

1736
DEJ.



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

ESTUDIO COMPARATIVO DE AGUAS MINERALES
QUE SE CONSUMEN EN MEXICO

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERO QUIMICO
P R E S E N T A N :
NORMA EDITH GARCIA URBINA
ALEJANDRO SOTO JURADO

México, D.F.

1992

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

C O N T E N I D O:

- I. Introducción**
- II. Antecedentes**
- III. Generalidades**
- IV. Determinaciones**
- V. Resultados**
- VI. Conclusiones y Discusión**
- VII. Anexos**
- VIII. Bibliografía**

I N T R O D U C C I O N

Este trabajo se realizó con el fin de llevar a cabo un - análisis comparativo de algunos de los diferentes elementos contenidos en aguas minerales nacionales y extranjeras.

Las aguas analizadas fueron: Peñafiel, Balseca, Etiqueta Azul, Garci Crespo, Gigante, Comercial Mexicana, Aurrerá (México) Perrier y Evian (Francia) y Ambrosia (Estados Unidos).

El consumo en nuestro país de este tipo de productos está muy difundido, lo cual hace importante a este trabajo y a la difusión de los resultados del mismo.

A N T E C E D E N T E S

Bajo el nombre de aguas minerales se entienden en general, todas aquellas aguas de manantial que se caracterizan por tener una elevada proporción de sales disueltas.

Entre los componentes más importantes, que se encuentran en las aguas minerales están los cloruros, bromuros, bicarbonatos, ioduros, sulfatos, sulfuros, fosfatos y carbonatos de sodio, potasio, litio, calcio, magnesio, bario, estroncio, fierro y manganeso.

Según su fuente las aguas minerales se pueden dividir en superficiales y profundas. Las superficiales proceden de las aguas subterráneas que se forman a partir del proceso natural conocido como ciclo del agua: el calor del sol y la fuerza de gravedad proporcionan la energía para mover continuamente el agua de los océanos a la atmósfera, a la tierra y de regreso a los océanos; parte del agua que cae a la tierra, la cual es escasamente mayor del 40%, se filtra a través de zonas no saturadas o de aireación compuestas por tierra y rocas porosas sobrepuestas arriba del manto freático. Después el agua se mueve lentamente hacia las capas inferiores y laterales buscando una salida que puede ser a las corrientes o a los manantiales.

Las sales que están contenidas en las aguas minerales pueden variar de acuerdo al origen geográfico de los manantiales.

En nuestro país existen diversos manantiales de agua mineral, entre los que destacan los de Tehuacan, en el estado de

Pueda por sus especiales características geológicas.

El valle esta formado en su mayoría por rocas sedimentarias del Período Cretásico, calizas del Cretásico medio y sólo en algunos tramos pizarras más o menos arcillosas con intercalaciones areniscas del Cretásico inferior; rocas eruptivas basálticas: del Plioceno unas y otras del Pleistoceno.

Las pizarras y calizas se hallan cubiertas por tobas calizas, mezcladas con carbonato de calcio, procedentes en parte de las rocas del subsuelo, y del transporte por las aguas corrientes del residuo de la disolución de las calizas que constituyen los cerros que bordean al valle, los cuales tienen su origen en depósitos calcáreos formados por rudistas y clámides, moluscos período Jurásico, que vivían en condiciones análogas a la de los corales de la actualidad.(16)

En agua pura el carbonato de calcio es muy poco soluble, pero en aguas carbonatadas el carbonato de calcio reacciona con ácido carbónico para formar bicarbonato de calcio, que es más soluble en agua.

La presencia de sales alcalinas en aguas libres de ácido carbónico favorece la formación de soluciones sobresaturadas que son inestables, ya que al cabo de 8 a 10 días se precipita el óxido de calcio, pero la capacidad de las aguas carbonatadas para disolver el carbonato de calcio casi se duplica cuando existe sulfato de sodio o magnesio en la disolución. Es pues notorio, que el carbonato de calcio solo permanece disuelto en aguas puras o mineralizadas, en presencia de ácido carbónico.

GENERALIDADES

El análisis químico da una idea completa de los compuestos que se encuentran en las aguas minerales. Anteriormente se suponía que los elementos encontrados por el análisis químico estaban unidos formando sales en las aguas minerales, pero las investigaciones de la fisicoquímica y especialmente la teoría de las disoluciones diluidas considera tales combinaciones desde otro punto de vista, esto es, que las sales inorgánicas, o sea los electrolitos, se encuentran en las disoluciones salinas en forma de iones. Puesto que las aguas naturales representan disoluciones fuertemente diluidas, los resultados obtenidos serán más reales si se calculan las proporciones de los componentes de las aguas minerales a partir de sus iones. (12)

Además, ciertas acciones fisiológicas, como algunas de las que a continuación se mencionan, se explican más claramente basándose en la teoría de los iones, que considerándolas como simples disoluciones salinas.

Ion Calcio.- Constituyente del hueso y de los dientes; interviene en procesos como la coagulación sanguínea, la síntesis hormonal, la integridad de las membranas y la contracción muscular, regulador de la excitabilidad y conductibilidad del aparato neuromuscular.

Ion Hierro.- Componente esencial de la hemoglobina y de enzimas respiratorias. Util en las anemias.

Ion Cloruro.- Es importante en el movimiento del agua entre células.

Ion Potasio.- Es el catión más abundante del organismo y desempeña un papel fundamental en numerosos procesos fisiológicos. Tiene importancia en la osmolaridad y la neutralidad eléctrica, es uno de los componentes críticos del medio intracelular para las funciones enzimáticas en relación con la producción de energía, la acumulación de sustancias y el desarrollo celular. Interviene en la conducción nerviosa y la contracción muscular.

Ion Sodio.- Componente estructural del hueso, esencial en la sangre para mantener el balance hídrico, necesario para la conducción nerviosa. Desempeña un papel fundamental para la conservación de la presión osmótica, importante para evitar un colapso circulatorio.

Ion Magnesio.- Componente de numerosos procesos enzimáticos intracelulares.

Ion Litio.- Sus sales ayudan a metabolizar el ácido úrico.(13, 17)

A B S O R C I O N A T O M I C A

Es uno de los métodos analíticos modernos cuyas ventajas son la rapidez, especificidad y sensibilidad para la determinación de trazas de metales en multicomponentes sin complicaciones en la preparación de la muestra, ya que solo es necesario que se encuentre en disolución o bien en fina suspensión y cuando se requiere de separaciones químicas, éstas son de lo más sencillas, evitando de esta forma una serie de pasos para determinar la cantidad del elemento de interés, lo cual no sucede con los métodos convencionales en que es necesario efectuar otra separación ya que algunos elementos interfieren. Además la manipulación del aparato es simple y la interpretación de resultados se facilita, porque las lecturas son en concentración, absorbancia o transmitancia, su mayor ventaja analítica, es que casi no tiene interferencias espectrales y pocas de tipo químico.

El principio en que se basa esta técnica es el inverso de la espectrometría de emisión. Es conocido que en ésta última la muestra se excita para producir la radiación de interés, siendo ésta seleccionada por un sistema de filtros o monocromador, midiéndose después, por medio de sistemas electrónicos adecuados y comparándose su valor con los estándares de concentración conocida de la muestra.

En Absorción Atómica el elemento que se va a determinar no es excitado sino disociado de sus ligaduras químicas, llevándose así a un estado fundamental no ionizado. En estas condiciones, el elemento es capaz de absorber una radiación al pasar a su estado

fundamental. Esta frecuencia de radiación que absorbe el elemento viene siendo la misma que emitiría si fuera excitado.

Un aparato de Absorción Atómica consta esencialmente de seis partes:

- 1) Una lámpara de cátodo hueco.
- 2) Reguladores de presión y medidores de flujo para los gases combustibles.
- 3) Quemador.
- 4) Monocromador.
- 5) Detector fotosensible.
- 6) Registrador.

Lámparas de cátodo hueco: Están hechas de tubo de vidrio de unos 5 cm. de diámetro, cerrado por un extremo por una tapa de vidrio o cuarzo, y el otro extremo contiene el cátodo generalmente en forma de copa, hecho del elemento a analizar, y el ánodo que es una simple varilla metálica. Dicho tubo se llena el vacío con neón, argón o xenón a baja temperatura. El gas dentro de la lámpara impide que los gases metálicos se depositen en las paredes de ésta.

El gas usado dentro de la lámpara varía de acuerdo al elemento del cátodo, escogiéndose aquél cuyas líneas de resonancia estén muy alejadas de las del elemento.(6,8)

Funcionamiento: Cuando se aplica un potencial de 600 a 1000 volts a los electrodos, se crea una descarga que llena el cráter del cátodo. Los iones del gas inerte formados por esta descarga son acelerados hacia el cátodo y como resultado de la colisión con el elemento en la cavidad del cátodo, lo energizan dentro de la zona de descarga.

2) Medidores de Flujo: Son esferas de plástico, que se mueven en un tubo vertical; según la velocidad que lleve el gas se controlará en unidades específicas de cada aparato. Para ajustar las presiones del oxidante y el combustible, se deberán seguir las instrucciones del manual.

3) Quemador: El quemador es una de las partes más importantes en un aparato de Absorción Atómica. Tiene dos funciones principales que llevar a cabo: primero debe introducir la muestra dentro de la flama y segundo debe reducir el metal al estado atómico. Consta de un atomizador y un mechero.

Funcionamiento: La flama se emplea para transformar la muestra a analizar de un estado líquido a uno gaseoso, descomponiendo el elemento a investigar en átomos o moléculas más simples haciendo que estas últimas partículas se exciten para emisión de luz.

4) Monocromador: Tiene por objeto dejar pasar únicamente la energía de resonancia, que es aquella a la que absorbe el elemento que se está analizando.

5) Detector: El detector es un fotomultiplicador que recibe la energía y la pasa através de amplificadores hasta el ánodo positivo, el cual a su vez la transmite, ya sea a un medidor o a un totalizador electrónico con calculador de lecturas promedio o a un integrador electrónico. El medidor puede tener dos escalas, una de absorción expresada en porcentaje y otra de absorbancia, que es función logarítmica, por lo tanto la concentración es directamente proporcional a la absorbancia.

6) Registrador: Nos da la lectura observada en forma de pico con la

cual se tiene mayor exactitud, ya que se eliminan los errores de paralelaje del operario.

Los límites de sensibilidad van aproximadamente de 3×10^{-4} a 20 p.p.m. para diferentes elementos metálicos cuando se utiliza este método, lo que lo hace útil en disoluciones diluidas y lo limita a concentraciones altas.

El diagrama esquemático del espectrofotómetro de absorción atómica se muestra en la figura 1. (6,8)

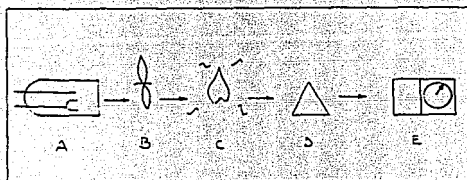


FIG. 1

- A.- Lámpara de cátodo hueco.
- B.- Cucnilla.
- C.- Atomizador.
- D.- Prisma.
- E.- Detector modulado y registrador de lectura.

Determinación de los elementos metálicos por Absorción Atómica.

El modelo Varian 145C AA, es un espectrofotómetro de doble haz. La emisión de la fuente, se divide en dos haces por medio de un espejo giratorio de sector, que tiene sectores reflejantes y transparentes alternados, separados por porciones opacas. El sector gira a velocidad de 1800 r.p.m., que es la frecuencia cortante de 60 cps. Un haz es dirigido a través de la flama del quemador de muestreo, en tanto que el otro se desvía de él, los dos haces después de ser recombinados por un espejo semitransparente, pasan a través de un emparrillado monocromador a un detector y preamplificador, después de lo cual, la señal se separa hacia los canales de la muestra y de la referencia, por medio de un cortador de lámina vibrante. En seguida el voltaje de referencia es atenuado por medio de una resistencia del cursor, o sea el potenciómetro de reducción cero y recombinado con el voltaje de la muestra de tal manera que solo permanece la diferencia entre ellos. Esta diferencia de voltaje es amplificada, rectificada y alimentada a un microamperímetro. El operador gira la resistencia del cursor hasta que el medidor se lea cero. La cantidad de atenuación requerida es equivalente al porcentaje de absorción en el haz de la muestra. Por medio de tablas logarítmicas se hace la conversión manual a la absorbancia. Con esto se preparan las curvas de calibración de la absorbancia vs. concentración. (8,15)

La mezcla combustible que se utiliza para atomizar las muestras es aire-acetileno, que alcanza una temperatura de 2400 C, generalmente es azul y oxidante.

CONDICIONES ESTANDAR PARA ABSORCION ATOMICA

ELEMENTO	(nm)	ABERTURA (nm)	FLAMA (gas)	SENS. ppm	AMPERAJE (mA)
Cd	228.8	0.7	Aire - Acetileno	1.2	4
Co	240.7	0.2	Aire - Acetileno	7.0	10-15
Cu	324.7	0.7	Aire - Acetileno	4.0	6-10
Fe	248.3	0.2	Aire - Acetileno	6.0	12
K	766.5	2.0	Aire - Acetileno	1.8	6
Mg	285.2	0.7	Aire - Acetileno	0.3	4-5
Mn	279.5	0.2	Aire - Acetileno	2.5	10-12
Na	589.0	0.2	Aire - Acetileno	0.7	6
Pb	283.3	0.7	Aire - Acetileno	25.0	5-6
Zn	213.9	0.7	Aire - Acetileno	0.8	

C O L O R I M E T R I A

El método colorimétrico aplicado al análisis químico consiste fundamentalmente en tratar una disolución de una sustancia con un reactivo que de manera tal, produzca un color con intensidad proporcional a la cantidad de sustancia presente en la disolución. Tiende a medir en términos absolutos el color de la muestra y compararla con estándares numéricos de absorción predeterminados.

Los métodos físicos de colorimetría, analizan la distribución de la longitud de onda de cualquier sustancia coloreada, transparente u opaca.

El análisis colorimétrico químico, encuentra una similitud en la transmitancia de una disolución de prueba y una estándar, a veces indirectamente a través de una curva de comparación. El análisis físico colorimétrico reporta cuantitativamente la transmitancia o la reflectancia integrada a métodos ópticos aplicados en química. En términos generales es la medida de la intensidad de la transmitancia de todo el espectro.

Métodos.- Existen fundamentalmente dos técnicas diferentes para determinar concentraciones de una sustancia de color en una disolución por absorción de luz.

El método más simple es la duplicación del color, de tal manera que las muestras igualen el color de las disoluciones estándar que contienen una cantidad conocida del constituyente que se ha de determinar.

El segundo método es la medición de la absorción de la

luz de la disolución.

La aplicación de la ley de Beer a la colorimetría presupone que dos disoluciones reciben la misma intensidad de luz a una longitud de onda determinada. Cada una contiene una sustancia de prueba a la cual la constante de absorción K aplica. La concentración de la sustancia en las dos disoluciones es diferente. (3,11)

DETERMINACION DE BICARBONATOS Y CARBONATOS POR EL METODO DE WARDER

Este método se basa en que los constituyentes compatibles en una mezcla se pueden determinar por valoraciones, utilizando para este propósito dos indicadores: primero fenofateleina y después anaranjado de metilo, tomando en cuenta las siguientes consideraciones para su valoración:

- 1) En la fenofateleina aparece un color rosado en valores de pH igual o mayor que 9 y desaparece (incolore) en valores de pH inferiores a 9.
- 2) El color amarillo del anaranjado de metilo aparece a un pH mayor a 4 y un color rojo a un pH menor de 4.

Al valorar con HCl, el indicador (fenofateleina) señala el paso de CO_3^{2-} a HCO_3^- . Esto se denomina "semivaloración del carbonato". Si en este momento se añade anaranjado de metilo aparece el color amarillo (alcalino) correspondiente.

Continuando con la valoración, el indicador vira su color a rojo (ácido) correspondiente a la conversión de HCO_3^- en $\text{CO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, que representa la segunda mitad de la valoración. (2)

PROCEDIMIENTO.-

Se utilizan los siguientes reactivos:

- 1) HCl 0.0344 N
- 2) Anaranjado de metilo al 0.5% en agua destilada
- 3) Fenofateleina al 0.5% en etanol

La técnica utilizada es:

A una muestra de 50 ml. se le agregan dos gotas de

fenoftaleína, si da color amarillo se hace la titulación con HCl hasta incoloro. A la misma muestra se le agregan dos gotas de anaranjado de metilo y se valora con el mismo ácido hasta la aparición del color canela del indicador.

Los cálculos se efectúan de la siguiente manera:

$$\text{ppm de CO}_3^{=} = \frac{N \cdot \text{ml HCl} \cdot \text{p.eq. CO}_3^{=} \cdot 1000}{\text{ml. de muestra}}$$

en donde:

N - Normalidad del HCl = 0.0344N

P. eq. de CO₃⁼ = 30 g.

ml. de muestra = 50

Para los bicarbonatos se utiliza la misma fórmula, aquí el P. eq. del HCO₃⁼ es de 61 g.

NOTA.-

A todas las aguas minerales se les elimina el gas, para poder medir el volumen necesario y evitar burbujas que puedan interferir en esta determinación.

D E T E R M I N A C I O N D E S U L F A T O S

Este método turbidimétrico se basa en la formación de precipitado de sulfato de bario, al reaccionar los iones sulfato con el cloruro de bario.

Para esta determinación se usa el COLORIMETRO contenido dentro del equipo LA MOTTECHEMICAL y usando el siguiente reactivo: Cloruro de bario.

El medidor en el circuito está graduado en divisiones lineales de 0 a 100 % de transmitancia. Se debe ajustar llevando a cero la aguja del medidor, quitando el recipiente de la muestra del instrumento. Después se balancea a 100% de transmitancia por medio de una rejilla variable (control de luz) en el haz dispersado usando un fototubo sensible al azul obteniendo así unos límites de 340 a 650 nm.(15)

La técnica que se sigue es la siguiente:

- Se ponen 10 ml. de agua destilada en una celda para el colorímetro y se ajusta al 0% de transmitancia con los controles. Se lee a 415 nm con el filtro que se inserta en el colorímetro.
- En otra celda, con la muestra que se va a determinar, se llena hasta la marca, y se le agrega 0.1 g. de reactivo para sulfatos se tapa y se agita hasta disolución completa, observando si existe formación de precipitado blanco que indica que hay sulfatos presentes.
- Después de 5 min. de efectuada la reacción, se agita nuevamente

insertándose la celda dentro del colorímetro. Se cubre y tan pronto como se estabiliza la lectura se mide el % de transmitancia.

Finalmente por medio de la carta de calibración se localizan las ppm de iones sulfato.

NOTAS:

- Si la concentración es mayor de 100 ppm, se recomienda una dilución con agua destilada y el resultado se multiplica por el factor de dilución.

- Se debe cuidar después de cada lectura que el equipo quede perfectamente limpio para evitar que queden residuos de la prueba anterior, que puedan dar una lectura errónea.

CARTA DE CALIBRACION PARA SULFATOS

%T	9	8	7	6	5	4	3	2	1
90	---	5.0	5.6	6.3	6.8	7.5	8.1	8.8	9.4
80	10.6	11.3	11.8	12.5	13.1	13.8	14.4	15.0	15.6
70	16.9	17.5	18.1	18.8	19.4	20.0	20.9	21.7	22.6
60	24.4	25.2	26.1	27.0	27.8	28.7	29.6	30.4	31.3
50	33.1	33.9	34.8	35.7	36.5	37.4	38.3	39.1	40.0
40	42.5	43.8	45.0	46.3	47.5	48.8	50.0	51.3	52.5
30	55.0	56.3	57.5	58.8	60.0	61.8	63.6	65.5	67.3
20	70.9	72.7	74.6	76.4	78.2	80.0	82.5	85.0	87.5
10	92.5	95.0	97.5	100.0	----	----	----	----	----

DETERMINACION DE SILICE

Esta determinación se basa en el método de las series patrón, en el cual se prepara una serie de disoluciones patrón del constituyente que se analiza; la concentración de cada una de las disoluciones difiere de las demás. Se desarrolla el color en la muestra desconocida a partir de la disolución y se compara con los patrones.

La sílice forma complejos con el molibdato de amonio en una disolución ácida que produce un color amarillo verdoso en proporción al sílice presente.

El ion fosfato reacciona también con el molibdato, pero la adición de ácido oxálico elimina el complejo formado de ácido fosfomolibdico. El complejo de silicomolibdato es después reducido a ácido silicomolibdico por el ácido ascórbico produciendo un color azul intenso.

Interfieren en la determinación de sílice los iones sulfuro y el hierro en grandes cantidades.(10)

Esta determinación se realiza con el aparato LA MOTTECHEMICAL utilizando el kit SILICA TEST UNIT CODE 7923 con los siguientes reactivos:

SILICA REAGENT # 1 Code V-4466 (Molibdato de Amonio)

SILICA REAGENT # 2 Code V-4467 (Acido Clorhidrico)

SILICA REAGENT # 3 Code V-4468 (Acido Oxálico)

SILICA REDUCING REAGENT Code V-6284 (Acido Ascórbico)

Este equipo contiene además un juego de celdas patrón con diferentes concentraciones que van desde 0.1 hasta 10 ppm.

La técnica a utilizar es la siguiente:

1. Se llena un tubo del juego (code 230) hasta la marca con la muestra desconocida.
2. Se añaden 7 gotas del reactivo # 1. Se tapa y se mezcla invirtiendo el tubo varias veces.
3. Se adicionan 6 gotas de reactivo # 2. Se tapa y se mezcla dejando reposar por 5 min.
4. Se añaden 6 gotas de reactivo # 3. Se tapa y se mezcla, dejando reposar 2 min.
5. Se añaden 2 gotas de reactivo reductor, se tapa y se mezcla. Después de 10 min. se desarrolla un color azul, que indica la presencia de sílice.
6. Se compara el resultado obtenido con las series patrón del equipo.

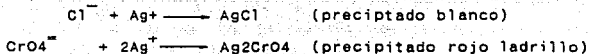
NOTAS.-

- 1.- En todas las aguas minerales se hacen diluciones de 1:10, excepto en la Etiqueta Azul en la cual la dilución es de 1:100, para poder estar dentro del rango de las celdas patrón.
- 2.- A todas las aguas minerales se les elimina el gas, para poder medir el volumen necesario y evitar burbujas que puedan interferir en esta determinación.

DETERMINACION DE CLORUROS

Metodo de Mohr

Este método se basa en la determinación de cloruros con una disolución de nitrato de plata valorada, usando como indicador el cromato de potasio que forma un segundo precipitado de color (rojo ladrillo).



Este método es aplicable solo en disoluciones con un pH entre 7 y 10. La primera ionización del ácido crómico es fuerte, pero la segunda es débil. En disolución ácida la concentración del ion cromato disminuye según:



y el cromato de plata no precipita, hasta que se haya añadido ion plata en gran exceso respecto a la cantidad estequiométrica para la precipitación del cloruro. La precipitación de cromato de plata se puede impedir por completo con suficiente ácido. Si la disolución a valorar estuviese alcalina, podría precipitar hidróxido de plata, lo que hace necesario para mantener la concentración del ion hidrógeno en la disolución dentro de los límites adecuados, bicarbonato de sodio, carbonato de calcio o borax. La reacción llega a su fin cuando aparece el precipitado rojo ladrillo. (2, 10 14)

REACTIVOS

- Acido nítrico concentrado
- Carbonato de calcio Q.P.

- Sol. de cromato de potasio al 10%
- Sol. de nitrato de plata normalizada

PROCEDIMIENTO:

Se toman 50 ml. de agua mineral, se añaden 2 gotas de ácido nítrico concentrado y una pequeña cantidad de carbonato de calcio, hasta obtener un pH entre 6 y 7. Se añaden de 2 a 3 gotas de disolución de cromato de potasio al 5% y se titula con la disolución de nitrato de plata hasta un color rojo ladrillo. Se hacen 3 muestras de cada una de las aguas minerales.

CALCULOS

$$\text{ppm de Cl}^- = \frac{N \cdot \text{ml. AgNO}_3 \cdot \text{P.eq. Cl}^- \cdot 1000}{\text{ml. muestra}}$$

en donde:

N - Normalidad de AgNO₃ = 0.0754

P. eq. de Cl⁻ = 35.5g

ml. de muestra = 50 ml.

D E T E R M I N A C I O N D E C O 2

El contenido de CO₂ es casi siempre el contribuyente único para la acidez de una muestra de agua. Con esta consideración, la determinación del CO₂ tiene una semejanza con la titulación de ácido. La diferencia reside en la concentración de los titulantes y en el hecho de que la titulación se lleva cabo de una manera tal que se minimice el escape del CO₂. Ya sea el Na₂CO₃ o NaOH son titulantes aceptables.(10,14)

Esta determinación se basa en la formación de un compuesto de color rosa que se desarrolla al usar fenoftaleína como indicador, al hacer reaccionar el CO₂ libre con NaOH para formar NaHCO₃ a un pH de 8.3

PROCEDIMIENTO:

Se usa el aparato LA MOTTECHEMICAL, con el kit de CARBON DIOXIDE TEST UNIT Code 7937.

Se colocan 20 ml de muestra, se le añaden 2 gotas de fenoftaleína y se titula con el reactivo para CO₂ por medio de la bureta hasta que aparezca un color rosa y permanezca durante 30 seg. Se debe mantener en agitación la muestra durante la titulación.

REACTIVOS:

- Hidróxido de Sodio 0.0932N
- Fenoftaleína al 0.5% en sol. alcohólica

NOTAS:

Se toman muestras de 50 ml. de cada una de las aguas minerales.

DETERMINACION DE FLUORUROS

Los métodos potenciométricos abarcan dos tipos principales de análisis: la medición directa de un potencial de un electrodo y los cambios de la fuerza electromotriz de una celda electrolytica efectuados a través de un titulante.

Los métodos potenciométricos están basados en la relación cuantitativa entre la fem de una celda y la concentración de un componente de interés, según se expresa en la ecuación de Nernst para el electrodo indicador, el cual es sensible al componente deseado. (11, 15)

Para esta determinación potenciométrica, se utiliza un electrodo selectivo de fluoruros. Este electrodo cuenta con una membrana de conducción iónica no vítrea, en lugar de una membrana de cristal.

En el electrodo de fluoruro, la porción activa es un cristal fluoruro de lantano con impurezas de Europio (II) para reducir su resistencia eléctrica y facilitar el transporte de cargas iónicas. El cristal de fluoruro de lantano sellado en el extremo de un tubo de plástico rígido, está en contacto con las disoluciones interna y externa. La disolución interna es 0.1M de fluoruro de sodio y cloruro de sodio; la actividad del ion fluoruro controla el potencial de la superficie interior de la membrana de fluoruro de lantano y la actividad del ion cloruro fija el potencial del electrodo de alambre de Ag/AgCl de referencia.

En esta determinación se utiliza:

- Un electrodo selectivo de fluoruros ORION RESEARCH
- Un potenciómetro ORION RESEARCH MICROPROCESSOR IONANALYZER/901

PROCEDIMIENTO:

Para evitar errores en la determinación de fluoruros se toman los siguientes cuidados:

- a) No frotar el electrodo, para evitar que se magnetice.
- b) Mantener el electrodo en una disolución de NaF de 1 ppm, para estabilizarlo, una hora antes de la determinación y durante el tiempo que no se usa.
- c) Mantener las muestras preparadas en recipientes de plástico para evitar interferencias de los iones fluoruro que se encuentran en el vidrio.
- d) Adicionar a cada muestra y a los estándares una disolución buffer de citratos, que sirve para complejar el calcio, aluminio y fierro que se encuentran en la disolución, ya que estos intervienen en la lectura de fluoruros.

El buffer debe contener:

- a) Citrato de sodio 1M
- b) Cloruro de potasio 1M
- c) Acetato de sodio 0.75M

Para preparar 500 ml. de esta disolución se pesan: 107g de citrato, 37.3g de cloruro y 41.02g de acetato, disolviendo en agua destilada y ajustando el pH a 5.5 con ácido acético.

Para elaborar la curva patrón, se utiliza una disolución de fluoruro de sodio de una concentración de 10000ppm y haciendo diluciones se preparan disoluciones de 1, 10, 100 y 1000 ppm. Se

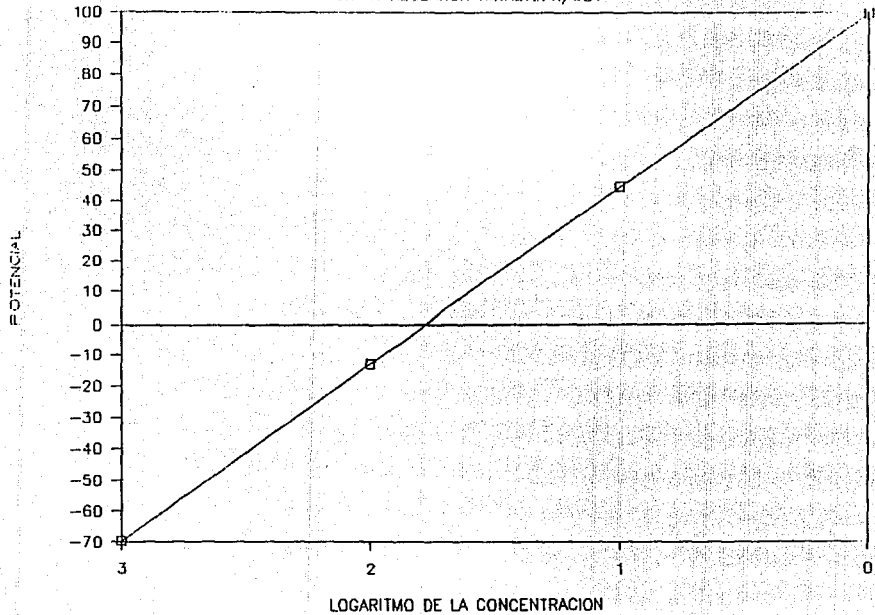
tomaron 25 ml. de cada disolución y se les agrega igual cantidad de buffer citrato, trazando con estas disoluciones la curva patrón.

Conc. ppm	Potencial mV
1	99.5
10	44.9
100	-12.6
1000	-69.8

Se realizan las lecturas de las aguas minerales, y los resultados obtenidos se interpolan en la curva patrón.

CURVA PATRON PARA FLUORUROS

ORION RESEARCH IONANALYZER/901



D E T E R M I N A C I O N D E L I T I O

La determinación de litio se hace primero por análisis cualitativo, basado en el límite inferior de detección.

Después se hace el análisis cuantitativo: se preparan dos estándares de concentraciones conocidas de litio, y se realiza la identificación en las muestras, comparándolas.

Esta prueba se realiza con Ferro (III) - peryodato de potasio, este reactivo en disolución alcalina forma un producto blanco amarillento en presencia de litio. Las disoluciones saturadas de NaCl no reaccionan a temperatura ambiente. De 90°C a 100°C las altas concentraciones de NaCl dan un precipitado. Sin embargo, también pequeñas cantidades de litio pueden formar precipitado en pocos segundos aún a 45-50°C. Obviamente, la precipitación del litio induce la del sodio. (10)



REACTIVO:

Disolución alcalina de ferro III-peryodato de potasio: 2g. de peryodato de potasio se disuelven en 10 ml. de KOH 2N (recien preparada), se diluyen hasta 50 ml. con agua y se mezclan con 3 ml. de disolución de FeCl₃ al 10% y se llevan a 100 ml. con KOH 2N.

PROCEDIMIENTO:

Una gota de la disolución neutra o alcalina por probar se mezcla en un tubo con una gota de disolución saturada de NaCl, seguida de 2 gotas del reactivo. Al mismo tiempo se hace una prueba en blanco

con agua desionizada. Ambos tubos se sumergen en agua a 45-50°C durante 15-20 seg. En presencia de litio aparece una turbidez blanco amarillenta, en tanto que la prueba en blanco permanece clara.

Se preparan dos estándares de 0.4 y 30 ppm de LiCl y al efectuarse la prueba en todas las aguas minerales se obtienen resultados comprendidos en ese rango.

Después trabajando con el flamómetro, se traza una curva patrón para litio de la siguiente manera:

Se pesan 214.2 mg de Li₂SO₄ previamente secado a 200°C por dos horas, se disuelve en agua destilada y se le añaden 40 ml. de HClO₄ al 72% y se afora a 1 litro en matraz volumétrico.

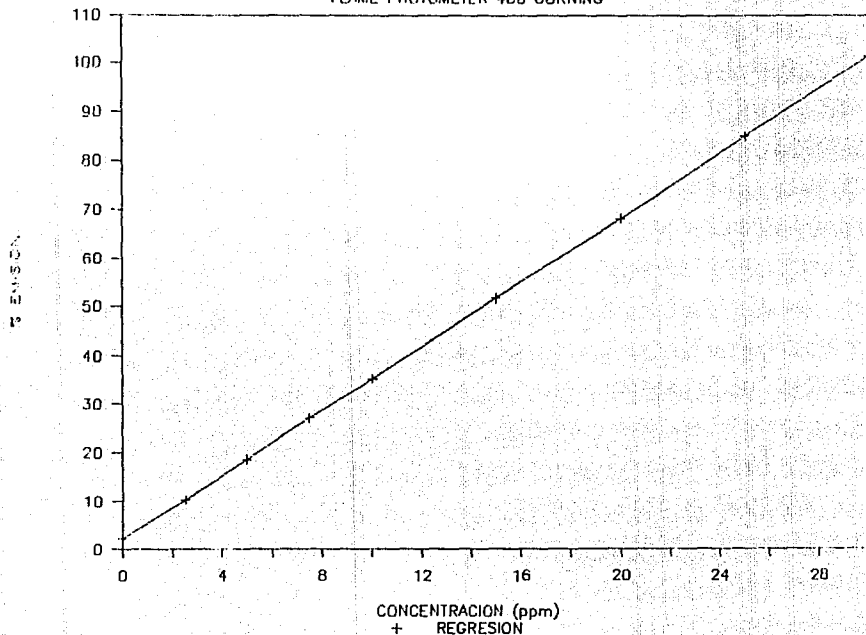
Esta disolución tiene una concentración de 50 ppm. Se preparan con esta última, disoluciones de 2.5, 5, 7.5, 10, 15, 20, 25 y 30 ppm. Para esta determinación se usa un flamómetro, Flame Photometer 400 (Li, Na, K) Corning. Con la disolución de 30 ppm. de litio se ajusta al 100% de emisión y con agua desionizada al 0% de emisión.

Estándar (ppm)	% emisión
0.0	0.0
2.5	10.0
5.0	19.3
7.5	27.5
10.0	35.0
15.0	56.0
20.0	66.0
25.0	86.0
30.0	100.0

Con base en estos datos se hace la curva patrón y los resultados obtenidos en las aguas minerales se interpolan en ella.

CURVA PATRON PARA LITIO

FLAME PHOTOMETER 400 CORNING



D E T E R M I N A C I O N D E P H Y O T R O S

La determinación del pH, es esencialmente una determinación de una diferencia de la fem como se registra en una celda de pH conteniendo primero un buffer de referencia, y después una disolución de prueba. La definición solo demanda que el potencial del electrodo de referencia permanezca constante durante el tiempo en que se hacen las mediciones de E y Es.(14)

Esta determinación del pH se realiza con el pHmetro contenido dentro del equipo LA MOTTECHEMICAL. Se calibra con soluciones buffer de pH 4, 7 y 10.

N I T R I T O S

La prueba para nitritos es cualitativa, basados en que éstos reaccionan con los yoduros en solución ácida.

Esta prueba se realiza sobre papel filtro impregnado de almidón y probado previamente con una disolución diluida de yodo. Para las muestras, primero se coloca una gota de ácido acético 2N en el papel filtro, una gota de agua mineral y otra de yoduro de potasio 0.1N. Según la cantidad de nitrito presente, aparece una mancha o anillo azul.

El límite de identificación de nitritos es de 0.005 g.

RESULTADOS:**CARBONATOS Y BICARBONATOS:**

Agua Mineral	ppm de CO ₃ =	ppm de HCO ₃ -
1. Perrier	- - -	391.70
2. Peñafiel	- - -	583.36
3. Club Soda	- - -	486.83
4. Evian	27.52	334.61
5. Comer. Mex.	- - -	618.73
6. Gigante	- - -	622.53
7. Balseca	- - -	622.53
8. Etiqueta Az.	- - -	612.73
9. Garci Crespo	- -	632.32

SILICE:

Agua Mineral	ppm de SiO ₂
1. Perrier	25
2. Peñafiel	35
3. Club Soda	5
4. Comer. Mexicana	90
5. Garci Crespo	70
6. Etiqueta Azul	150
7. Gigante	90
8. Evian	35
9. Ambrosia	50
10. Aurrerá	50
11. Balseca	50

CO2:

Agua Mineral	ppm CO2
Peñafiel	2006.66
Balseca	2936.17
Evian (*)	16.41
Club Soda	3537.62
Ambrosia (*)	---
Gigante	2444.08
Aurrerá	3029.12
Perrier	2137.88
Comercial Mexicana	3466.54
Etiqueta Azul	2929.91
Garci Crespo	2526.09
(*) Son sin gas	

LITIO:

Agua Mineral	ppm de Li (leídas en curva)
Garci Crespo	1.13
Evian	0.25
Peñafiel	0.56
Perrier	0.13
Balseca	1.13
Gigante	0.88
Etiqueta Azul	0.56
Comercial Mexicana	0.81
Club Soda	0.25

pH:	
Agua Mineral	pH
Peñafiel	5.4
Balseca	5.9
Etiqueta Azul	6.3
Garcí Crespo	6.3
Aurrerá	7.2
Gigante	6.5
Comercial Mexicana	5.9
Club Soda	6.7
Evian	7.9
Perrier	5.8
Ambrosia	6.7

COMPOSICION TEORICA Y EXPERIMENTAL:

Nota.- Sólo 5 de las 11 aguas minerales analizadas tienen marcada la composición en la etiqueta.

AGUA MINERAL PERRIER

	Comp. etiqueta (ppm)	Comp. experimental (ppm)
Mg ++	12	18
K +	0.5	65
Na ++	14	115
Fe ++	0.02	--
Mn ++	0.01	--
SO4 "	43	56.3
Ca ++	104	218.5
NO3 -	12.5	--
Cl -	25	26.77
F -	0.4	0.17
HCO3 -	335	381.7
CO3	*	--
SiO2	*	25
Li	*	0.13
CO2	*	2:37.88
PO4	*	--

* No se mencionan en la etiqueta.

AGUA MINERAL EVIAN

Comp. Etiqueta (ppm)	Comp. Exp. (ppm)
Ca ⁺⁺ 78	100.45
Mg ⁺⁺ 24	10
K ⁺ 1	182
Na ⁺ 5	89
HCO ₃ ⁻ 357	334.61
SO ₄ ²⁻ 10	28.7
Cl ⁻ 4.0	17.67
NO ₃ ⁻ 1.0	---
SiO ₂ 14.0	35
Pb ⁺⁺ *	0.05
Mn ⁺⁺ *	0.01
F ⁻ *	0.16
CO ₂ *	16.41
CO ₃ ²⁻ *	27.52
PO ₄ ²⁻ *	---
Li ⁺ *	0.25

AGUA MINERAL BALSECA

Comp. Etiqueta (ppm)	Comp. Exp. (ppm)
Na ⁺ 98	276
K ⁺ 49	58
Li ⁺ 12	1.13
Mg ⁺⁺ 60	18
Ca ⁺⁺ 104	134.95
Fe ⁺⁺ 19	---
BO ₃ ⁻ 43	---
PO ₄ ²⁻ 23	---
SO ₄ ²⁻ 89	92.5
NO ₃ ⁻ --	---
HCO ₃ ⁻ 320	538.59
Cl ⁻ 170	133.84
SiO ₂ 45	50
CO ₂ 91	2936.17
F ⁻ *	0.55

* No se mencionan en la etiqueta

AGUA MINERAL PERAFIEL

Comp. Etiqueta	Comp. Exp.
Ca ⁺⁺	Ca ⁺⁺
Na ⁺	Na ⁺
Cl ⁻	Cl ⁻
HCO3 ⁻	HCO3 ⁻
Mg ⁺⁺	Mg ⁺⁺
SO4 ⁼⁼	SO4 ⁼⁼
SiO2	SiO2
K ⁺	K ⁺
NO3 ⁻	CO2
Li ⁺	Li ⁺
	F ⁻
	Pb ⁺⁺

AGUA MINERAL ETIQUETA AZUL

Comp. Etiqueta	Comp. Exp.
Ca ⁺⁺	Ca ⁺⁺
Na ⁺	Na ⁺
Cl ⁻	Cl ⁻
HCO3 ⁻	HCO3 ⁻
K ⁺	K ⁺
Li ⁺	Li ⁺
SiO2	SiO2
SO4 ⁼⁼	SO4 ⁼⁼
NO3 ⁻	CO2
HCO3 ⁻	HCO3 ⁻
	F ⁻

AGUA MINERAL	pH	Cu ⁺⁺	Zn ⁺⁺	Fe ⁺⁺	Cd ⁺⁺	Mn ⁺⁺	Pb ⁺⁺	Co ⁺⁺	Na ⁺	K ⁺	Mg ⁺⁺
PEÑAFIEL	5.4	—	—	—	—	—	0.02	—	221	41	46
BALSECA	5.9	—	—	—	—	—	—	—	276	58	18
ETIQUETA AZUL	6.3	—	—	—	—	—	—	—	302	117	25
GARCI CRESPO	6.3	—	—	—	—	—	—	—	198	97	20
AURRERA	7.2	—	—	—	—	—	—	—	454	59	20
GIGANTE	6.5	—	—	—	—	—	—	—	358	328	48
COMERCIAL MEXICANA	5.9	—	—	—	—	—	—	—	196	54	35
CLUB SODA	6.7	—	—	—	—	—	—	—	222	119	27
EVIAN	7.9	—	—	—	—	0.01	0.05	—	89	182	10
PERRIER	5.8	—	—	—	—	—	—	—	155	65	18
AMBROSIA	6.7	—	—	—	—	—	—	—	11.1	25.8	10

AGUA MINERAL	Cl ⁻	F ⁻	CO ₃ ⁼	HCO ₃ ⁻	CO ₂	SiO ₂	Ca ⁺⁺	Li ⁺	SO ₄ ⁼	PO ₄ ⁼	NO ₂ ⁻
PEÑAFIEL	121.52	0.61	—	583.36	2006.66	35	175	0.56	.0	—	—
BALSECA	133.84	0.55	—	538.59	2936.17	50	134.95	1.13	92.5	—	—
ETIQUETA AZUL	119.38	0.59	—	612.73	2979.91	150	196.85	0.56	.0	—	—
GARCI CRESPO	107.07	0.66	—	632.32	2526.09	70	120.50	1.13	56.3	—	—
AURRERA	160.60	0.58	—	621.13	3029.12	50	169.00	0.81	100	—	—
GIGANTE	108.67	0.63	—	622.53	2444.08	90	188.45	0.81	100	—	—
COMERCIAL MEXICANA	107.07	0.65	—	619.73	3466.54	90	141.70	0.81	100	—	—
CLUB SODA	237.16	0.23	—		3537.62	5		0.25	85	—	—
EVIAN	17.67	0.14	27.52	334.61	16.41	35	100.45	0.25	28.7	—	—
PERRIER	26.77	0.15	—	391.70	2137.88	25	218.50	0.13	56.3	—	—
AMBROSIA	53.53	—	—	486.83	—	50			21.7	—	—

CONCLUSIONES Y DISCUSION

Se encontró que de las once aguas analizadas, los resultados obtenidos en cinco de ellas, no concuerdan con la información que se menciona en la etiqueta. Las demás no proporcionan información

Por lo consiguiente se puede concluir que las composiciones, varían en cada época en la cual se extraiga el agua.

Es extraño encontrar plomo en agua para consumo humano, aún cuando las cantidades encontradas estén dentro de la norma permitida por la Secretaría de Salud, que son de 0.05 mg/l.

No se encontraron nitritos.

Con los resultados obtendidos se confirma la calidad de las aguas minerales que están entrando a México y que de ninguna manera sobrepasan la calidad de las que existen en el país. Por lo que México puede estar en posibilidad de exportar sus aguas minerales, con ventaja.

ANEXO 1

® P



evian

natural spring water
from the French Alps

NON CARBONATED • SODIUM FREE

Es agua de manantial proveniente de la localidad de EVIAN al pie de los Alpes Franceses. A diferencia del agua tratada, tratada o purificada químicamente, EVIAN es naturalmente pura. Después de una filtración de 15 años por rocas glaciales, dota balanceada y hora de sodio. En 1878 la secretaría de salud Francesa, bajo recomendación de la academia de medicina, otorgó su aprobación para que EVIAN sea embotellada en el manantial mismo. Desde entonces mucha gente bebe sus beneficios.

ANÁLISIS en mg/l

Bicarbonatos	257	Sulfatos	10
Calcio	78	hierros (Fe)	1
Magnesio	24	Cloruros	4
Sodio	14	Silicio	1
Sólidos disueltos = 308 p.p.m.			
P.H. neutramente balanceado = 7.2			

PRODUCTO
FRANCES

1.5 l.

ANEXO 2



B I B L I O G R A F I A

- 1.- Arredondo Lazarini Armando Rey. Control de Calidad de Medicamentos en Suspensión. Tesis 1988.
- 2.- Ayres, G.H. Análisis Químico Cuantitativo. Harla, S.A. de C.V. México. 2a. edición. 1970
- 3.- Bishop E. Comprehensive Analytical Chemistry. Vol. IV D Coulometric Analysis. Elsevier Scientific Publishing Co. Amsterdam 1975
- 4.- Feigl, F. y Anger V. Pruebas a la gota en Análisis Inorgánico Traducción de la 6a. edición en Inglés. El Manual Moderno, S.A. México, D.F. (1980)
- 5.- Franks, F. Water A comprehensive Treatise. Plenum Press. New York. 1972
- 6.- Kahn, H.L. Principles of Absorption Advances in Chemistry. Series No. 73 Am. Chem Soc. 1968.
- 7.- Kirk Othmer. Encyclopedia of Chemical Technology Vol. 24 (Pag. 257-262) 3rd. Edition. Wiley Interscience. 1984
- 8.- Robinson, W.J. Atomic Absorption Spectroscopy. Ed. Marcel Dekker. Inc. New York 1966.
- 9.- Rodier J. Análisis de las Aguas. Ed. Omega, S.A. Barcelona, España 1981
- 10.- Skoog, D.A. Fundamentals of Analytical Chemistry. Holt, Rinehart & Winston. New York 1971.
- 11.- Skoog, D.A. Principles of Instrumental Analysis. Holt Rinehart & Winston. New York 1976.
- 12.- Stohmann, B.L. Gran Enciclopedia de Química Industrial Vol. 2 Parte 1 (Pag 279 a 375) Ed. Francisco-Seix Edit. Barcelona 1972.
- 13.- Tortora Gerard J. et al. Principios de Anatomía y Fisiología. Ed. Harla. México 1977
- 14.- Welcher F. J. Standard Methods of Chemical Analysis. Vol IIB D. Van Nostrand Co. Inc. New York. 1963
- 15.- Willard Hobart H. et al Métodos Instrumentales de Análisis. Cía. Editorial Continental, S.A. 1a. Edición en Español (Pag. 434 a 439). 1967.

16.- Amador Badiola Miguel. Relato

17.- Bland John H. Metabolismo del agua y los electrolitos en clínica. Editorial Interamericana. México 1965.