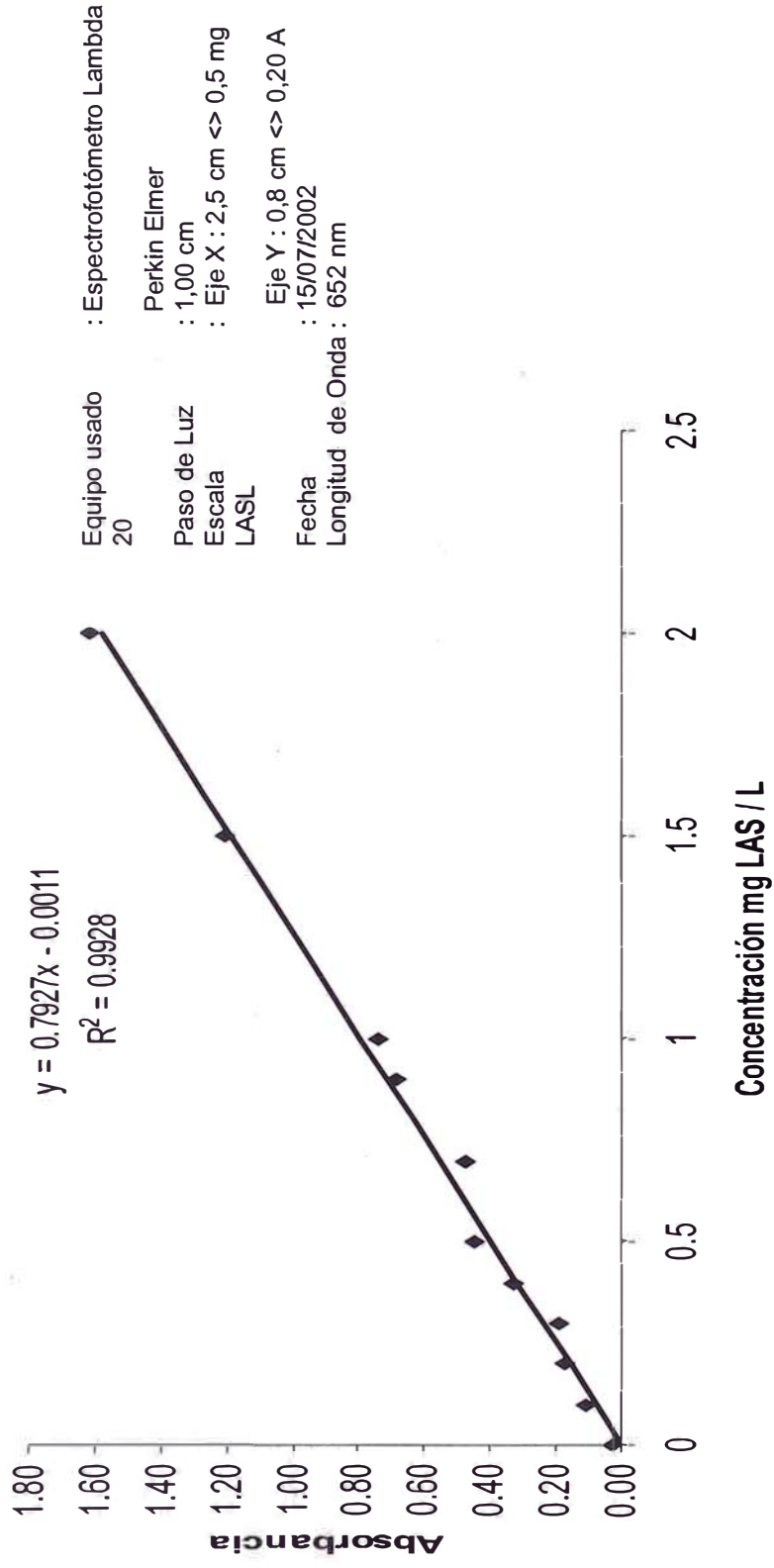
$$a = -0.0011$$

Luego la ecuación de la recta será :

$$y = 0.7927x - 0.0011$$



Gráfica N° 3.13 Curva de Calibración



### **3.6 APLICACIÓN DEL MÉTODO ANALÍTICO PARA LA EVALUACIÓN EN MUESTRAS DE AGUA**

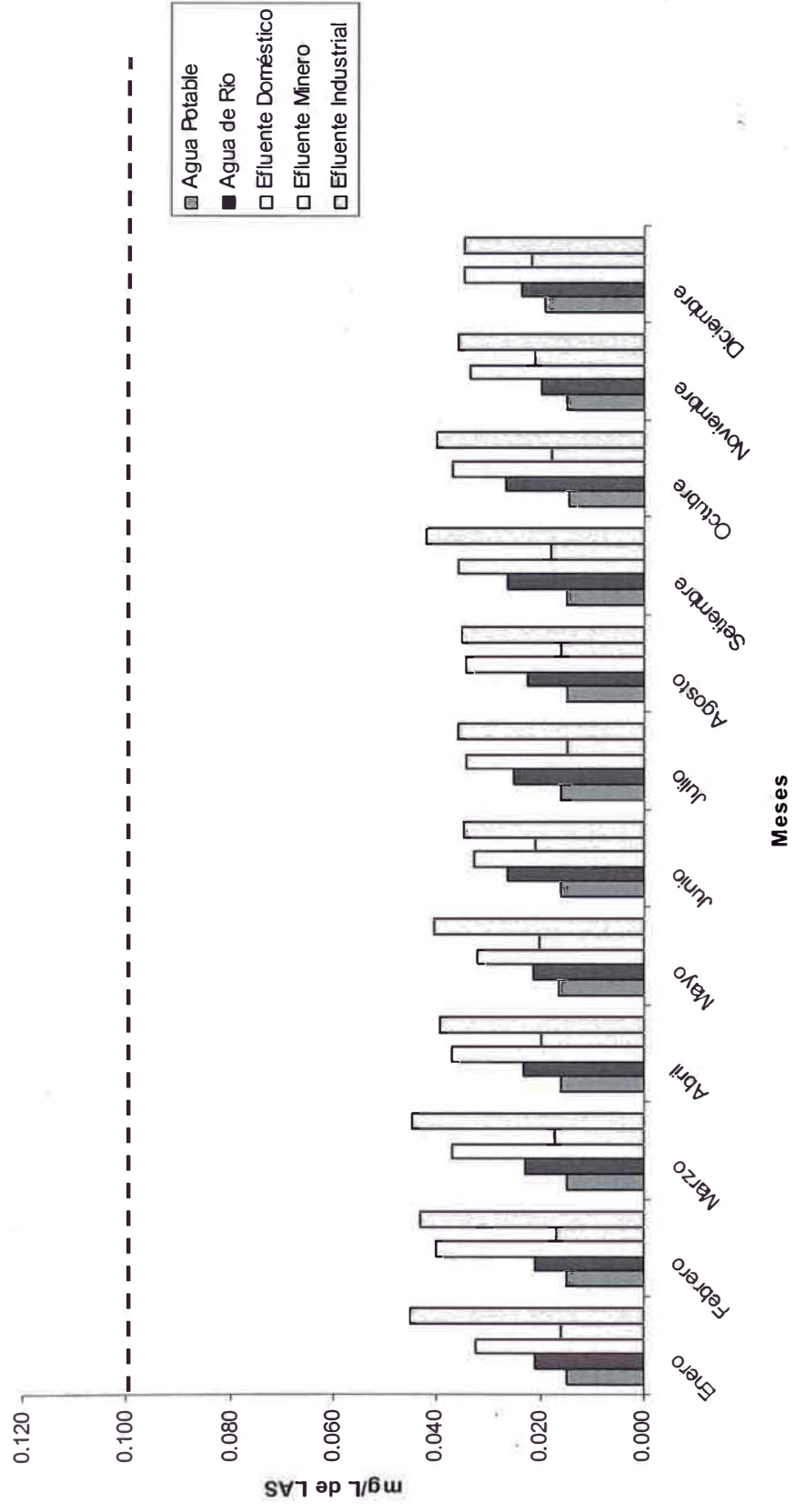
Se desarrolló el método analítico en diversos tipos de muestras de aguas, tales como, agua natural (rio), agua potable y agua residual (efluente doméstico, industrial y minero).

Los resultados del análisis de las muestras se presentan en la tabla N° 3.15.

**Tabla N° 3.15****Concentración de LAS encontrada en cada tipo de muestra de Agua****2001**

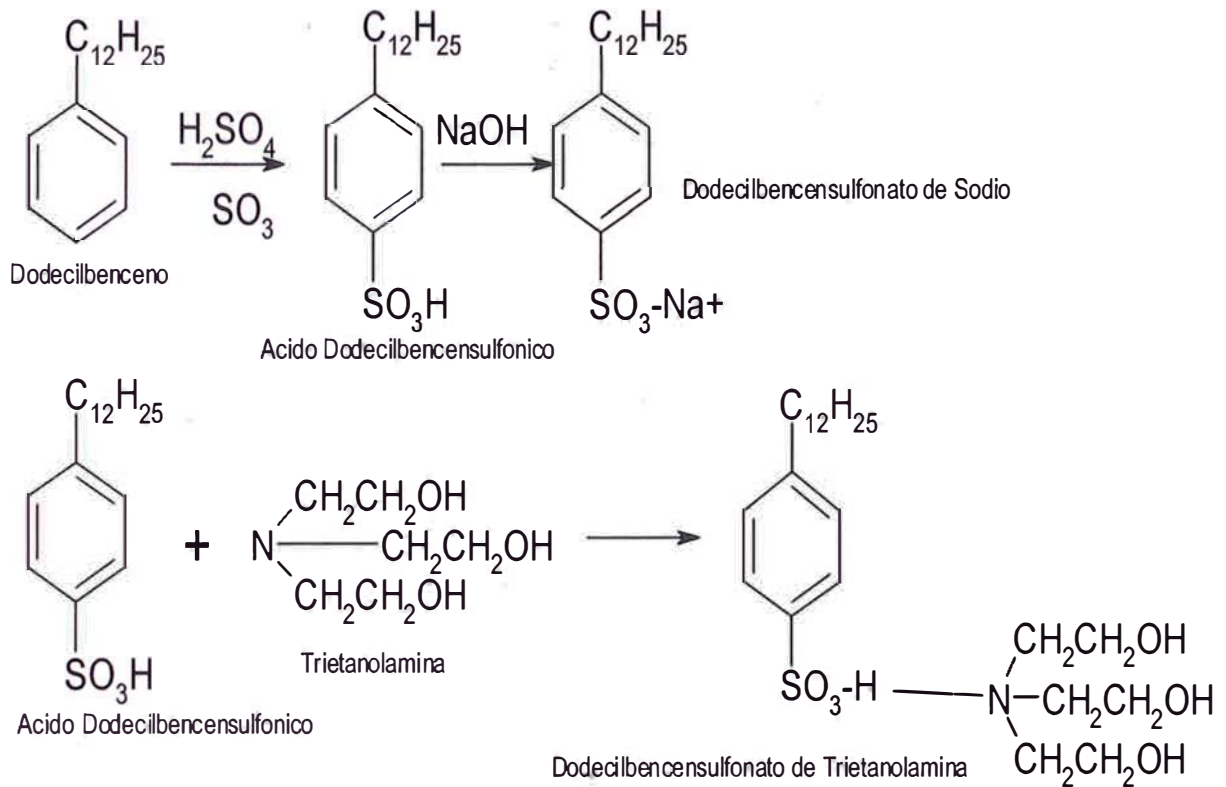
|           | AGUA<br>POTABLE | AGUA<br>DE<br>RÍO | EFLUENTE<br>DOMÉSTICO | EFLUENTE<br>MINERO | EFLUENTE<br>INDUSTRIAL |
|-----------|-----------------|-------------------|-----------------------|--------------------|------------------------|
| Enero     | 0.015           | 0.021             | 0.032                 | 0.016              | 0.045                  |
| Febrero   | 0.015           | 0.021             | 0.040                 | 0.017              | 0.043                  |
| Marzo     | 0.015           | 0.023             | 0.017                 | 0.037              | 0.045                  |
| Abril     | 0.016           | 0.023             | 0.037                 | 0.020              | 0.039                  |
| Mayo      | 0.017           | 0.021             | 0.032                 | 0.020              | 0.041                  |
| Junio     | 0.016           | 0.026             | 0.033                 | 0.021              | 0.035                  |
| Julio     | 0.016           | 0.025             | 0.034                 | 0.015              | 0.036                  |
| Agosto    | 0.015           | 0.023             | 0.034                 | 0.016              | 0.035                  |
| Setiembre | 0.015           | 0.026             | 0.036                 | 0.018              | 0.042                  |
| Octubre   | 0.015           | 0.027             | 0.037                 | 0.018              | 0.040                  |
| Noviembre | 0.015           | 0.020             | 0.034                 | 0.021              | 0.036                  |
| Diciembre | 0.019           | 0.024             | 0.035                 | 0.022              | 0.035                  |

**Gráfica N° 3.14 Concentración de LAS encontrada en cada tipo de muestras de Aguas  
2001**

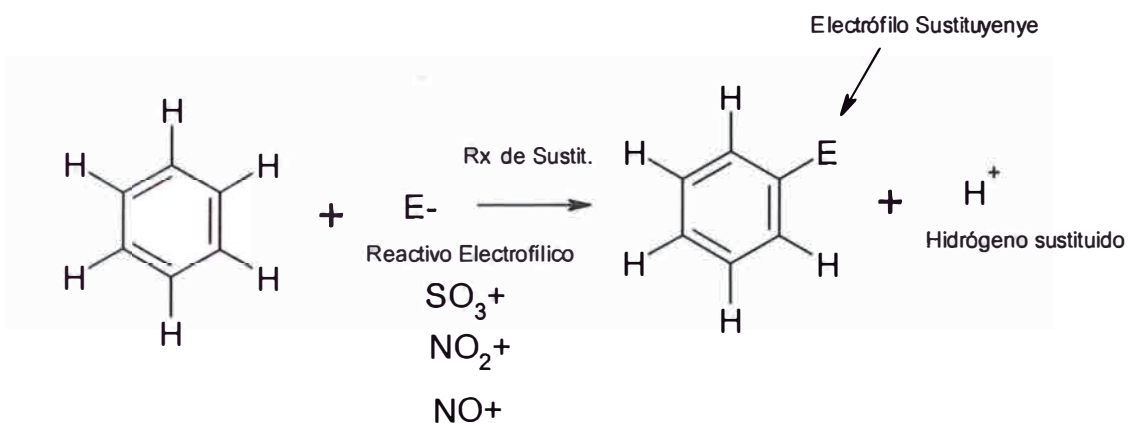


### 3.7 REACCIONES QUÍMICAS

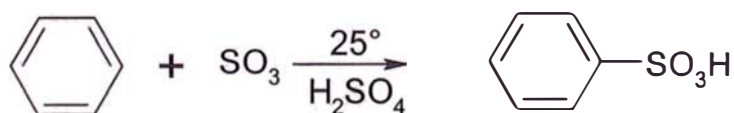
#### Reacción de sulfonación del dodecil benceno



La reacción de sulfonación ocurre a través de una *sustitución electrofílica aromática* que es una de las mejores formas de introducir grupos funcionales dentro de un anillo aromático.



En la reacción de **sulfonación** del benceno, éste reacciona con ácido sulfúrico fumante para dar el ácido bencensulfónico.



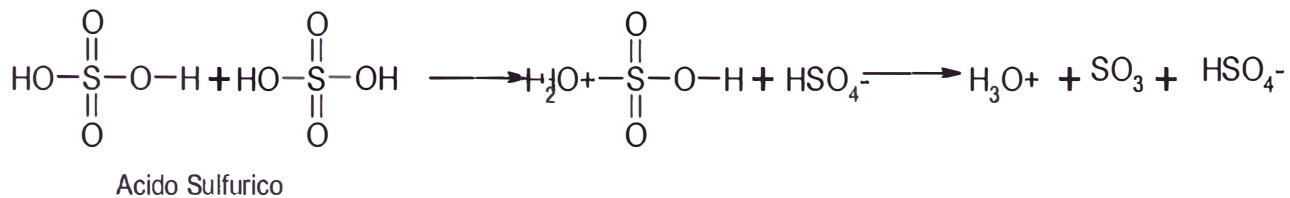
Los grupos alquílicos en un anillo aromático tienen un efecto activante y dirigen la sustitución electrofílica en las posiciones **orto** y **para**.

Cuando los alquilbencenos se someten a una reacción de sulfonación, la velocidad de formación del producto es mayor que si se utilizara benceno como tal. Esta reacción procede por un mecanismo típico de una sustitución electrofílica aromática el cual se puede visualizar en tres etapas principalmente:

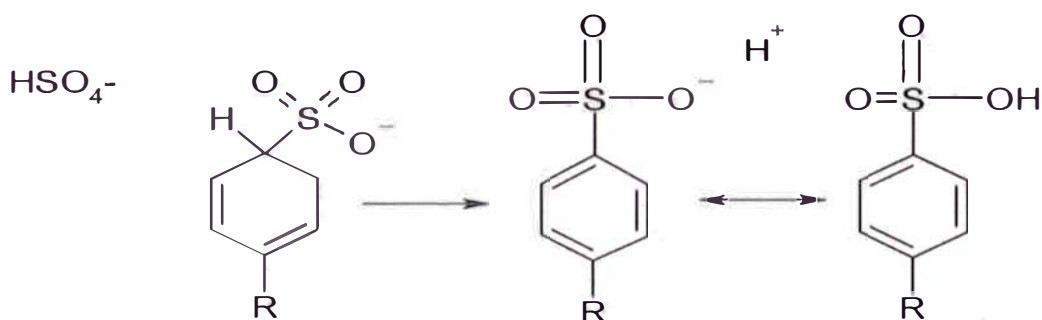
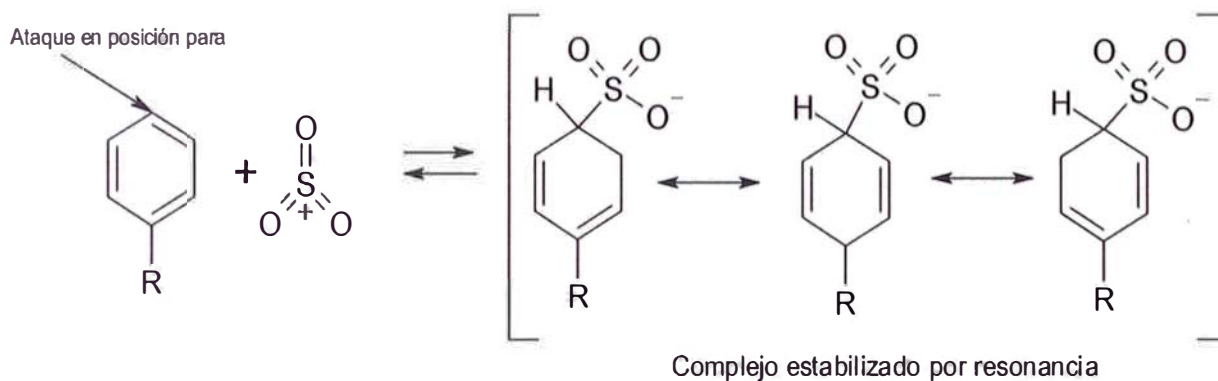
- (a) formación del electrófilo,
- (b) ataque de los electrones  $\pi$  del benceno a este electrófilo
- (c) desprotonación del catión intermediario.

Cuando se utiliza únicamente ácido sulfúrico, el electrófilo ( $\text{SO}_3$ ) se genera por deshidratación y la reacción requiere de temperaturas más altas (  $170\text{-}180^\circ\text{C}$  ). Una vez que el trióxido de azufre se generó, este es atacado por los electrones de la nube  $\pi$  del sistema aromático para formar un intermediario catiónico el cual se estabiliza por resonancia, se le conoce como complejo de Wheland. Finalmente la desprotonación de este intermediario regenera el sistema aromático.

### 3.8 MECANISMO DE REACCION



Formación del  $\text{SO}_3$   
por deshidratación del  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (Electrófilo)



Pérdida de un protón para regenerar el sistema aromático.



## CAPITULO VI

### CONCLUSIONES

1. La concentración de Surfactantes Aniónicos activos al Azul de Metileno encontrada en las muestras de agua analizadas no son tóxicas ya que cumple con las restricciones a su uso y las reglamentaciones que condicionan su vertido. El Límite Permisible para estas sustancias dada por la Ley General de Aguas es 0,5 mg/L.
2. Se verificó la estabilidad del compuesto absorbente, la sensibilidad y reproducibilidad del método, así como la linealidad de la curva de Absorbancia versus Concentración.
3. Se desarrolló el método analítico en diversos tipos de muestras de agua durante un año (2001) encontrándose que las concentraciones promedio de LAS tienen el siguiente orden:  
  
Efluente Industrial > Efluente Doméstico > Agua de Río > Efluente Minero > Agua Potable.

## REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. SESSIONS S., ZUCHETTI A., ALEGRE, M., LANA O, A. Proyecto Ecoriesgo. Una Evaluación Comparativa de Riesgos Ambientales para la Salud en Lima Metropolitana. CONAM. 1997. Pag. 20-22, 41-43.
2. OMS. Investigaciones sobre Contaminación del Medio. 1968. Serie de Informes Técnicos N° 406.
3. TEBBUTT, T., Fundamentos de Control de la Calidad del Agua. Editorial Limusa, Noriega Editores. México, 1995. Pag. 83-94.
4. KIRK, Raymond E. y OTHMER, Donald, Enciclopedia de Tecnología Química, UTEHA, México, 1961.Pag. 386-391, 884-887.
5. STOKER, Stephen y SEAGER, Spencer, Química Ambiental. Contaminación del Aire y del Agua, Primera Edición, Editorial Blume, 1981, España. Pag. 202-214.
6. Barnum J., Evaluación de Riesgo Ambiental y Evaluaciones de Ciclo de Vida de Surfactantes, XXV Congreso Interamericano, México, 1996.
7. BOCANEGRA G., Virgilo, Impacto Ambiental del desecho de detergentes en agua , U.A.M., Cd. Reynosa, Aztlán, México, 1988.
8. HART, H., Craine, L. E., HART, J.D., Química Orgánica. Novena Edición. McGraw Hill, Mexico, 1995. Pag. 438-444.

- 9.** DICKSON, T.R. ,Química enfoque ecológico. Editorial Limusa, México, 1980. Pag. 247-252.
- 10.** UNDA C., Teresa, Tensoactivos. Fenómenos de Superficie y Equilibrio de Interfases. Facultad de Química, UNAM, México.
- 11.** SÁNCHEZ S., Maricruz, ABRIL C., Julio, Tensoactivos, Departamento de Ingeniería Química, Universidad de Granada, España,
- 12.** QUÍMICOS DEL PRINCIPADO, Historia del Jabon y de los Tensoactivos, Colegio Oficial de Químicos de Asturias y León, N° 31, 1997.
- 13.** ROMERO, J., Acuiquímica, Editorial Escuela Colombiana de Ingeniería, Colombia, 1996. Pag. 126 – 128.
- 14.** PERKIN ELMER, LAMBDA 20/LAMBDA 40, UV/Vis Spectrometers. Installation Maintenance System Description. USA 1996. Pag. 5-2, 6-1/6-4.
- 15.** NORMATIVIDAD NACIONAL RELACIONADA CON LAS AGUAS RESIDUALES INDUSTRIALES. Ministerio de Energía y Minas – DIGESA , Curso Internacional “ Métodos para Tratamiento de Aguas Residuales Industriales”, Abril 1998.
- 16.** LEY GENERAL DE AGUAS D.L. N° 17752 y sus modificaciones al Reglamento de los Títulos I, II y III según el Decreto Supremo N° 007-83-S.A., Dirección de Protección del Medio Ambiente, Perú.,

- 17.** NORMATIVIDAD SOBRE LA ADMINISTRACIÓN GENERAL DE OBRAS SANITARIAS DE BUENOS AIRES – ARGENTINA, Ministerio de Medio Ambiente, 1992.
- 18.** Decreto N° 2.222 del 23 de Abril de 1992, NORMAS SOBRE CLASIFICACION DE LAS AGUAS Y MEDIDAS DE CONTROL DE CALIDAD DE LOS VERTIDOS EN LA CUENCA DEL LAGO DE MARACAIBO, Venezuela.
- 19.** NORMA CHILENA SOBRE RESIDUOS INDUSTRIALES LIQUIDOS. NCh 2313/27. 1998.
- 20.** NORMA TÉCNICA BRASILEIRA .NBr. 10738/89.Determinacao de Surfactantes aniónicos em Aguas. Metodo do Azul de Metileno, CETESB, Brasil, 1989.
- 21.** NORMATIVIDAD SOBRE EL MEDIO AMBIENTE. Ministerio de Medio Ambiente. 1984. Colombia.
- 22.** NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-CCA-026ECOL/1993.
- 23.** WORLD HEALTH ORGANIZATION. Linear Alkilbenzene Sulfonates and Related Compounds, Environmental Health Criteria 169, Finland 1996.
- 24.** APHA-WWPF-AWWA, Standar Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20 th Edition, 1998.
- 25.** ITSEMAP Ambiental, Manual de Contaminación Ambiental, Editorial Mapfre S.A., España, 1994. Pag. 383-385, 451-459.

- 26.** HARRIS, Daniel, Análisis Químico Cuantitativo, Grupo Editorial Iberoamérica S.A., México, 1992. Pag. 495 – 508.
- 27.** MILLER J.C., Estadística para Química Analítica, 2da Edición, Addison - Wesley Iberoamerican, S.A. USA, 1993. Pag. 87-98

# ANEXOS

LEY GENERAL DE AGUAS D.L. N° 17752 Y SUS MODIFICACIONES AL REGLAMENTO DE LOS TITULOS I, II Y III SEGÚN EL DECRETO SUPREMO N° 007-83-S.A., DIRECCIÓN DE PROTECCIÓN DEL MEDIO AMBIENTE ANEXO 1

| Denominación   | Cursos de Aguas |        |        |       |        |         |        |        |        |       | Agua Marítima |        |        |       |        |        | Expresado         |
|----------------|-----------------|--------|--------|-------|--------|---------|--------|--------|--------|-------|---------------|--------|--------|-------|--------|--------|-------------------|
|                | I               | II     | III    | IV    | V      | VI      | I      | II     | III    | IV    | V             | VI     | III    | IV    | V      | VI     |                   |
| Aluminio       | -               | -      | -      | 1.00  | +1     | -       | -      | -      | 1.00   | 1.00  | +1            | -      | -      | 1.00  | 1.00   | -      | mg/L como Al      |
| Arsénico       | 0.10            | 0.10   | 0.20   | 1.00  | 0.01   | 0.05    | 0.10   | 0.10   | 0.20   | 1.00  | 0.01          | 0.05   | 0.20   | 1.00  | 0.01   | 0.05   | mg/L como As*     |
| Bario          | 0.10            | 0.10   | -      | 0.50  | +0.50  | -       | 0.10   | 0.10   | -      | 0.50  | +0.50         | -      | -      | 0.50  | -      | -      | mg/L como Ba      |
| Cadmio         | 0.01            | 0.01   | 0.05   | -     | 0.0002 | 0.004   | 0.10   | 0.10   | 0.05   | -     | 0.0002        | 0.005  | 0.05   | -     | 0.0002 | 0.005  | mg/L como Cd*     |
| Cianuro        | 0.20            | 0.20   | +1     | -     | 0.005  | 0.005   | 0.20   | 0.20   | +1     | -     | 0.005         | 0.005  | 0.20   | -     | 0.005  | 0.005  | mg/L como CN*     |
| Cobalto        | -               | -      | -      | 0.20  | +0.20  | -       | -      | -      | 0.20   | 0.20  | +0.20         | -      | 0.20   | 0.20  | +0.20  | -      | mg/L como Co      |
| Cobre          | 1.00            | 1.00   | 0.50   | 3.00  | +0.01  | -       | 1.0    | 1.00   | 0.50   | 3.00  | +0.01         | -      | 0.50   | 3.00  | +0.01  | -      | mg/L como Cu*     |
| Color          | 0               | 10     | 20     | 30    | +0.30  | -       | 0      | 5      | 20     | 30    | 30            | -      | 30     | 30    | 30     | +30    | mg/L como Color   |
| Cromo Hexa     | 0.05            | 0.05   | 1.00   | 5.00  | 0.05   | 0.05    | 0.05   | 0.05   | 1.00   | 1.00  | 0.05          | 0.05   | 1.00   | 1.00  | 0.05   | 0.05   | NMP/100ml**       |
| C.Totales      | 8.8             | 20,000 | 5,000  | 5,000 | 1,000  | 20,000  | 8.8    | 20,000 | 5,000  | 5,000 | 1,000         | 20,000 | 5,000  | 5,000 | 1,000  | 20,000 | NMP/100ml**       |
| Cfecales       | 0               | 4,000  | 1,000  | 1,000 | 200    | 4,000   | 0      | 4,000  | 1,000  | 1,000 | 200           | 4,000  | 1,000  | 1,000 | 200    | 4,000  | mg/L como Al      |
| OD             | 3               | 3      | 3      | 3     | 5      | 4       | 3      | 3      | 3      | 3     | 5             | 4      | 3      | 3     | 5      | 4      | mg/L como OD      |
| DBO            | 5               | 5      | 15     | 10    | 10     | 10      | 5      | 5      | 15     | 10    | 10            | 10     | 15     | 10    | 10     | 10     | mg/L como DBO     |
| Fenoles        | 0.0005          | 0.001  | +0.001 | -     | 0.002  | 0.002   | 0.0005 | 0.001  | +0.001 | -     | 0.002         | 0.002  | +0.001 | -     | 0.002  | 0.002  | mg/L como C6H5OH* |
| Hierro         | 0.30            | 0.30   | 1.00   | -     | -      | -       | 0.30   | 0.30   | 1.00   | -     | -             | -      | 1.00   | -     | -      | -      | mg/L como Fe      |
| Fluoruros      | 1.50            | 1.50   | 2.00   | -     | -      | -       | 1.50   | 1.50   | 2.00   | -     | -             | -      | 2.00   | -     | -      | -      | mg/L como F       |
| Litio          | -               | -      | -      | 5.00  | +5.00  | -       | -      | -      | 5.00   | 5.00  | +5.00         | -      | 5.00   | 5.00  | +5.00  | -      | mg/L como Li      |
| Magnesio       | -               | -      | 150    | -     | -      | -       | -      | -      | -      | -     | -             | -      | -      | -     | -      | -      | mg/L como Mg      |
| Manganeso      | 0.10            | 0.10   | 0.50   | -     | -      | -       | 0.10   | 0.10   | -      | -     | -             | -      | -      | -     | -      | -      | mg/L como Mn      |
| Grasas         | 1.50            | 1.50   | 0.50   | 5.00  | No     | -       | 1.50   | 1.50   | 0.50   | 0.00  | No per        | -      | 0.50   | 0.00  | No per | -      | mg/L*             |
| Mercurio       | 0.002           | 0.002  | 0.01   | -     | 0.0001 | 0.0002  | 0.001  | 0.002  | 0.01   | -     | 0.0001        | 0.0002 | 0.01   | -     | 0.0001 | 0.0002 | mg/L como Hg*     |
| Nitrato        | 0.01            | 0.01   | 0.10   | -     | -      | -       | 0.01   | 0.01   | 0.01   | -     | -             | -      | 0.01   | -     | -      | -      | mg/L como N*      |
| Níquel         | 0.002           | 0.002  | 0.002  | 0.50  | 0.002  | -       | 0.002  | 0.002  | 0.02   | 0.50  | 0.02          | -      | 0.02   | 0.50  | 0.02   | -      | mg/L como Ni*     |
| PH             | 5-9             | 5-9    | 5-9    | 5-9   | 5-9    | -       | 6-9    | 6-9    | 6-9    | 6-8.5 | 6-8.5         | -      | 6-9    | 6-8.5 | 6-8.5  | -      | Unidades          |
| Plata          | 0.05            | 0.05   | 0.05   | -     | -      | -       | 0.05   | -      | 0.05   | -     | -             | -      | 0.05   | -     | -      | -      | mg/L como Ag      |
| Plomo          | 0.05            | 0.05   | 0.10   | -     | 0.01   | 0.03    | 0.05   | 0.05   | 0.10   | -     | 0.01          | 0.03   | 0.10   | -     | 0.01   | 0.03   | mg/L como Pb*     |
| PCB            | 0.05            | 0.001  | +0.001 | -     | 0.002  | 0.002   | 0.001  | 0.001  | +0.001 | -     | 0.002         | 0.002  | 0.001  | -     | 0.002  | 0.002  | mg/L como PCB*    |
| Selenio        | 0.01            | 0.01   | 0.05   | 0.05  | 0.005  | 0.01    | 0.01   | 0.01   | 0.05   | 0.05  | 0.05          | 0.01   | 0.05   | 0.05  | 0.05   | 0.01   | mg/L como Se*     |
| S. Flotantes   | 0.00            | 0.00   | 0.00   | Peq.c | Moder  | -       | 0.00   | 0.00   | 0.00   | Peq.  | Moder         | -      | 0.00   | Peq.  | Moder  | -      | mg/L              |
| S. Suspendidos | -               | -      | -      | -     | -      | -       | -      | -      | -      | 100   | +100          | -      | -      | 100   | +100   | -      | mg/L              |
| Sulfatos       | -               | -      | 400    | -     | -      | -       | -      | -      | -      | -     | -             | -      | -      | -     | -      | -      | mg/L como SO4     |
| Sulfuros       | 0.001           | 0.002  | +0.00  | -     | 0.002  | 0.002   | 0.001  | 0.002  | 0.005  | -     | 0.002         | 0.002  | 0.005  | -     | 0.002  | 0.002  | mg/L como S*      |
| Zinc           | 5               | 5      | 25     | -     | 0.020  | 0.002** | 5      | 5      | 25     | -     | 0.020         | 0.002* | 25     | -     | 0.020  | 0.002* | mg/L como SNI     |

\*Sustancias potencialmente peligrosas \*\*Entendido como valor máximo en 80% de 5 o 6 muestras mensuales

## **ANEXO 2 :**

### **ESPECTROSCOPIAS DE ULTRAVIOLETA VISIBLE (UV-VIS) (25)**

Ésta técnica investiga aquellos compuestos que, directa o por medio de una reacción química absorben o emiten una radiación de longitud de onda comprendida en las zonas visible – ultravioleta del espectro.

La mayoría de compuestos orgánicos y algunos inorgánicos podrían determinarse directamente, pero gran parte de los análisis se hacen por medio de reacciones químicas con las que se obtiene un producto de reacción que presenta máximos de absorción a una determinada longitud de onda, y así aumentar la sensibilidad y evitar interferencias.

La técnica es útil para la determinación de muchos parámetros en aguas, suelos, residuos y atmósfera, entre ellos tenemos: nitratos, nitritos, amonio, sulfatos, sulfuros, fosfatos, fósforo total, cianuros, detergentes, fenoles, etc.

### **ESPECTRÓMETRO LAMBDA 20 UV/VIS (14 - 26 )**

El espectrofotómetro es un equipo el cual sirve para medir la absorción de luz. La luz de una fuente continua pasa a través de un monocromador, que selecciona una banda estrecha de longitud de onda del haz incidente. Esta “luz monocromática” atraviesa una muestra de espesor conocido, y se mide la potencia radiante de la luz que sale.



El espectrómetro Lambda 20 UV/Vis presenta un sistema óptico de alta reflexión. Los componentes ópticos están cubiertos con silica para la durabilidad. Una rejilla holográfica es usada en el monocromador.

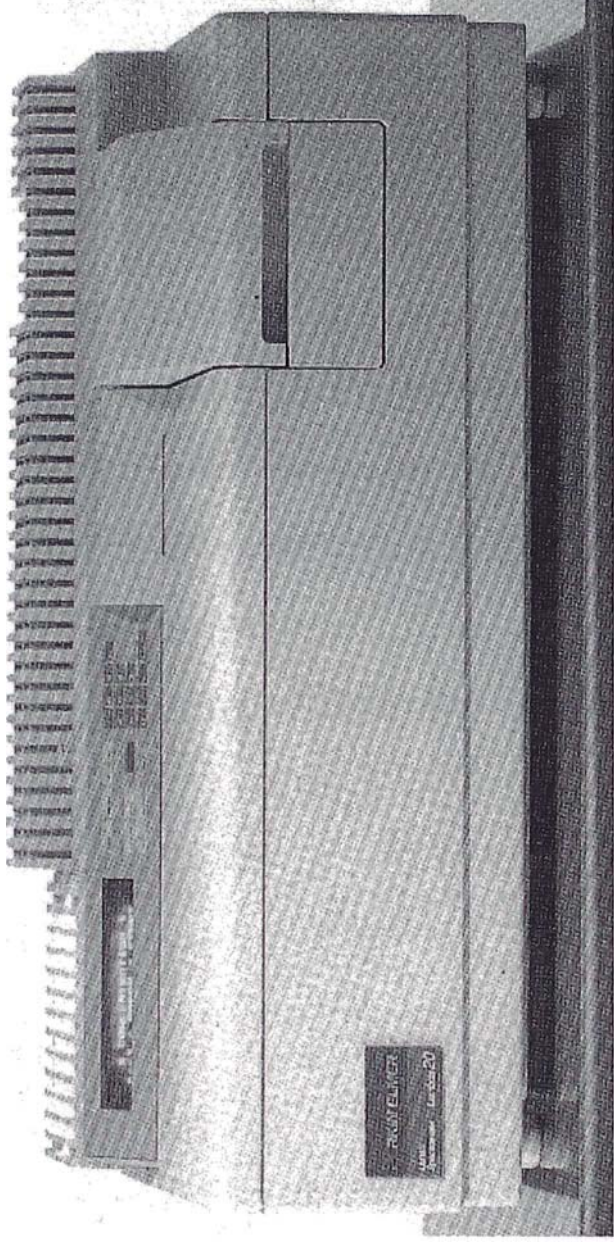
Está compuesta por dos fuentes de radiación, una lámpara de deuterio y una lámpara halógena, que cubren el rango de longitudes de onda de trabajo del equipo.

La fuente de radiación emite luz de una determinada gama de frecuencias; ésta luz llega al monocromador, donde se selecciona una estrecha banda de luz monocromática; esta pasa a través de la muestra que absorbe parte, llegando al detector la parte no absorbida.

El instrumento presenta un sistema óptico de doble haz para dar mayor estabilidad, corrección de línea base en un rango de longitud de onda de 190nm a 1100 nm, realiza barrida de espectros hasta de 2880nm/min.

La precisión para la longitud de onda es +/- 0.3nm.

El rango fotométrico presenta un rango de % de transmitancia de 0 a 100, rango de absorbancia de -6.000 a 6.000.



Espectrómetro Marca PERK N ELMER Modelo Lambda 20 UV/Vis

### **Anexo 3: Equipos y materiales utilizados para la determinación de surfactantes aniónicos**

- Espectrofotómetro, para usar a una longitud de onda de 652 nm, provisto de un paso de luz de 1 cm ó más.( Ver anexo 2 )
- Peras de extracción de 500 ml.
- Fiolas de 1000 ml y 100 ml.
- Pipetas volumétricas de 1, 2, 3, 4, 5, 10, 15 y 20 ml.
- Probeta de 10 ml.
- Papel Filtro Whatman 40

**ANEXO 4 : Reactivos y Preparación de soluciones para la determinación de surfactantes aniónicos.**

- a) Solución Stock LAS: Pesar una cantidad igual a 1,00g LAS, disolver en agua y diluir a 1 L; 1,00 ml = 1,00 mg LAS. Guardar en refrigeración y preparar semanalmente.
- b) Solución Standard LAS: Diluir 10,00 ml de solución stock LAS en 1 L de agua; 1,00 ml = 10,0 µg LAS. Prepare diariamente.
- c) Solución de indicadora de Fenolftaleína , alcohólica.
- d) Hidróxido de Sodio, NaOH, 1N.
- e) Ácido Sulfúrico, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 1N y 6N.
- f) Cloroformo, CHCl<sub>3</sub>.
- g) Reactivo Azul de Metileno: Disolver 100 mg de azul de metileno en 100ml de agua. Transferir 30 ml a una fiola de 1 L. Adicionar 500 ml de agua, 41 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 6N y 50 g de Fosfato de Sodio Monobásico Monohidratado, NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>.H<sub>2</sub>O. Mezclar hasta disolver y diluir a 1 L.
- h) Solución de Lavado: Adicionar 41 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a 500ml de agua en una fiola de 1 L. Agregar 50 g de NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>.H<sub>2</sub>O, agite y diluya a 1 L.
- i) Metanol, CH<sub>3</sub>OH.
- j) Peróxido de Hidrógeno, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, al 30%.
- k) Lana de vidrio
- l) Agua de grado reactivo, libre de sustancias activas al azul de metileno.

**ANEXO 5. CLASIFICACION DE CUERPOS DE AGUA SUPERFICIALES SEGÚN CALIDAD SUGERIDOS  
POR LA OPS**

| CLASIFICACION<br>PARÁMETROS                 | EXCELENTE | ACEPTABLE   | POCO<br>CONTAMINADA | CONTAMINADA  | MUY<br>CONTAMINADA |
|---|-----------|-------------|---------------------|--------------|--------------------|
| pH  | 6,5-8,0   | <6,0 ó >8,4 | <5,0 ó >9,0         | <3,9 ó >10,1 | <3,9 ó >10,1       |
| Oxígeno Disuelto(%)                         | 88-112    | <75 ó >125  | <50 ó >150          | <20 ó >200   | <20 ó >200         |
| DBO(mg/L)                                   | 1,5       | 3,0         | 6,0                 | 12,0         | > 12,0             |
| DQO(mg/L)                                   | 10        | 20          | 40                  | 80           | > 80               |
| Sólidos en Suspensión<br>(mg/L)             | 20        | 40          | 100                 | 280          | >280               |
| Amoniaco(mg/L)                              | 0,1       | 0,3         | 0,9                 | 2,7          | >2,7               |
| Nitratos (mg/L)                             | 4         | 12          | 36                  | 110          | >110               |
| Cloruros (mg/L)                             | 50        | 150         | 300                 | 620          | >620               |
| Hierro (mg/L)                               | 0,1       | 0,3         | 0,9                 | 2,7          | >2,7               |
| Manganeso (mg/L)                            | 0,05      | 0,2         | 0,5                 | 1,0          | >1,0               |
| Sulfato de<br>Alquibenceno(mg/L)            | 0,5       | 1,0         | 3,5                 | 8,5          | >8,5               |
| Extracto de Carbón por<br>Cloroformo (mg/L) | 1,0       | 2,0         | 4,0                 | 8,0          | >8,0               |

**ANEXO 6. METODOS ANALITICOS PARA LA DETERMINACION DE SURFACTANTES ANIÓNICOS  
EN AGUA USANDO AZUL DE METILENO**

| <b>METODO</b>                              | <b>PROCEDIMIENTO DE EXTRACCION</b>  | <b>LIMITE DE DETECCION (mg/l)</b> | <b>INTERFERENCIA</b>         | <b>REFERENCIA</b>          |
|--|---|-----------------------------------|------------------------------|----------------------------|
| <b>Absorción Fotométrica</b>               | Extracción de LAS en Cloroformo   | 50-300                            | Úrea, cloruros, tiocianatos  | Jones (1945 )              |
|  | Extracción en solución alcalina   | 10-100                            | Úrea, cloruros, tiocianatos  | Longwell & Maniece (1955)  |
|  | Remoción de impurezas y extracción con Cloroformo.  | 0,1-1                             | Urea, cloruros, tiocianatos. | Abbot (1962)               |
|  | Remoción del azul de metileno por TCL   | 0,1-1                             |                              | Oba & Yoshida (1965)       |
|  | Remoción del azul de metileno por extracción en   | 0,02                              |                              | Yasuda (1980)              |
| <b>Absorción Fotométrica UV Infrarrojo</b> | Re-extracción de LAS en agua, leer a 222nm  | 1,0                               |                              | Uchiyama (1977)            |
|  | Reducción de interferencias   | 1000                              |                              | Ambe & Hanya (1972 )       |
| <b>Cromatografía de gases</b>              | Medir con ECD   | 0,02                              |                              | Tsukioka & Murakami (1983) |
|  | Remoción del azul de metileno por cambio<br>Remoción del azul de metileno por cambio aniónico | 0,1<br>0,02                       |                              | Hashimoto (1976 )          |
| <b>HPLC</b>                                |   |                                   |                              |                            |