



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**CARACTERIZACIÓN FISCOQUÍMICA Y EVALUACIÓN DE
DIFERENTES DISOLVENTES PARA LA CUANTIFICACIÓN DE
HIDROCARBUROS TOTALES DE PETRÓLEO, MEDIANTE
ESPECTROFOTOMETRÍA DE INFRARROJO (FTIR) EN AGUA TIPO
CONGÉNITA**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERA QUÍMICA

PRESENTA

JAQUELIN BALTAZAR DUEÑAS



CIUDAD UNIVERSITARIA, CD. MX.

2022



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 esta 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.

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: Profesora: Irma Cruz Gavilán García
VOCAL: Profesora: María Rafaela Gutiérrez Lara
SECRETARIO: Profesor: Sergio Adrián García González
1er. SUPLENTE: Profesora: Gema Luz Andraca Ayala
2º SUPLENTE: Profesora: Alejandra Mendoza Campos

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA: Laboratorios 103 y 104 del Edificio F2 de la Facultad de Química, UNAM.

ASESOR DEL TEMA:

M. en I. María Rafaela Gutiérrez Lara Firma: _____

SUPERVISOR TÉCNICO:

I.Q Claudia Julieta Espinosa Pérez Firma: _____

SUSTENTANTE:

Jaquelin Baltazar Dueñas Firma: _____

DEDICATORIAS

A mi mamá Silvia, por soportarme y por todo su amor. Gracias por ser la mejor madre para mí y ser esa mujer trabajadora y noble que siempre he admirado.

A mi perrito Ramón, mi alma gemela perruna, por ser la luz de mis ojos y engrandecer mi corazón. Gracias por ser mi compañerito. Gracias por encontrarme.

A mi hermana Ariadna, porque a pesar de todo lo que pase entre nosotras, siempre será mi bebé.

A mis amigos, por las risas, desvelos, bromas y por todos los momentos que hacen feliz la vida.

A todas las personas importantes para mí que he conocido en el tiempo y que para bien o mal, me han ayudado a ser quien soy.

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Nacional Autónoma de México por permitirme ser parte de ella y de la cual estaré siempre agradecida y orgullosa.

A la Facultad de Química y al Colegio de Ciencias y Humanidades plantel Oriente, por todo el aprendizaje y darme los mejores momentos.

A la M. en I. María Rafaela Gutiérrez Lara, por haberme permitido realizar este trabajo y por su paciencia.

A la Dra. Irma Cruz Gavilán García y al Dr. Sergio Adrián García González, por su disposición para ayudarme a terminar este proyecto.

A la I.Q Claudia Julieta Espinosa Pérez, por asesorarme en la realización del presente trabajo, así como por todo lo aprendido.

Al proyecto SENER-CONACYT-HIDROCARBUROS 185183 “Procesos de recuperación mejorada con la tecnología de inyección de químicos (ASP) con la aplicación mediante prueba piloto en el Campo Poza Rica” por los recursos necesarios para la elaboración de este trabajo.

ÍNDICE

RESUMEN.....	11
JUSTIFICACIÓN	13
OBJETIVOS.....	15
General.....	15
Particulares:.....	15
CAPÍTULO I INTRODUCCIÓN	16
1.1 Marco teórico.....	16
1.2 Agua congénita.....	18
1.2.1 Composición de aguas congénitas.....	19
1.2.2 Efectos del agua congénita.....	21
1.2.3 Disposición del agua congénita.....	23
1.2.4 Volúmenes de agua congénita.....	25
1.3 Petróleo.....	26
1.3.1 Composición del petróleo	26
1.3.2 Los hidrocarburos.....	27
1.3.3 Hidrocarburos totales de petróleo	29
1.3.4 Propiedades de los hidrocarburos	29
1.3.5 Efectos de los hidrocarburos de petróleo a la salud humana y medio ambiente	31
1.4 Determinación de hidrocarburos totales de petróleo (HTP's).....	33
1.5 Espectroscopía	34
1.5.1 Espectro electromagnético	35
1.5.2 Medidas espectroscópicas	36
1.5.3 Absorción de la radiación.....	38
1.5.4 Proceso de Absorción.....	38
1.5.5 Absorbancia.....	40
1.5.6 Ley de Beer.....	41
1.5.7 Absorción infrarroja.....	42
1.5.8 Limitaciones de la Ley de Beer.....	43
1.6 Espectroscopia de absorción infrarroja	43

1.6.1 Generalidades.....	43
1.6.2 Aplicaciones cualitativas de la espectrofotometría de infrarrojo	44
1.6.3 Aplicaciones cuantitativas de la espectrofotometría de infrarrojo	45
1.6.4 Características del equipo	46
1.6.5 Ventajas de los espectrómetros de Transformada de Fourier	49
1.6.6 Aplicaciones de la espectrometría de infrarrojo.....	49
CAPÍTULO 2 NORMATIVIDAD VIGENTE APLICABLE Y FUNDAMENTO TEÓRICO DE LAS TÉCNICAS ANALÍTICAS UTILIZADAS PARA LA CARACTERIZACIÓN DE AGUA CONGÉNITA	51
2.1 NORMATIVIDAD VIGENTE APLICABLE A AGUA CONGÉNITA	51
2.2 FUNDAMENTO TEÓRICO DE LAS TÉCNICAS ANALÍTICAS UTILIZADAS PARA LA CARACTERIZACIÓN DE AGUA CONGÉNITA.....	54
2.2.1 Temperatura.....	54
2.2.2 pH.	54
2.2.3 Grasas y aceites.....	55
2.2.4 Fosforo total.....	56
2.2.5 Sólidos sedimentables.	57
2.2.6 Sólidos y sales disueltas.	58
2.2.7 Demanda bioquímica de oxígeno (DBO ₅).....	58
2.2.8 Metales pesados.....	60
2.2.9 Hidrocarburos Totales de Petróleo.	60
CAPÍTULO 3 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	62
3.1 Muestra de estudio: M198	62
3.2 Caracterización de agua congénita (M198).....	62
3.2.1 Temperatura.	62
3.2.1.1 Procedimiento.....	63
3.2.1.2 Cálculos.....	63
3.2.2 pH.	63
3.2.2.1 Procedimiento.....	63
3.2.2.2 Cálculos.....	65
3.2.3 Grasas y aceites.....	65
3.2.3.1 Procedimiento.....	65
3.2.3.2 Cálculos.....	66

3.2.4 Fosforo total.....	67
3.2.4.1 Procedimiento	67
3.2.3.2 Cálculos.....	70
3.2.5 Sólidos sedimentables.	70
3.2.5.1 Procedimiento.....	70
3.2.5.2 Cálculos.....	71
3.2.6. Demanda bioquímica de oxígeno (DBO ₅).....	71
3.2.6.1 Procedimiento.....	71
3.2.6.2 Cálculos.....	75
3.2.7 Metales pesados	76
3.2.7.1 Procedimiento.....	76
3.2.7.2 Método analítico utilizado.....	76
3.2.8 Sólidos y sales disueltas.	76
3.2.8.1 Procedimiento.....	76
3.2.8.1.1 Determinación para sólidos totales (ST)	78
3.2.8.1.2 Determinación de sólidos suspendidos totales (SST):	78
3.2.8.2 CÁLCULOS.....	79
3.2.9 Hidrocarburos Totales de Petróleo.....	80
3.2.9.1 Procedimiento para la curva de calibración.....	80
3.2.9.2 Determinación del porcentaje de recuperación	82
3.2.9.2.1 Procedimiento de extracción.....	82
3.2.9.3 Extracción de Hidrocarburos totales de petróleo	84
3.2.9.4 Cálculos.....	84
CAPÍTULO 4 EVALUACIÓN DE CUATRO DISOLVENTES PARA LA DETERMINACIÓN DE HTP's	85
4.1 Propiedades de los disolventes.....	85
4.2 Determinación de hidrocarburos totales de petróleo (HTP's), utilizando diferentes disolventes.....	86
4.2.1 Procedimiento	86
4.2.1.1 Disolvente: Hexano	86
4.2.1.2 Disolvente: Ciclohexano.....	88
4.2.1.3 Disolvente: Diclorometano.....	89
4.2.1.4 Disolvente: 1,1,2-Triclorotrifluoroetano	89

4.2.2 Extracción de hidrocarburos totales de petróleo	90
CAPÍTULO 5 RESULTADOS Y ANÁLISIS.....	93
5.1 Caracterización de la muestra con base a normatividad	93
5.2 Determinación del porcentaje de recuperación de Hidrocarburos Totales de Petróleo.....	94
6.3 Evaluación de disolventes para la determinación de hidrocarburos totales de petróleo	95
CAPITULO 6 CONCLUSIONES.....	97
BIBLIOGRAFÍA.....	99

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Proceso de separación del fluido de producción	17
Figura 2. Principales divisiones del Espectro Electromagnético	35
Figura 3. Espectroscopía de emisión	37
Figura 4. Espectroscopía de absorción.....	38
Figura 5. Absorción de la radiación	38
Figura 6. Atenuación de un haz de radiación por una solución absorbente	39
Figura 7. Pérdidas por reflexión y dispersión en una solución contenida en una celda de vidrio	40
Figura 8. Tipos de vibraciones moleculares	42
Figura 9. Diagrama de un espectrómetro FTIR básico	47
Figura 10. Interferómetro de Michelson	48
Figura 11. Muestra M 198.....	62
Figura 12. Termómetro de mercurio en vidrio	63
Figura 13. Disoluciones amortiguadoras estándar y medidor Hanna	64
Figura 14. Equipo Soxhlet	66
Figura 15. Matraces a peso constante con muestra M 198.....	66
Figura 16. Curva de calibración para Fosforo	69
Figura 17. Conos Imhoff	70
Figura 18. Cápsulas en el desecador a peso constante	77
Figura 19. Cápsulas a peso constante con M 198	78
Figura 20. Filtros a peso constante con M 198.....	79
Figura 21. Celda para líquidos	81
Figura 22. Equipo Agilent Technologies Cary 600 FTIR Spectrometer.....	81
Figura 23. Espectro de tetracloruro de carbono y sus bandas características.....	81
Figura 24. Curva de calibración para la cuantificación de HTP's teniendo como disolvente tetracloruro de carbono.....	82
Figura 25. Separación de fases de la muestra	83
Figura 26. Regiones básicas del Espectro de infrarrojo.....	86
Figura 27. Espectro de hexano y sus bandas características	86
Figura 28. Lecturas de estándares en la banda 2928 cm^{-1} , teniendo como disolvente hexano.....	87
Figura 29. Lecturas de estándares en la banda 2959 cm^{-1} , teniendo como disolvente hexano.....	87
Figura 30. Lecturas de estándares en la banda 1460 cm^{-1} , teniendo como disolvente hexano.....	87
Figura 31. Espectro del ciclohexano y sus bandas características.....	88
Figura 32. Lecturas de estándares en la banda 1354 cm^{-1} , teniendo como disolvente ciclohexano	88
Figura 33. Espectro del diclorometano y sus bandas características.....	89
Figura 34. Lecturas de estándares en la banda 2986 cm^{-1} , teniendo como disolvente diclorometano	89
Figura 35. Espectro del 1,1,2-Triclorotrifluoroetano y sus bandas características.	90
Figura 36. Lecturas de estándares en la banda 2924 cm^{-1} , teniendo como disolvente 1,1,2-Triclorotrifluoroetano.....	90

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Unidades de longitud de onda para algunas regiones del espectro, (Brown, 2002).....	35
Tabla 2. Regiones del espectro infrarrojo.....	44
Tabla 3. Máximos de absorción característicos de algunos grupos funcionales comunes	45
Tabla 4. Aplicaciones de la espectrometría de infrarrojo.....	50
Tabla 5. Límites máximos permisibles	53
Tabla 6. Valores de absorbancia a concentración de 1 a 10 mg de P/L.....	68
Tabla 7. Aproximación de intervalos de concentración mg/L de los estándares de trabajo	80
Tabla 8. Propiedades de los disolventes seleccionados	85
Tabla 9 Características entre diclorometano, 1,1,2-triclorotrifluoroetano y tetracloruro de carbono	91
Tabla 10. Resultados para la NOM-001-SEMARNAT-1996 y NOM-143-SEMARNAT-2003.....	93
Tabla 11. Resultados del porcentaje de recuperación en una muestra de concentración conocida	95
Tabla 12. Resultados de la evaluación de diferentes disolventes	95

RESUMEN

El presente trabajo se llevó a cabo en los laboratorios 103 y 104 del Edificio F2 de la Facultad de Química. Se presenta la caracterización de agua tipo congénita (M 198) aplicando los parámetros de la Norma Oficial Mexicana NOM-143-SEMARNAT-2003 que establece las especificaciones ambientales para el manejo de agua congénita asociada a hidrocarburos.

Se realizó la determinación de sólidos y sales disueltas, hidrocarburos totales de petróleo y los contaminantes básicos establecidos en la NOM-001-SEMARNAT-1996 que aplican a este tipo de agua (sólidos sedimentables, grasas y aceites, temperatura, pH, DBO₅, fosforo total y metales).

Para la cuantificación de hidrocarburos totales de petróleo (HTP's) establecidos en el Anexo 2 de la norma NOM-143-SEMARNAT-2003 el análisis se realizó por comparación de la absorbancia leída a un número de onda de $2,930\text{ cm}^{-1}$ (correspondiente a la región media infrarroja del espectro electromagnético) en un espectrofotómetro Agilent Serie Cary 600 FTIR, utilizando como disolvente tetracloruro de carbono, la curva de calibración se realizó en un intervalo de concentración de 60 a 500 mg/L tomando alícuotas a partir de la disolución madre de una mezcla patrón de referencia preparada con tres tipos de hidrocarburos: clorobenceno ($\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$), n-hexadecano ($\text{C}_{16}\text{H}_{34}$) e isooctano (C_8H_{18}).

Debido a que el tetracloruro de carbono es un disolvente carcinógeno y ataca la capa de ozono de la estratósfera, se evaluaron cuatro disolventes que pudieran sustituirlo para la cuantificación de hidrocarburos totales de petróleo, utilizando hexano, ciclohexano, diclorometano y 1,1,2-triclorotrifluoroetano; la evaluación y el análisis

comparativo entre los disolventes indicó que el diclorometano y 1,1,2-triclorotrifluoroetano pueden ser disolventes alternativos para utilizarse en este método.

JUSTIFICACIÓN

El petróleo crudo contiene sales y agua emulsionada, los cuales deben ser removidos antes de su refinación, en México, Pemex Exploración y Producción (PEP) realiza la desalación y deshidratación del crudo mediante la separación del agua por campo eléctrico que debilita la barrera interfacial agua-aceite. En este proceso se genera un efluente de agua residual, llamado agua congénita (Mijaylova, Birkle, Sandoval y Ramírez, 2006).

La composición del agua congénita depende del tipo de petróleo que se extrae y procesa, así como de las técnicas de extracción, generalmente contiene sales inorgánicas en altas concentraciones e hidrocarburos (Mijaylova et al., 2006), el volumen presente de agua congénita en el crudo depende de la edad del pozo, ésta es reinyectada a los pozos, el resto es tratada y descargada a los cuerpos de agua (PEMEX, 2020).

La contaminación de las aguas por hidrocarburos en los sistemas de almacenamiento, en las fuentes de abastecimientos subterráneos y superficiales, así como en otros cuerpos de agua, produce un cambio en las características organolépticas del agua y el ecosistema puede sufrir afectaciones debidas al impacto negativo de estos contaminantes sobre sus diferentes componentes.

Con este trabajo se pretende caracterizar el agua congénita para saber si cumple o no con los límites máximos permisibles de acuerdo a la normatividad mexicana vigente y debido a las características del tetracloruro de carbono, proponer un disolvente para la cuantificación de hidrocarburos totales de petróleo, realizando un análisis comparativo de la capacidad de extracción de cuatro disolventes: hexano, ciclohexano,

diclorometano y triclorotrifluoroetano, utilizando espectroscopia de infrarrojo.

OBJETIVOS

General

Evaluar el desempeño de diferentes disolventes orgánicos no polares utilizando un método de extracción establecido en la NMX-AA-117-SCFI-2001 para la cuantificación de hidrocarburos totales de petróleo (HTP´s) contenidos en agua congénita mediante Espectrofotometría de Infrarrojo por Transformadas de Fourier (FTIR).

Particulares:

- a) Caracterizar el agua congénita con base a las diferentes técnicas analíticas fisicoquímicas establecidas en las normas técnicas mexicanas aplicadas para este tipo de muestra.
- b) Implementar el método de extracción para HTP´s utilizando cinco disolventes orgánicos no polares.
- c) Realizar un comparativo de los diferentes disolventes orgánicos no polares utilizados.

CAPÍTULO I INTRODUCCIÓN

1.1 Marco teórico

A través del tiempo el hombre en busca de mejorar sus condiciones de vida ha actuado de manera tal que ha alterado los ecosistemas que sustentan un delicado equilibrio dinámico natural dado por ciclos, causando: cambios climáticos importantes, enfermedades, desaparición de especies, etc. Estas alteraciones se dan por la sobreexplotación de los recursos naturales, descargas incontroladas de materiales peligrosos al ambiente y planeación ineficiente e ineficaz.

Ante el crecimiento de población y de empresas la demanda de energéticos ha aumentado, para satisfacer estas necesidades se ha incrementado en nuestro país la explotación de recursos naturales que generan energía; explotación de: carbón mineral, hidrocarburos y madera, por mencionar algunos.

En México la industria petrolera mexicana juega un papel estratégico central en el desarrollo económico del país. En 2020 la producción de petróleo crudo de Petróleos Mexicanos (Pemex) fue de 1, 660 miles de barriles diarios (Mbd), lo que representa una caída del 1.1 %, con respecto a la producción del año 2019 (PEMEX, 2020).

En Pemex Exploración y Producción (PEP), el fluido de producción, es una mezcla que contiene hidrocarburos líquidos, gaseosos y agua congénita que son separados en las baterías de separación instaladas en tierra o en las plataformas marinas, primero se separan la fase líquida de la fase, gaseosa, posteriormente en la fase líquida se realiza la desalación y deshidratación del crudo mediante la separación del agua

por campo eléctrico, que debilita la barrera interfacial agua - aceite para, finalmente separar los sólidos de los líquidos (INE, 1996).

El gas, el petróleo crudo y el agua de formación pueden ser separados en recipientes individuales o mediante sistemas de etapas múltiples. El gas disuelto en la mezcla obtenida del pozo productor es separado de la solución por la presión de las partículas del fluido. El petróleo y la solución acuosa no se separan tan fácilmente como sucede con el gas. Generalmente existen cantidades de agua y petróleo presentes en forma de emulsión, las cuales tienen su origen en el yacimiento o bien, al ser causadas por los procesos de extracción, mismos que tiende a mezclar al agua y al aceite vigorosamente (INE, 1996).

El sistema de separación de la mezcla obtenida del pozo productor consta de una serie de recipientes en un proceso de separación de etapas múltiples. En la figura 1 se puede apreciar el diagrama de flujo de un sistema típico de separación.

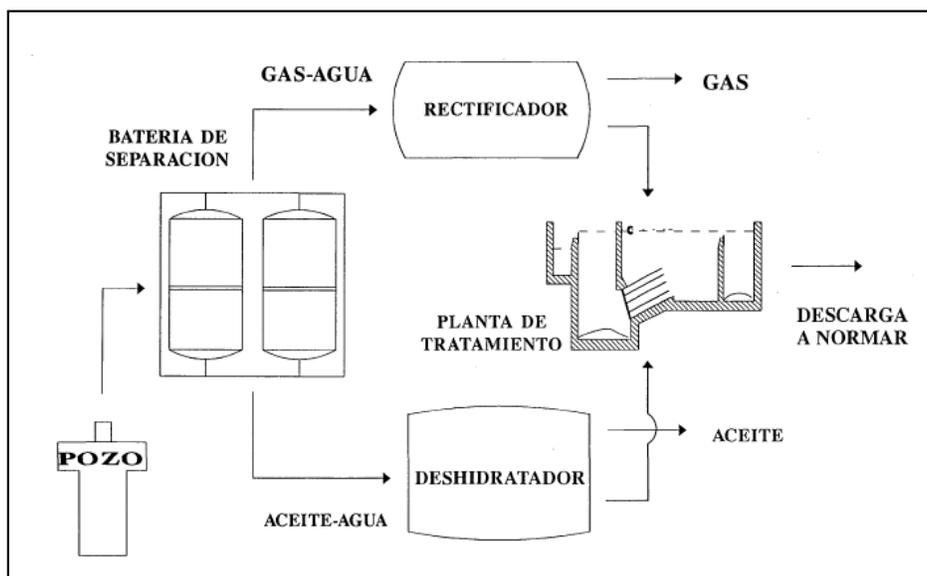


Figura 1. Proceso de separación del fluido de producción (INE, 1996)

De lo anterior mencionado, el mayor subproducto generado es el agua congénita, históricamente, la generación de agua congénita ha promediado seis veces la producción de petróleo durante la vida productiva de pozos y yacimientos (INE, 1996).

1.2 Agua congénita

El agua congénita es generada normalmente durante la producción de aceite y gas proveniente de pozos, ya sea dentro o fuera de la costa. El agua de formación es agua marina o dulce que ha estado atrapada por millones de años con aceite y gas natural en una reserva geológica consistente de una formación de roca porosa sedimentada entre capas de roca impermeable en la corteza terrestre (Collins, 1975).

La Norma Oficial Mexicana, NOM-143-SEMARNAT-2003, que establece las especificaciones ambientales para el manejo de agua congénita asociada a hidrocarburos, define al agua congénita de la siguiente manera: *“Agua asociada al hidrocarburo en el yacimiento y que surge durante la extracción del mismo. Contiene sales y puede tener metales. Se considera un subproducto no aprovechable”*.

PEMEX la define como: *“El agua congénita o de formación es el agua que se encuentra dentro de la roca asociada al hidrocarburo extraído, la cual es separada antes de su reinyección o descarga”*. Es extraída conjuntamente con el gas y el petróleo del yacimiento. Posteriormente, es separada de estos y descargada al final de las unidades de separación, es decir en las plantas deshidratadoras donde es tratada antes de la descarga a los cuerpos receptores. Entre sus componentes incluye partículas suspendidas y disueltas propias de los yacimientos.

1.2.1 Composición de aguas congénitas

Su composición depende del tipo de petróleo que se extrae y procesa, así como de las técnicas de extracción: ascenso por bombeo o por inyección de gases, inundación con vapor, y deshidratación con el uso de polímeros (Mijaylova et al., 2006).

Las sustancias principales presentes en las aguas congénitas de las actividades de perforación, explotación y extracción de petróleo y gas son las siguientes:

- **Sólidos totales disueltos:** Los sólidos totales disueltos representan la suma de todos los materiales disueltos en el agua, tienen muchas fuentes minerales. Están constituidos principalmente en este caso, por cloruro de sodio y tienen la capacidad de alterar el hábitat de las especies acuáticas (INE, 1996).
- **Sólidos suspendidos:** Pueden ser partículas de óxidos metálicos provenientes de las tuberías de revestimiento del pozo o bien, óxidos de hierro o manganeso, presentes originalmente en el agua. Otros tipos de sólidos suspendidos pueden ser los sedimentos, arena, arcilla y bacterias (INE, 1996).
- **Gases disueltos:** Los gases disueltos de mayor importancia son el sulfuro de hidrógeno, el bióxido de carbono y el oxígeno (INE, 1996).
 - Sulfuro de hidrógeno. Las aguas de producción que lo contienen se conocen como aguas amargas. Los yacimientos

de petróleo pueden volverse amargos debido a la actividad de las bacterias sulfato reductoras.

Las concentraciones de H_2S pueden alcanzar varios cientos de mg/L. Como el agua amarga es extremadamente venenosa, por la emisión de ácido sulfhídrico, se deben colocar señales de alerta y utilizar los equipos autónomos de respiración.

El ácido sulfhídrico en contacto con hierro produce sulfuro de hierro, el cuál puede acelerar la corrosión o actuar como un serio agente taponador. Los sulfuros de la mayor parte de los metales son insolubles en agua. El H_2S en contacto con oxígeno disuelto puede producir azufre elemental, que también es un serio agente taponador.

- Bióxido de carbono. Es un gas ionizable que forma ácido carbónico débil cuando se disuelve en agua. Es uno de los mayores contribuyentes a la producción de corrosión en el pozo y en el sistema de inundación con agua. Las concentraciones de CO_2 en el pozo de producción pueden exceder de los 200 mg/L, pero la mayoría se pierde en la atmósfera al salir los fluidos del pozo. El bióxido de carbono es responsable también de la disolución de la caliza de la roca del yacimiento, lo que aumenta su dureza y alcalinidad.
- Oxígeno disuelto. Rara vez está presente en los fluidos que salen del yacimiento, a menos que sea arrastrado de las aguas que se infiltran, pero es quizá el agente corrosivo más severo que participa en los mecanismos corrosivos del agua

en las instalaciones de extracción de petróleo y gas. También es responsable de la creación de agentes taponantes por la oxidación del hierro ferroso y del sulfuro de hidrógeno

- **Bacterias:** De los diferentes tipos de bacterias responsables de la corrosión y la producción de sólidos incrustantes del tipo taponante, el más serio lo constituye la bacteria anaeróbica sulfato reductora: *Desulfovibrío desulficans* (INE, 1996).
- **Aceite residual:** Los aceites residuales que son vertidos a los cuerpos receptores contienen partículas de crudo emulsificados propios de las actividades de perforación, explotación y extracción de petróleo y gas (INE, 1996).
- **Sustancias tóxicas:** Fundamentalmente metales e hidrocarburos derivados del petróleo. Estas sustancias provocan mortandad en las especies de los ecosistemas acuáticos. El metal pesado primario es el bario, pudiendo estar presentes vestigios de arsénico, mercurio y selenio. Estos elementos son extremadamente tóxicos para los seres humanos en cantidades diminutas, y son concentrados por varios organismos, particularmente los crustáceos (INE, 1996).

1.2.2 Efectos del agua congénita

Los riesgos que se presentan en el manejo y disposición del agua congénita son:

- a) **En las instalaciones del proceso:** la presencia de sales en distintas proporciones puede dar lugar a la formación de

incrustaciones, dependiendo de las condiciones en las que se encuentre el sistema, dando lugar a un efecto desfavorable y un aumento de los costos de operación y mantenimiento de los equipos. Por otra parte, la existencia de bacterias también puede ocasionar obstrucciones en los equipos y tuberías, además de la formación de emulsiones con sulfuro de hidrógeno, si éste se encuentra presente en el agua, que suelen ser difíciles de romper y tienen un efecto corrosivo.

- b) **En los cuerpos receptores:** de acuerdo a las concentraciones y la toxicidad relativa de los químicos contenidos en el agua congénita y la predicción de tasas de dispersión y biodegradabilidad o transformación en el agua receptora, es probable que solo exista un potencial limitado para que la toxicidad sea aguda más allá del límite de la vecindad inmediata a las descargas a aguas oceánicas. Una exposición continua y crónica puede causar cambios casi letales en poblaciones y comunidades, incluyendo la disminución de la diversidad genética, menor éxito reproductivo, menor crecimiento, problemas respiratorios, desordenes de conducta y fisiológicos, entre otros. (Lee et al., 2005).
- c) **En los pozos de reinyección:** Para poder ser utilizada en el método de recuperación de yacimientos y así disminuir el consumo de agua de primer uso, requiere de un tratamiento previo, ya que de no realizarse se pueden generar problemas de sedimentación, reducción de permeabilidad e incluso taponamiento de las formaciones (Mijaylova et al., 2006).

1.2.3 Disposición del agua congénita

En muchas partes del mundo, la descarga a cuerpos de agua superficial y la inyección subterránea representan las principales opciones para disponer del agua de producción de las operaciones de exploración y producción de petróleo y gas (Veil, 2002).

Debido a su composición, la disposición de agua congénita es difícil por los peligros de salinización de los cuerpos receptores (agua o suelo), así como por la presencia de compuestos tóxicos (Mijaylova et al., 2006).

La tendencia mundial coincide en que las opciones óptimas para la disposición del agua congénita asociada a la producción de hidrocarburos es su inyección en formaciones receptoras subterráneas, para mejorar la recuperación de hidrocarburos, o su disposición en el mar (INE, 1996). Esta preferencia se explica por las siguientes razones:

1. La fácil disponibilidad de agua.
2. La relativa facilidad con la que se inyecta, debido a la carga hidrostática que se logra en el pozo de inyección.
3. La facilidad con la que el agua se mueve a través de la zona almacenadora de hidrocarburos.
4. La eficiencia del agua como fluido desplazante del aceite.

En general se reconoce que la primera inyección de agua fue accidental y ocurrió en 1865, en el área de la Cd. de Pithole, Pennsylvania. Se llegó a la conclusión de que el agua, al abrirse paso desde arenas poco profundas, se movía a través de las arenas productoras y era un factor que incrementaba la recuperación de aceite. Muchas de las primeras inyecciones de agua ocurrieron accidentalmente debido a escurrimientos

de arenas acuíferas poco profundas o de acumulaciones de agua superficiales, que penetraban en los pozos perforados (Craig, 1982).

En el método más antiguo de inyección de agua primero se inyectaba en un solo pozo, y a medida que aumentaba la zona invadida y que en los pozos adyacentes se producía agua, éstos se usaban como pozos de inyección para ampliar el área invadida, este método se conocía como "invasión en círculo". Como modificación de esta técnica, la Forest Oil Corp., convirtió simultáneamente una serie de pozos a la inyección de agua, formando un empuje lineal. La primera inyección con este patrón se realizó en el campo Bradford en 1924 (Craig, 1982).

En nuestro país la inyección de agua es el método más económico y, por lo tanto, el más utilizado en las plantas de extracción nacionales. Aunque el uso de agua congénita en los pozos de inyección ofrece una oportunidad para su aprovechamiento, si no tiene ningún tratamiento previo, más que una simple sedimentación, provoca problemas de colmatación en los pozos de inyección, así como taponamiento de las formaciones, (Mijaylova et al. 2006).

Es importante mencionar que la inyección de agua congénita con fines de recuperación de hidrocarburos debe verse también como la solución a un problema ambiental ya que, si esta agua se quisiera disponer a ríos o mares, se le tendría que dar un tratamiento más estricto (y consecuentemente más caro) que el que se le daría con fines de inyección en yacimientos.

1.2.4 Volúmenes de agua congénita

Los volúmenes de generación de agua congénita varían en función del yacimiento, sus características, edad, ubicación, estado, etcétera.

Durante las etapas iniciales de la producción primaria, el agua puede ser muy escasa, sin embargo, la mayor parte de la vida productiva de un pozo contiene proporciones significativas de agua, hasta de un 98 % (Craig, 1982).

De acuerdo al Informe de sustentabilidad de Pemex 2020, durante el año 2020, como resultado de las actividades de Pemex Exploración y Producción, se separaron y reinyectaron 18.95 millones de metros cúbicos (MMm³) de agua congénita, lo que significó una disminución de 3.6 % con respecto al volumen separado en 2019, del total de agua congénita separada de las actividades de PEP, el 100 % se reinyectó en sitios autorizados.

Por otra parte, la Terminal Marítima Dos Bocas separó 9.47 MMm³ de agua congénita, de los cuales reinyectó 2.43 MMm³ y descargó 7.04 MMm³.

Razón por la cual, es necesario caracterizar el agua para saber si cumple o no con los límites máximos permisibles de acuerdo a la normatividad mexicana, y en caso de que no cumpla se le dé un manejo adecuado para evitar o minimizar los riesgos a la salud y el medio ambiente.

1.3 Petróleo

La teoría más aceptada sobre la formación del petróleo es la teoría orgánica que supone que se originó por la descomposición de los restos de animales y algas microscópicas acumuladas en el fondo de las lagunas y en el curso inferior de los ríos (Chow, 2002).

Esta materia orgánica se cubrió paulatinamente con capas cada vez más gruesas de sedimentos, al abrigo de las cuales, en determinadas condiciones de presión, temperatura y tiempo, se transformó lentamente en hidrocarburos (compuestos formados de carbón e hidrógeno), con pequeñas cantidades de azufre, oxígeno, nitrógeno, y trazas de metales, cuya mezcla constituye el petróleo crudo (Chow, 2002).

Se define al petróleo como un líquido natural oleaginoso e inflamable, constituido por una mezcla de hidrocarburos que se presentan en la naturaleza, en lechos geológicos continentales o marítimos, ya sea en estado sólido, líquido, o gaseoso, estas tres fases pueden pasar de una a otra por efecto de cambio de presión y temperatura (SGM, 2017).

Es un recurso no renovable con apariencia de líquido aceitoso, de color verde, amarillo, marrón o negro que se encuentra saturando la porosidad de las rocas (SGM, 2017).

1.3.1 Composición del petróleo

El petróleo, se compone principalmente de carbono e hidrógeno en la porción 83 - 87 % de C y de 11 - 14 % de H. Contiene abundantes impurezas de compuestos orgánicos en los que intervienen

componentes como el azufre, oxígeno, nitrógeno, mercaptanos, SO_2 , H_2S , alcoholes mezclados también con agua salada, ya sea libre o emulsionada, en cantidad variable. Como impurezas, se encuentran también diversas sales minerales como cloruros y sulfatos de Ca, Mg y Fe (SGM, 2017).

1.3.2 Los hidrocarburos

Los hidrocarburos constituyen los elementos esenciales del petróleo, son los compuestos orgánicos más simples formados por átomos de carbono e hidrógeno, de gran abundancia en la naturaleza. Pueden ser considerados como las sustancias principales de las que se derivan todos los demás compuestos orgánicos.

Los hidrocarburos presentes en el crudo de petróleo se clasifican en tres tipos generales: parafinas, naftenos y aromáticos, además hay un cuarto tipo, olefinas, que se forma durante el proceso de deshidrogenación de parafinas y naftenos (Gary, J.H., Handwerk, G.E. 2008).

- **Parafinas**

La serie parafínica de los hidrocarburos se caracteriza por la regla de que los átomos de carbono se hallan unidos mediante enlaces sencillos y los otros están saturados con átomos de hidrógeno. La fórmula general para las parafinas es $\text{C}_n \text{H}_{2n+2}$, (Gary et al., 2008)

- **Olefinas**

Las olefinas no existen de forma natural en el crudo de petróleo, pero se forman durante el procesado. Son muy similares en la estructura de las parafinas, pero como mínimo dos de los átomos

de carbono están unidos por dobles enlaces. Generalmente las olefinas son indeseables en los productos acabados debido a que los dobles enlaces son reactivos y los compuestos se oxidan y polimerizan más fácilmente (Gary et al., 2008).

- **Naftenos**

Se denominan naftenos a los hidrocarburos cicloparafínicos en los que todos los enlaces disponibles de los átomos de carbono están saturados con hidrógeno. Hay muchos tipos de naftenos presentes en el crudo del petróleo, pero, excepto para los compuestos de peso molecular más bajo, no se tratan generalmente como compuestos individuales (Gary et al., 2008).

- **Aromáticos**

La serie aromática de hidrocarburos es química y físicamente muy diferente de las parafinas y naftenos. Los hidrocarburos aromáticos contienen un anillo bencénico el cual no está saturado, pero es muy estable comportándose frecuentemente como un compuesto saturado. La figura muestra algunos compuestos aromáticos característicos (Gary et al., 2008).

Los hidrocarburos cíclicos, nafténicos y aromáticos a la vez, pueden adicionar cadenas laterales parafínicas en lugar de alguno de los hidrógenos unidos a los carbonos del anillo y formar una estructura mixta. Estos tipos mixtos tienen muchas de las características químicas y físicas de ambos de sus compuestos originales, pero se clasifican generalmente de acuerdo con el compuesto cíclico original.

1.3.3 Hidrocarburos totales de petróleo

Se considera a los hidrocarburos de petróleo como una mezcla líquida compleja de gases, líquidos y sólidos, existiendo pequeñas cantidades de mezclas de nitrógeno, oxígeno y azufre, además de contener compuestos de hierro, níquel, vanadio y otros metales (Ortínez, O., Ize, I. y Gavilán, A., 2003).

El término hidrocarburos totales de petróleo (HTP's) se usa para describir a un grupo extenso de varios cientos de sustancias químicas derivadas originalmente del petróleo crudo. En este sentido, los HTP's son realmente una mezcla de sustancias químicas. Se les llama hidrocarburos porque casi todos los componentes están formados enteramente de hidrógeno y carbono. Los crudos de petróleo pueden tener diferentes cantidades de sustancias químicas; asimismo, los productos de petróleo también varían dependiendo del crudo de petróleo del que se produjeron. La mayoría de los productos que contienen HTP's se incendian. Algunos HTP's son líquidos incoloros o de color claro que se evaporan fácilmente, mientras que otros son líquidos espesos de color oscuro o semisólidos que no se evaporan. Muchos de estos productos tienen un olor característico a gasolina, kerosén o aceite (Wake, 2005).

1.3.4 Propiedades de los hidrocarburos

Se describen las principales propiedades de los hidrocarburos:

- **Densidad**

El petróleo es más liviano que el agua. Su peso específico es influenciado por factores físicos y por la composición química del crudo. 0.75-0.95 Kg/L. Aumenta con el porcentaje de asfalto (SGM, 2017).

- **Polaridad**

Representa la uniformidad de distribución de las cargas eléctricas en una molécula, la mayoría de los hidrocarburos son compuestos no polares (Wake, 2005).

- **Olor**

Es característico y depende de la naturaleza y composición del aceite crudo. Los hidrocarburos no saturados dan olor desagradable, debido al ácido sulfhídrico y otros compuestos de azufre. Los petróleos crudos tienen olor aromático. En otros aceites el olor varía, dependiendo de la cantidad de hidrocarburos livianos y de las impurezas. (SGM, 2017).

- **Color**

El color del petróleo varía de amarillo al rojo pardo y negro. Por luz reflejada, el aceite crudo es usualmente verde, debido a la fluorescencia, los aceites medianos color ámbar y los aceites más pesados son oscuros. Por lo general, su tonalidad se oscurece con el aumento de su peso específico, que se incrementa al aumentar su porcentaje de asfalto. Los hidrocarburos puros son incoloros, pero a menudo se colorean por oxidación, especialmente los no saturados y de los que contienen N, O, S, además de H y C (SGM, 2017).

- **Solubilidad**

Los hidrocarburos son solubles entre sí en todas las proporciones. Por otro lado, los hidrocarburos de elevado peso molecular con los de inferior peso molecular son miscibles en cierto grado; determinando que la solución se sature provocando la precipitación del componente de mayor peso (Wake, 2005).

- **Solubilidad en agua**

Al ser los hidrocarburos compuestos no polares, no son solubles en agua, o son muy pocos solubles (Wake, 2005).

- **Presión de vapor**

La presión de vapor es la tendencia de un líquido o sólido a volatilizarse. Los crudos ligeros son más volátiles, tienden a ser muy fluidos y se extienden con rapidez en la superficie del agua, por su elevada velocidad de evaporación desprenden un fuerte olor y son normalmente inflamables (Wake, 2005).

Los crudos más pesados y menos volátiles poseen una gama de velocidades de evaporación y pueden ser inflamables (Wake, 2005).

- **Tensión superficial y fuerza capilar**

Son propiedades físicas que tienen un papel importante en la migración de hidrocarburos a través de las rocas de la corteza terrestre. La tensión superficial del petróleo que contenga gas disuelto es extremadamente baja, por lo cual, tienden a disminuir los efectos de la fuerza capilar en el desplazamiento de petróleo crudo, en medios porosos mediante gases a alta presión. El agua tiene mayor fuerza capilar que el petróleo; en consecuencia, puede esperarse que el agua ocupe los poros más pequeños, forzando al petróleo hacia los poros mayores (SGM, 2017).

1.3.5 Efectos de los hidrocarburos de petróleo a la salud humana y medio ambiente

Algunos hidrocarburos tienden a acumularse en los organismos a través de las cadenas alimenticias con creciente riesgo de cáncer y de mutagénesis. Por ello los organismos más expuestos son los humanos. Estos contaminantes incluyen el benceno, los fenoles, y a los

hidrocarburos policíclicos que son muy peligrosos por sus efectos cancerígenos. Los efectos en la salud humana dependen de muchos factores, estos incluyen (Weisman, W. 1998).

- Tipo de hidrocarburo al que se encuentra expuesto
- Tiempo de exposición
- Cantidad de la sustancia química con la que se está en contacto

Efectos al Medio Ambiente:

- Los hidrocarburos interfieren en el intercambio de gases entre el aire y el agua. Esto elimina el abastecimiento de oxígeno para los animales de respiración branquial y obstruye, en muchos casos, la posibilidad de respiración pulmonar de otros animales acuáticos (Weisman, W. 1998).
- Los hidrocarburos se adhieren a sedimentos, allí forman depósitos, los que se van liberando al ambiente lentamente durante mucho tiempo y actúan como fuentes de contaminación por un largo período (Weisman, W. 1998).
- El hidrocarburo vertido sobre la superficie de la mar se extiende inmediatamente, a causa de sus propiedades físicas y químicas (densidad, solubilidad, polaridad, entre otras.), así como las condiciones externas. Los factores climatológicos como la temperatura y la precipitación pluvial también tienen una gran influencia (características del medio). Todas las variables en su conjunto definen el tamaño y la distribución de contaminación en una zona específica.

De esta manera se ha comprobado que 1 m³ de petróleo puede llegar a formar, en hora y media, una mancha de 100 m de diámetro y 0.1 mm de espesor (Wake, 2005).

1.4 Determinación de hidrocarburos totales de petróleo (HTP's)

El estudio de este tipo de contaminaciones puede alcanzar una gran complejidad, determinada ésta por la naturaleza de la contaminación, los métodos de análisis empleados y la manera en que se proceda en la ejecución del estudio; la integración de estos factores determina su alcance, la eficiencia en el uso de los recursos y la ejecución de una intervención adecuada.

Existen diferentes métodos analíticos que permiten estudiar este tipo de contaminación, entre los que se encuentran la cromatografía de gases, métodos de partición gravimétrica y métodos espectroscópicos infrarrojo y ultravioleta. Cada uno de ellos tiene ventajas y limitantes, de las que se pueden señalar, en el caso de los métodos instrumentales, el elevado costo del equipamiento y la necesidad de patrones de alta pureza de los hidrocarburos presentes en la contaminación (Bonert, C., Pinto, L., y Estrada, R. 2005).

La determinación de HTP's por el método de espectroscopía de IR es el procedimiento más empleado en el monitoreo ambiental para determinar contaminación por hidrocarburos en matrices de agua y suelo y para hacer seguimiento a procesos de remediación (Bonert et al., 2005).

El método por espectroscopia infrarroja es ampliamente usado por su versatilidad, sin embargo, éste tiene algunas variables que pueden determinar una baja recuperación o resultados diferentes entre laboratorios. Este método no es técnicamente complejo y permite una cuantificación rápida, al contrario de los métodos por cromatografía de gases que, aunque brindan más información, el tiempo y dificultad que presentan, los limitan para estas aplicaciones (Rincón, N.; López, F.; & Diaz, A., 2007).

El método para determinar en agua, hidrocarburos totales por infrarrojo, se sigue utilizando y tiene aplicaciones importantes para fines de peritaje ambiental y barridos para remediación de derrames de hidrocarburos (Rincón, et al., 2007).

1.5 Espectroscopía

Las interacciones de la radiación con la materia son el tema de la ciencia denominado espectroscopia. Los métodos analíticos espectroscópicos se fundamentan en medir la cantidad de radiación que producen o absorben las especies moleculares o atómicas de interés. Es posible clasificar los métodos espectroscópicos según la región del espectro electromagnético utilizado para la medida. Las regiones del espectro que se han utilizado abarcan los rayos gamma, Rayos X, radiación ultravioleta (UV), radiación infrarroja (IR), microondas y radiofrecuencias (RF), la tabla 1 muestra las unidades de longitud de onda para Rayos X, radiación ultravioleta (UV) y radiación infrarroja (IR), (Brown, 2002).

Tabla 1. Unidades de longitud de onda para algunas regiones del espectro, (Brown, 2002)

Región	Unidad	Definición
Rayos X	Angstrom (Å)	10^{-10} m
Radiación UV/visible	Nanómetro (nm)	10^{-9} m
Radiación infrarroja	Micrómetro o micra (μm)	10^{-6} m

1.5.1 Espectro electromagnético

El espectro electromagnético (figura 2), cubre un intervalo continuo de longitudes de onda y frecuencias, desde las ondas de radio en el extremo de la frecuencia más baja a los rayos gama en el extremo de la frecuencia más alta, el cual se divide arbitrariamente en regiones, con la región familiar visible representada únicamente por una pequeña porción, de 3.8×10^{-7} m a 7.8×10^{-7} m en longitud de onda. La región visible está flanqueada por las regiones infrarroja y ultravioleta (Skoog D., Holler F. y Crouch S. 2008).

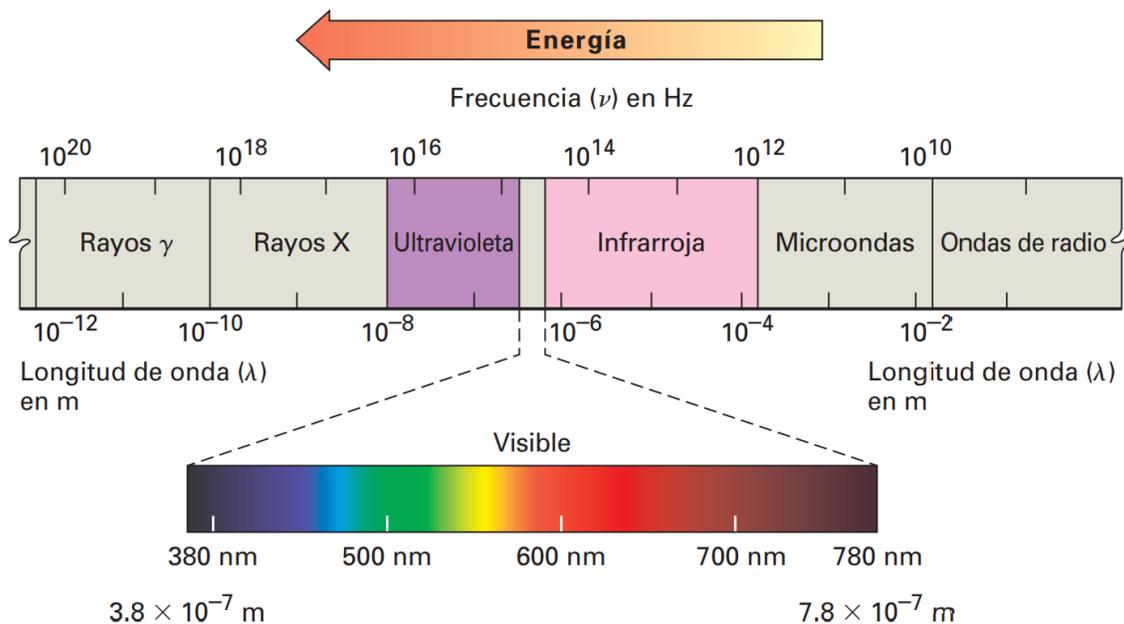


Figura 2. Principales divisiones del Espectro Electromagnético (Skoog et al., 2008)

Con frecuencia se dice que la radiación electromagnética tiene un comportamiento dual. En algunos aspectos, tiene las propiedades de una partícula (llamada fotón), y en otros aspectos se comporta como una onda de energía. Como todas las ondas, la radiación electromagnética se caracteriza por una longitud de onda, una frecuencia y una amplitud. La longitud de onda λ (letra griega lambda), es la distancia de un máximo de onda al siguiente. La frecuencia ν (letra griega nu), es el número de ondas que pasa por un punto fijo por unidad de tiempo, dado por lo regular en segundos recíprocos (s^{-1}), o hertz, Hz ($1 \text{ Hz} = 1 \text{ s}^{-1}$). La amplitud es la altura de la onda, medida desde el punto medio al pico. La intensidad de energía radiante, sea un resplandor débil o una luz cegadora, es proporcional a la raíz de la amplitud de onda (McMurry J. 2008).

1.5.2 Medidas espectroscópicas

Los espectroscopistas emplean la interacción de la radiación con la materia para obtener información sobre las muestras. Habitualmente la muestra se estimula en cierto modo al aplicar energía en la forma de calor, energía eléctrica, luz, partículas o una reacción química. Antes de la aplicación del estímulo, el analito está predominantemente en su estado de energía más bajo, o estado fundamental. Posteriormente, el estímulo hace que alguna especie del analito experimente una transición a un estado de mayor energía o estado excitado. Se obtiene información sobre el analito al medir la radiación electromagnética emitida conforme regresa al estado fundamental o al cuantificar la radiación electromagnética que se absorbe como resultado de la excitación (Browning, 1969).

La espectroscopía de emisión (figura 3) suele abarcar métodos en los que el estímulo es el calor o energía eléctrica, mientras que la espectroscopia de quimioluminiscencia se basa en la excitación del analito con una reacción química. En ambas técnicas, la medida de la energía radiante emitida conforme el analito vuelve al estado fundamental aporta información sobre su identidad y concentración. Los resultados de estas medidas suelen expresarse gráficamente con un espectro, que es una gráfica de la radiación emitida en función de la frecuencia o longitud de onda.

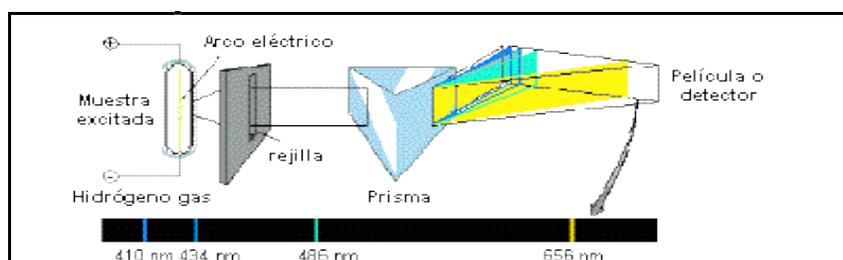


Figura 3. Espectroscopía de emisión (Browning, 1969)

Son varios los procesos posibles cuando se estimula la muestra con la aplicación de una fuente externa de radiación electromagnética. Por ejemplo, puede darse la dispersión o reflexión de la radiación. Lo importante es que una parte de la radiación incidente se puede absorber y por lo tanto estimular una parte de la especie del analito a un estado excitado. En la espectroscopía de absorción (ver figura 4), se mide la cantidad de luz absorbida en función de la longitud de onda, lo que proporciona información cuantitativa y cualitativa sobre la muestra (Browning, 1969).

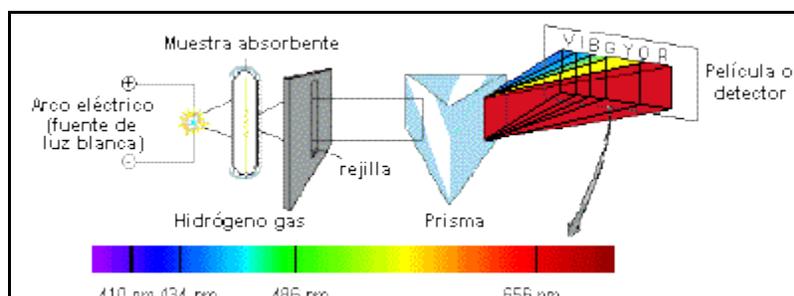


Figura 4. Espectroscopía de absorción (Browning, 1969)

1.5.3 Absorción de la radiación

Cada especie molecular puede absorber sus propias frecuencias características de radiación electromagnética, la radiación de la energía radiante incidente P_0 puede ser absorbida por el analito, lo que produce la transmisión de un haz de menor energía radiante P (a). Para que pueda ocurrir la absorción, la energía del haz incidente debe corresponder a una de las diferencias de energía que se muestran en (b). El espectro de absorción resultante aparece en (c), como se ilustra en la figura 5 (Browning, 1969).

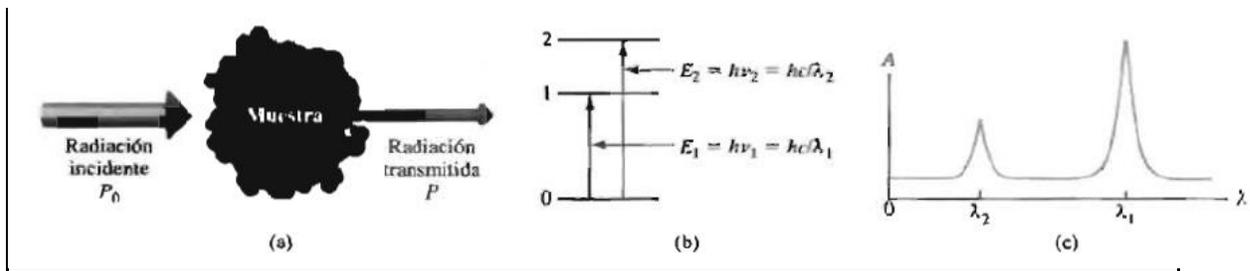


Figura 5. Absorción de la radiación (Browning, 1969)

Este proceso transfiere energía a la molécula y disminuye la intensidad de la radiación electromagnética incidente. Así pues, la absorción de la radiación atenúa el haz en concordancia con la ley de absorción que se describe a continuación.

1.5.4 Proceso de absorción

La ley de absorción, también llamada ley de Beer-Lambert o simplemente ley de Beer, indica cuantitativamente la forma en que el grado de atenuación depende de la concentración de las moléculas absorbentes y de la longitud del trayecto en el que ocurre la absorción. Cuando la luz atraviesa un medio que contiene un analito absorbente,

disminuye su intensidad como consecuencia de la excitación del analito. Cuanto más largo sea el medio por el que pasa la luz (longitud del trayecto de la luz) en el caso de una solución del analito de concentración dada, existirán más moléculas o átomos absorbentes en el trayecto y, por tanto, mayor será la atenuación.

Además, para una longitud de trayecto dada de la luz, cuanto mayor sea la concentración de los átomos o moléculas absorbentes, tanto mayor será la atenuación. En la figura 6 se ilustra la atenuación de un haz paralelo de radiación monocromática a su paso por una solución absorbente con un grosor de b cm y concentración de c mol/L. Debido a las interacciones de los fotones con las partículas absorbentes, la fuerza radiante del haz se reduce de P_0 a P (Browning, 1969).

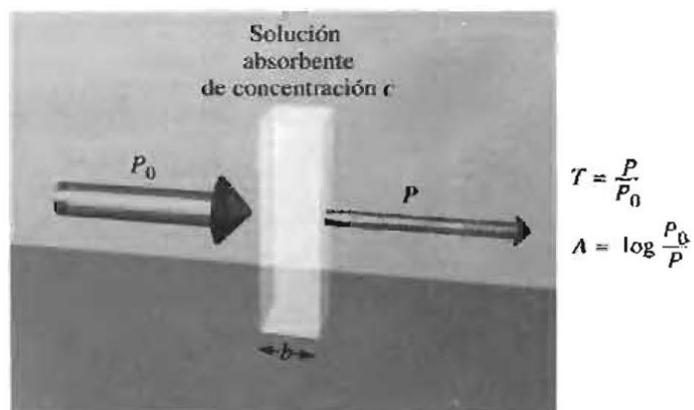


Figura 6. Atenuación de un haz de radiación por una solución absorbente

La transmitancia T de la solución es la fracción de radiación incidente que se trasmite en la solución, como se muestra en la ecuación 1.

$$T = \frac{P}{P_0} \dots\dots\dots \text{Ecuación 1}$$

Es frecuente que se exprese como un porcentaje, denominado porcentaje de transmitancia (ecuación 2) (Browning, 1969).

$$\% T = \frac{P}{P_0} \times 100 \% \dots\dots\dots \text{Ecuación 2}$$

1.5.5 Absorbancia

La absorbancia A de una solución se relaciona con la transmitancia de manera logarítmica, como lo indica la ecuación 3, se observa que se reduce la transmitancia a medida que aumenta la absorbancia de la solución.

$$A = -\log T = \log \frac{P_0}{P} \dots\dots\dots \text{Ecuación 3}$$

Medición de la transmitancia y absorbancia

La solución que se estudia debe mantenerse en algún tipo de recipiente (celda o cubeta), en las paredes de la celda son posibles las pérdidas por reflexión y dispersión, como lo muestra la figura 7, y pueden ser considerables. La luz también puede dispersarse en todas las direcciones desde la superficie de moléculas o partículas grandes (como el polvo) en el disolvente y causar la atenuación adicional del haz a su paso por la solución. Las pérdidas por reflexión son posibles en todos los límites que separan materiales distintos. Por ejemplo, la luz cruza los límites, llamados interfases; aire-vidrio, vidrio-solución, solución-vidrio y vidrio-aire (Browning, 1969).

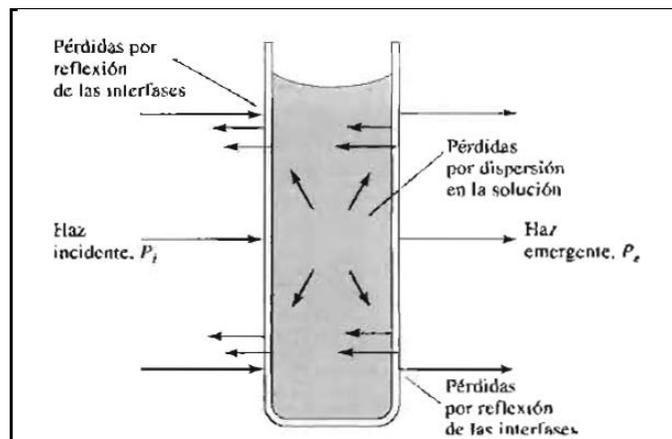


Figura 7. Pérdidas por reflexión y dispersión en una solución contenida en una celda de vidrio típica (Browning, 1969)

La compensación de estos efectos requiere comparar la energía de un haz que se transmite por una celda que contiene la solución del analito con la energía de un haz que cruce una celda idéntica que sólo contenga el disolvente o un blanco. Así, se obtiene una absorbancia experimental, que se aproxima mucho a la absorbancia verdadera de la solución, ecuación 4:

$$A = \log P_0/P \approx \log P_{\text{solvente}}/P_{\text{solución}} \dots\dots \text{Ecuación 4}$$

Los términos P_0 y P se utilizarán en lo sucesivo para referirse a la energía de un haz que ha cruzado celdas que contienen el blanco (solvente) y el analito, respectivamente.

1.5.6 Ley de Beer

Según la ley de Beer, la absorbancia es directamente proporcional a la concentración de la especie absorbente c y a la longitud de trayecto b del medio de absorción, como se expresa en la Ecuación 5:

$$A = \log \frac{P_0}{P} = abc \dots\dots \text{Ecuación 5}$$

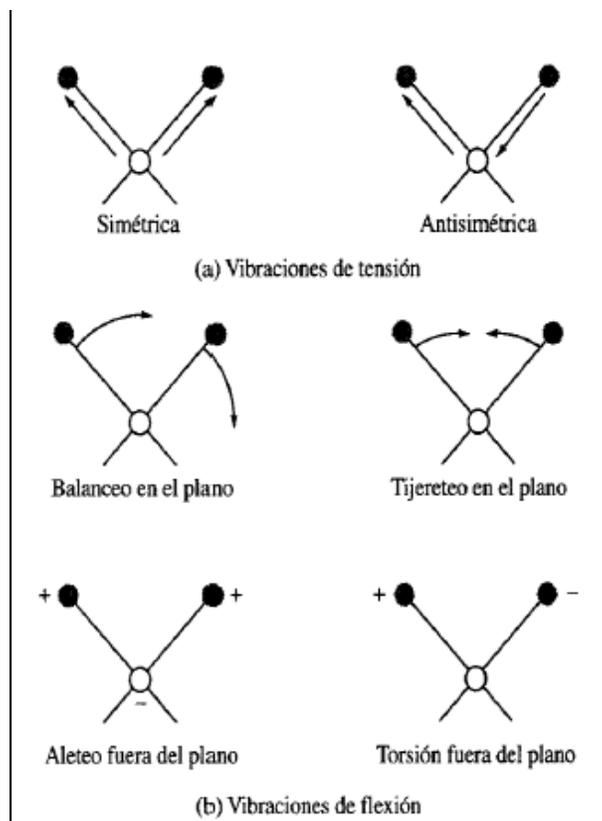
Siendo a una constante de proporcionalidad llamada absorptividad, un coeficiente característico de la sustancia absorbente a cada longitud de onda. Dado que la absorbancia es una cantidad sin unidades la absorptividad debe tener unidades que eliminen a las de b y c .

Cuando la concentración se expresa en moles por litro y la longitud de la celda en centímetros, la absorptividad se llama absorptividad molar, se designa como ϵ y tiene unidades de $\text{L mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$, como se muestra en la ecuación 6.

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c \dots\dots \text{Ecuación 6}$$

1.5.7 Absorción infrarroja

En general, la radiación infrarroja carece de energía suficiente para causar transiciones electrónicas, si bien puede inducir transiciones de los estados vibratorio y rotacional relacionados con el estado electrónico fundamental de la molécula. Para absorber la radiación en el infrarrojo, una molécula debe sufrir un cambio neto en el movimiento de vibración o de rotación, como se ilustra en la figura 8. Sólo en éstas circunstancias, el campo eléctrico alterno de la radiación puede interactuar con la molécula, y provocar cambios en la amplitud de alguno de sus movimientos (Browning, 1969).



Nota: + indica un movimiento del plano de la página hacia el lector;

- indica un movimiento del plano de la página alejándose del lector

Figura 8. Tipos de vibraciones moleculares (Browning, 1969)

1.5.8 Limitaciones de la Ley de Beer

Se encuentran pocas excepciones a la relación lineal entre la absorbancia y la longitud de trayecto a una concentración. En cambio, las desviaciones de la proporcionalidad directa entre la absorbancia medida y la concentración, para b constante, son más frecuentes.

Estas desviaciones son fundamentales y representan limitaciones reales de la ley. Algunas ocurren como una consecuencia de la manera en que las mediciones de absorbancia se hacen, o como un resultado de cambios químicos asociados con cambios en la concentración. Otras ocurren a veces como desviaciones instrumentales (Skoog et al., 2008).

1.6 Espectroscopia de absorción infrarroja

1.6.1 Generalidades

La espectrofotometría infrarroja es una herramienta para identificar compuestos orgánicos e inorgánicos puros porque, con excepción de unas cuantas moléculas homonucleares como: N_2 y Cl_2 las especies moleculares absorben radiación infrarroja. Además, cada especie molecular tiene un espectro de absorción infrarroja característico, con la excepción de las moléculas quirales en estado cristalino. Así, existe una correspondencia exacta entre el espectro de un compuesto de estructura conocida y el espectro de un analito al cual se identifica con claridad (Browning, 1969).

La región del infrarrojo del espectro abarca la radiación con números de onda comprendidos entre 12.800 y 10 cm^{-1} . Tanto desde el punto de vista de las aplicaciones como de la instrumentación, es conveniente

dividir el espectro infrarrojo en tres regiones denominadas cercano, medio y lejano, como se muestra en la tabla 2 (Browning, 1969).

Tabla 2. Regiones del espectro infrarrojo

Región	Intervalo de longitud de onda (λ), μm	Intervalo de número de onda ($\tilde{\nu}$), cm^{-1}	Intervalo de frecuencias (ν), Hz
Cercano	0.78 a 2.5	12.800 a 4.000	$3,8 \times 10^{14}$ a $1,2 \times 10^{14}$
Medio	2.5 a 50	4.000 a 200	$1,2 \times 10^{14}$ a $6,0 \times 10^{12}$
lejano	50 a 1.000	200 a 10	$6,0 \times 10^{12}$ a $3,0 \times 10^{11}$
La más utilizada	2,5 a 15	4.000 a 670	$1,2 \times 10^{14}$ a $2,0 \times 10^{13}$

1.6.2 Aplicaciones cualitativas de la espectrofotometría de infrarrojo

Un espectro de absorción infrarroja, incluso el de un compuesto relativamente sencillo, contiene una gama muy numerosa de bandas bien definidas y mínimos. Las bandas de absorción útiles para la identificación de grupos funcionales se localizan en la región de longitud de onda más corta del infrarrojo (entre 2.5 y 85 μm), donde las posiciones de los máximos de absorción se ven poco afectadas por la estructura de carbono a la que están unidos los grupos. Así, el estudio de esta región del espectro proporciona abundante información sobre la composición global de la molécula investigada. En la tabla 3 se enumeran las posiciones de los máximos de absorción característicos de algunos grupos funcionales comunes (McMurry J. 2008).

La identificación de grupos funcionales pocas veces basta por sí sola para identificar inequívocamente el compuesto; se debe, además, comparar el espectro completo entre 2.5 y 15 μm con el de compuestos conocidos (Skoog et al., 2008).

Tabla 3. Máximos de absorción característicos de algunos grupos funcionales comunes (Skoog et al., 2008)

ALGUNOS PICOS CARACTERÍSTICOS DE ABSORCIÓN EN INFRARROJO			
Grupo funcional		Picos de absorción	
		Número de onda (cm ⁻¹)	Longitud de onda (μm)
O-H	Alifático y aromático	3600-3000	2.8-3.3
NH ₂	También secundario y terciario	3600-3100	2.8-3.2
C-H	Aromático	3150-3000	3.2-3.3
C-H	Alifático	3000-2850	3.3-3.5
ALGUNOS PICOS CARACTERÍSTICOS DE ABSORCIÓN EN INFRARROJO			
C=N	Nitrilo	2400-2200	4.2-4.6
C≡C-	Alquino	2260-2100	4.4-4.8
COOR	Ester	1750-1700	5.7-5.9
COOH	Ácido carboxílico	1740-1670	5.7-6.0
C=O	Aldehídos y cetonas	1740-1660	5.7-6.0
CONH ₂	Amidas	1720-1640	5.8-6.1
C=C-O	Alqueno	1670-1610	6.0-6.2
Φ-O-R	Aromáticos	1300-1180	7.7-8.5
R-O-R	Alifáticos	1160-1060	8.6-9.4

1.6.3 Aplicaciones cuantitativas de la espectrofotometría de infrarrojo

La espectroscopia infrarroja tiene la capacidad para determinar un número elevado de sustancias, ya que casi todas las especies moleculares absorben en la región del infrarrojo. Además, la singularidad del espectro infrarrojo proporciona un grado de especificidad que sólo igualan o mejoran unos pocos métodos analíticos. Esta especificidad tiene aplicación particular en el análisis de mezclas de

compuestos orgánicos relacionados de manera estrecha (McMurry J. 2008).

La proliferación reciente de reglas gubernamentales sobre contaminantes atmosféricos ha requerido el desarrollo de métodos sensibles, rápidos y muy específicos para diversos compuestos químicos. Al parecer, los procedimientos de absorción infrarroja satisfacen esta necesidad mejor que cualquier otra herramienta analítica (McMurry J. 2008).

1.6.4 Características del equipo

La figura 9 muestra el diagrama de un espectrómetro FTIR básico, la radiación de las frecuencias desde la fuente IR se refleja hacia el interferómetro donde se modula por el espejo móvil de la izquierda. La radiación modulada se refleja desde los dos espejos de la derecha a través de la muestra en el compartimiento en la parte inferior. Después de pasar por la muestra, la radiación llega al detector. Un sistema de adquisición de datos acoplado al detector registra la señal y la almacena en la memoria de un computador como un interferograma (Skoog et al. 2008).

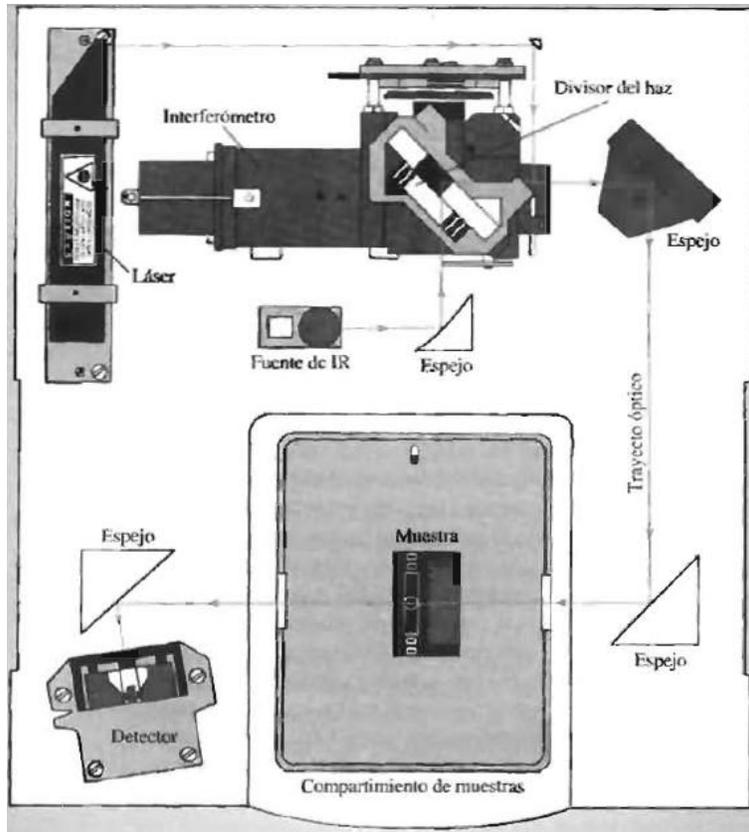


Figura 9. Diagrama de un espectrómetro FTIR básico (Skoog et al. 2008)

La mayoría de los instrumentos de Infrarrojo de Transformada de Fourier que hay en el comercio se basa en el interferómetro de Michelson, como se muestra en la figura 10.

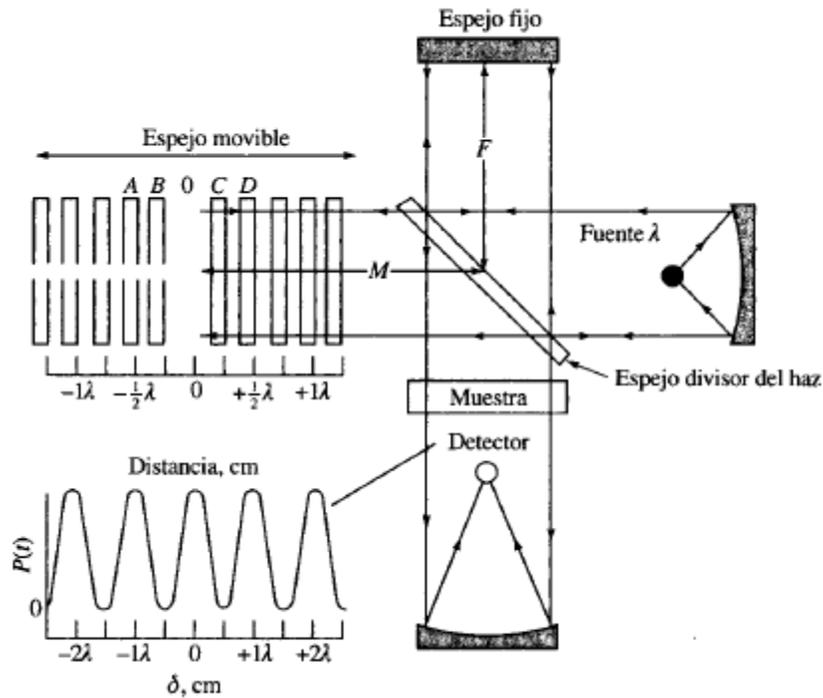


Figura 10. Interferómetro de Michelson (Skoog et al. 2008)

El interferómetro consta de dos interferómetros paralelos, uno para modular la radiación IR de la fuente antes de su paso por la muestra y el segundo para modular la luz roja del láser de He-Ne a fin de proveer una señal de referencia para la adquisición de datos del detector de IR. La salida del detector se digitaliza y se almacena en la memoria del computador del instrumento (Skoog et al., 2008).

El primer paso para producir un espectro IR es recoger y almacenar un interferograma de referencia sin ninguna muestra en la celda. Después, se coloca la muestra en la celda y se obtiene un segundo interferograma, Para calcular los espectros IR de la referencia y de la muestra, se aplica la transformada de Fourier a los dos interferogramas. Para generar el espectro IR del analito, se calcula la relación de estos dos espectros (Skoog et al. 2008).

1.6.5 Ventajas de los espectrómetros de transformada de Fourier

Los instrumentos de transformada de Fourier en la mayor parte del intervalo espectral Infrarrojo medio, presentan una relación señal-ruido mejor que la de los instrumentos dispersivos de buena calidad en más de un orden de magnitud. La relación señal-ruido mejorada puede intercambiarse por un barrido rápido, pudiéndose obtener, en la mayoría de los casos, buenos espectros en pocos segundos. Los instrumentos interferométricos también se caracterizan por sus altas resoluciones ($< 0.1 \text{ cm}^{-1}$) y por sus determinaciones más exactas y de frecuencia reproducible. Esta última propiedad es útil para cuando se restan los espectros para las correcciones del fondo (Skoog et al., 2008).

Una ventaja teórica de los instrumentos de FTIR es que sus piezas ópticas proporcionan un rendimiento energético mucho mayor de uno o de dos órdenes en magnitud, que los instrumentos dispersivos, en los cuales el rendimiento está limitado por la necesidad de usar rendijas angostas. Sin embargo, esta ganancia potencial se compensa en forma parcial por la sensibilidad menor de los detectores de respuesta rápida que se requieren para las medidas interferométricas. Por último, se debe subrayar que el interferómetro decrece el problema de la radiación parásita porque, de hecho, cada frecuencia del infrarrojo se divide a una frecuencia diferente (Skoog et al., 2008).

1.6.6 Aplicaciones de la espectrometría de infrarrojo

La moderna espectrometría en el infrarrojo es una herramienta versátil que se aplica a la determinación cualitativa y cuantitativa de especies moleculares de todo tipo. Las aplicaciones de la espectrometría en el infrarrojo se dividen en tres grandes categorías relacionadas con las tres

regiones espectrales del infrarrojo. En la tabla 4, se muestra una lista de aplicaciones de la espectrometría del infrarrojo (Browning, 1969).

Tabla 4. Aplicaciones de la espectrometría de infrarrojo

Regiones espectrales	Tipo de medida	Tipo de análisis	Tipo de muestras
Infrarrojo cercano	Reflectancia difusa	Cuantitativa	Materiales comerciales sólidos o líquidos
	Absorción	Cuantitativa	Mezclas gaseosas
Infrarrojo medio	Absorción	cualitativa	Compuestos sólidos, líquidos o gaseosos puros
		Cuantitativa	Mezclas complejas de gases líquidos y sólidos
	Cromatográfico	Mezclas complejas de gases líquidos y sólidos	
	Reflectancia	Cualitativa	Compuestos sólidos puros o líquidos
	Emisión	Cuantitativa	Muestras atmosféricas
Infrarrojo lejano	Absorción	Cualitativa	Especies inorgánicas puras u organometálicas

CAPÍTULO 2 NORMATIVIDAD VIGENTE APLICABLE Y FUNDAMENTO TEÓRICO DE LAS TÉCNICAS ANALÍTICAS UTILIZADAS PARA LA CARACTERIZACIÓN DE AGUA CONGÉNITA

2.1 Normatividad vigente aplicable a agua congénita

Debido a los grandes daños que se han venido ocasionando por derrames y accidentes con residuos peligrosos se han emitido diferentes leyes y normatividad que deben ser cumplidas para que estos puedan ser dispuestos con la finalidad de aminorar los daños ambientales y a la salud. La normatividad vigente es la que se menciona a continuación:

- **NOM-143-SEMARNAT-2003** Que establece las especificaciones ambientales para el manejo de agua congénita asociada a hidrocarburos.

Indica que el agua congénita deberá ser caracterizada bajo los parámetros establecidos en la NOM-001-SEMARNAT-1996, así como la determinación de hidrocarburos totales del petróleo y sales disueltas.

Referencias:

- **NOM-001-SEMARNAT-1996** Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas residuales en aguas y bienes nacionales.

Lista de normas mexicanas, asociadas a la caracterización para este tipo de agua:

- ✓ NMX-AA-004-SCFI-2013. Análisis de agua. Medición de sólidos sedimentables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Método de prueba.

- ✓ NMX-AA-005-SCFI-2013. Análisis de agua. Medición de grasas y aceites recuperables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Método de prueba.
- ✓ NMX-AA-007-SCFI-2013. Análisis de agua. Medición de la temperatura en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Método de prueba.
- ✓ NMX-AA-008-SCFI-2016. Análisis de agua. Medición del pH en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Método de prueba.
- ✓ NMX-AA-028-SCFI-2001. Análisis de agua. Determinación de la Demanda Bioquímica de Oxígeno en agua naturales, residuales (DBO₅) y residuales tratadas. Método de prueba.
- ✓ NMX-AA-029-SCFI-2001. Análisis de agua. Determinación de fosforo total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Método de prueba.
- ✓ NMX-AA-051-SCFI-2016. Análisis de agua. Medición de metales por absorción atómica en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas. Método de prueba.

Parámetros:

- ✓ NMX-AA-117-SCFI-2001. Análisis de agua. Determinación de Hidrocarburos Totales de Petróleo (HTP`s) en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas. Método de prueba.

- ✓ NMX-AA-034-SCFI-2015. Análisis de agua. Medición de sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Método de prueba.

En la tabla 5 se listan los parámetros y los límites máximos permisibles (LMP) de los diferentes parámetros que se deben aplicar a la NOM-143-SEMARNAT-2003 y a la NOM-001-SEMARNAT-1996.

Tabla 5. Límites máximos permisibles, NOM-143-SEMARNAT-2003 y NOM-001-SEMARNAT-1996

LÍMITES MÁXIMOS PERMISIBLES	
De acuerdo a la NOM-143-SEMARNAT-2003, en aguas costeras y zonas marinas	
Parámetro	LMP
Hidrocarburos totales del petróleo	40 mg/l
Sólidos disueltos totales (SDT)	32,000 mg/l
De acuerdo a la NOM-001-SEMARNAT-1996, en aguas costeras	
Parámetro	LMP
Temperatura	40 °C
pH	El rango permisible es de 5 a 10 unidades
Grasas y Aceites	15 mg/L
Fósforo	NA
Sólidos Sedimentables	1ml/L
SST	150 mg/L
DBO ₅	150 mg/L
Arsénico	0.1 mg/L
Cadmio	0.1 mg/L
Cobre	4 mg/L
Cromo	0.5 mg/L
Mercurio	0.01 mg/L
Níquel	2 mg/L
Plomo	0.2 mg/L
Zinc	10 mg/L

NA= No aplica

2.2 Fundamento teórico de las técnicas analíticas utilizadas para la caracterización de agua congénita

2.2.1 Sólidos sedimentables

Norma Mexicana NMX-AA-004-SCFI-2013. Medición de sólidos sedimentables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

La materia sedimentable se define como la cantidad de sólidos que en un tiempo determinado se depositan en el fondo de un recipiente en condiciones estáticas.

2.2.2 Grasas y aceites

Norma Mexicana NMX-AA-005-SCFI-2013. Medición de grasas y aceites recuperables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

Este método permite una estimación del contenido de grasas y aceites al determinar gravimétricamente las sustancias que son extraídas con hexano de una muestra acuosa acidificada. La medición de grasas y aceites es indicativa del grado de contaminación del agua por usos industriales y humanos.

En la medición de grasas y aceites no se mide una sustancia específica sino un grupo de sustancias con unas mismas características fisicoquímicas (solubilidad). Entonces la determinación de grasas y aceites incluye ácidos grasos, jabones, grasas, ceras, hidrocarburos, aceites y cualquier otra sustancia susceptible de ser extraída con hexano.

Este método se basa en la adsorción de grasas y aceites en tierra de diatomeas, los cuales son extraídos en un equipo de extracción por recirculación empleando hexano como disolvente. Una vez terminada la extracción se evapora el hexano y se pesa el residuo que ha quedado en el recipiente; siendo este valor el contenido de grasas y aceites.

2.2.3 Temperatura

Norma Mexicana NMX-AA-007-SCFI-2013. Medición de la temperatura en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

La temperatura termodinámica, también denominada temperatura absoluta, es una de las magnitudes fundamentales que definen el Sistema Internacional de Unidades (SI) y cuya unidad es el grado kelvin simbolizado como K. Esta unidad se utiliza tanto para expresar valores de temperatura termodinámica como intervalos de temperatura.

Es usual expresar la temperatura con base en la escala Celsius (°C), definida con relación a la temperatura termodinámica por:

$$t (^{\circ}\text{Celsius}) = T (\text{kelvin}) - 273,15 \text{ K}$$

El grado Celsius es una unidad de temperatura de magnitud idéntica al grado kelvin. Sobre la escala Celsius, la temperatura de fusión del agua pura a la presión de 101,325 kPa, es igual a 0 °C y la ebullición del agua, a la misma presión, es igual a 100 °C.

Las temperaturas elevadas en el agua son indicadores de actividad biológica, química y física en el agua, lo anterior tiene influencia en los tratamientos y abastecimientos para el agua, así como en la evaluación limnológica de un cuerpo de agua, por lo que es necesario medir la temperatura como un indicador de la presencia de compuestos y contaminantes en el agua.

El valor de temperatura es un criterio de calidad del agua para la protección de la vida acuática y para las fuentes de abastecimiento de agua potable, es también un parámetro establecido como límite máximo permitido en las descargas de aguas residuales y una especificación de importancia en los cálculos de balance de energía y de calor de los procesos industriales.

El principio se basa en las propiedades de la materia de dilatarse o contraerse con los cambios de temperatura o a propiedades eléctricas y físicas de los materiales con los que se realizará la medición; estas propiedades son siempre las mismas para una temperatura dada lo que permite graduar los instrumentos de medición.

2.2.4 pH

Norma Mexicana NMX-AA-008-SCFI-2016. Medición del pH en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

La medición del pH del agua es muy importante para muchos tipos de muestra, los valores altos y bajos de pH son tóxicos para organismos acuáticos, ya sea directamente o indirectamente. Es el parámetro más importante utilizado en la evaluación de las propiedades corrosivas de un medio ambiente acuático.

Los métodos electrométricos están basados en la medición de la diferencia de potencial de una celda electroquímica, la cual consta de dos medias celdas, la primera consiste en un electrodo de medición y la segunda en un electrodo de referencia. El potencial del electrodo de medición es una función de la actividad del ion hidrógeno de la disolución de medición.

La medición del valor de pH está basada en la diferencia de potencial de una celda electroquímica empleando un pHmetro adecuado, en el intervalo de pH 0 a pH 14 y en un intervalo de temperatura de 0 °C a 50 °C.

2.2.5 Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO₅)

Norma Mexicana NMX-AA-028-SCFI-2001. Determinación de la demanda bioquímica de oxígeno en aguas naturales, residuales (DBO₅) y residuales tratadas

La demanda bioquímica de oxígeno DBO₅ es una estimación de la cantidad de oxígeno que requiere una población microbiana heterogénea para oxidar la materia orgánica de una muestra de agua en un periodo de 5 días. El método se basa en medir el oxígeno consumido por una población microbiana en condiciones en las que se ha inhibido los procesos fotosintéticos de producción de oxígeno en condiciones que favorecen el desarrollo de los microorganismos.

El método se basa en medir la cantidad de oxígeno que requieren los microorganismos para efectuar la oxidación de la materia orgánica presente en aguas naturales y residuales y se determina por la diferencia entre el oxígeno disuelto inicial y el oxígeno disuelto al cabo de cinco días de incubación a 20°C. Para la determinación de oxígeno disuelto (OD) se puede emplear cualquiera de los dos métodos establecidos en la norma mexicana NMX-AA-012-SCFI-2001.

2.2.6 Fosforo total

Norma Mexicana NMX-AA-029-SCFI-2001. Determinación de fosforo total

El fósforo generalmente se encuentra en aguas naturales, residuales y residuales tratadas como fosfatos. Éstos se clasifican como ortofosfatos, fosfatos condensados y compuestos órganofosfatados. Estas formas de fosfatos provienen de una gran cantidad de fuentes, tales como productos de limpieza, fertilizantes, procesos biológicos, etc.

El fósforo es un nutriente esencial para el crecimiento de organismos, por lo que la descarga de fosfatos en cuerpos de aguas puede estimular el crecimiento de macro y microorganismos fotosintéticos en cantidades nocivas.

Método ácido vanadomolibdofosfórico

En una disolución diluida de ortofosfatos, el molibdato de amonio reacciona en condiciones ácidas con el vanadato para formar un heteropoliácido, ácido vanadomolibdofosfórico. En la presencia de vanadio, se forma ácido vanadomolibdofosfórico de color amarillo. La longitud de onda a la cual la intensidad del color es medida depende de la detección requerida. La intensidad del color amarillo es directamente proporcional a la concentración de fosfato.

2.2.7 Sólidos y sales disueltas

Norma Mexicana NMX-AA-034-SCFI-2015. Medición de sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y residuales de prueba

Todas las aguas contienen sustancias disueltas en cantidades variables que dependen de su origen. El agua puede contener varios tipos de sólidos, entre ellos, sólidos disueltos y los sólidos suspendidos.

Los sólidos y sales disueltas pueden afectar adversamente la calidad de un cuerpo de agua, un efluente o un proceso de varias formas, en plantas potabilizadoras, por ejemplo, el análisis de sólidos disueltos es importante como indicador de la efectividad de procesos de tratamiento del agua.

El principio de este método se basa en la medición cuantitativa de los sólidos disueltos, así como la cantidad de materia orgánica contenidos en aguas naturales, residuales y residuales tratadas, mediante la evaporación y calcinación de la muestra filtrada o no, en su caso, a temperaturas específicas, en donde los residuos son pesados y sirven de base para el cálculo del contenido de estos.

- **Sólidos Suspendidos Totales (SST):** Es el material constituido por los sólidos sedimentables, los sólidos suspendidos y coloidales que son retenidos por un filtro de fibra de vidrio con poro de 1,5 μm secado y llevado a masa constante a una temperatura de $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- **Sólidos Totales (ST):** Es el residuo que permanece en una cápsula después de evaporar y secar una muestra a una temperatura de $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

2.2.8 Hidrocarburos totales de petróleo

Norma Mexicana NMX-AA-117-SCFI-2001. Determinación de hidrocarburos totales de petróleo (HTP`s) en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas

El método se basa en la extracción de los compuestos orgánicos no polares de la muestra, principalmente hidrocarburos de origen del petróleo por su afinidad al tetracloruro de carbono. Los hidrocarburos disueltos en el tetracloruro de carbono se determinan cuantitativamente por comparación de la absorbancia leída a un número de onda de 2930 cm^{-1} (correspondiente a la región media infrarroja del espectro electromagnético), con una curva de calibración preparada con tres tipos de hidrocarburos.

Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR)

Esta técnica proporciona un espectro de reflexión de las bandas de los grupos funcionales de las sustancias inorgánicas y orgánicas, por lo cual es posible realizar una identificación de los materiales. El equipo de infrarrojo, permite el análisis directo de la superficie del objeto de estudio.

2.2.9 Metales pesados

Norma Mexicana NMX-AA-051-SCFI-2016. Medición de metales por absorción atómica en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas.

Los efectos de los metales que se encuentran en las aguas naturales, potables y residuales sobre la salud humana, pueden ir desde el intervalo de benéficos, causantes de problemas hasta tóxicos, esto es

dependiendo de su concentración, por lo que su cuantificación en cuerpos de agua es importante. Algunos metales son esenciales, otros pueden afectar adversamente a los consumidores de agua, sistemas de tratamiento de aguas residuales y cuerpos receptores de agua.

El método para la medición de metales por espectrofotometría de absorción atómica en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas se basa en la generación de átomos en estado basal y en la medición de la cantidad de energía absorbida por éstos, la cual es directamente proporcional a la concentración de ese elemento en la muestra analizada.

Se emplea un equipo capaz de generar átomos en estado basal de acuerdo a un sistema de alta temperatura (flama y horno de grafito) o una reacción química (generador de hidruros o vapor frío) para atomizar la muestra y lograr la absorción de energía por parte de los átomos generados.

CAPÍTULO 3 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

3.1 Muestra de estudio: M 198

La muestra M 198, proviene de la Central de Almacenamiento y Bombeo (CAB), del Activo de Producción Poza Rica- Altamira (APPRA), con fecha de muestreo en mayo del 2015 y preservada a temperatura de 4°C. En la figura 11 se observa la apariencia de la muestra en sus condiciones de ingreso al laboratorio.



Figura 11. Muestra M 198

3.2 Caracterización de agua congénita (M 198)

3.2.1 Temperatura

Este parámetro debe determinarse en campo, para el análisis se llevó a cabo en laboratorio.

3.2.1.1 Procedimiento

La medición se realizó directamente en el cuerpo de la muestra M 198, en un volumen de muestra de 200 mL, con un termómetro de mercurio en vidrio (ver figura 12). Se sumergió el termómetro de mercurio, en posición centrada en el recipiente, se esperó el tiempo suficiente hasta que la lectura del termómetro se estabilizara. Las lecturas se realizaron por triplicado, enjuagando con agua destilada el termómetro para cada medición.



Figura 12. Termómetro de mercurio en vidrio

3.2.1.2 Cálculos

Las lecturas se obtuvieron directamente de la escala del termómetro, se calculó el promedio de las tres lecturas expresadas en grados Celsius ($^{\circ}\text{C}$).

3.2.2 pH

3.2.2.1 Procedimiento

Medidor HANNA 4522

- a) Se conectó el instrumento desde el interruptor situado en el panel posterior del instrumento.

- b) Se colocó el electrodo de pH y el sensor de temperatura, y se esperó hasta que el instrumento finalizará el proceso de inicialización.
- c) La calibración del medidor Hanna HI 4522 para medir pH, se llevó a cabo utilizando disoluciones amortiguadoras estándar EC009, EC010, EC011, con valores certificados de pH 4, 7 y 10 (figura13). Las soluciones buffer eran almacenadas en recipientes limpios y en refrigeración.



Figura 13. Disoluciones amortiguadoras estándar y medidor Hanna

- i. Para calibrar el instrumento se seleccionó la opción **CAL**.
 - ii. Se retiró la tapa protectora y enjuagó el electrodo con agua destilada.
 - iii. El equipo pedía en la pantalla la solución estándar de 7, se sumergió el electrodo en la solución y la sonda de temperatura, se esperó a que la lectura fuera estable.
 - iv. Se siguió el mismo procedimiento con las soluciones 4 y 10, enjuagando con agua destilada antes de introducir el electrodo en las soluciones.
- d) Para realizar la medición de pH de la muestra se retiró la tapa protectora del electrodo y se sumergió la punta del electrodo y el

sensor de temperatura, se esperó hasta que se estabilizara y se leyó el pH.

- e) Las lecturas se realizaron por triplicado, enjuagando con agua destilada el electrodo para cada medición.

3.2.2.2 Cálculos

Se calculó el promedio de las tres lecturas.

3.2.3 Grasas y aceites

3.2.3.1 Procedimiento

La determinación de grasas y aceites se realizó por duplicado de la muestra M 198.

- a) Se tomaron volúmenes de 1 litro de la muestra M 198.
- b) Se filtró al vacío 100 mL de la suspensión de tierra de diatomeas-sílice sobre un filtro de fibra de vidrio y se lavó con 100 mL de agua destilada y después se transfirió la muestra acidificada aplicando vacío.
- c) Con ayuda unas pinzas, se transfirió el material filtrante a un cartucho de extracción, se limpiaron las paredes internas del embudo y el frasco contenedor de la muestra con un trozo de algodón impregnado de hexano, el cual también se introdujo en el cartucho.
- d) En los matraces que ya estaban a peso constante se colocó hexano y se preparó el equipo Soxhlet (figura 14) una vez colocado el equipo se encendió la parrilla de calentamiento y se controló la temperatura hasta alcanzar 1 ciclo/3 min durante 4 h.

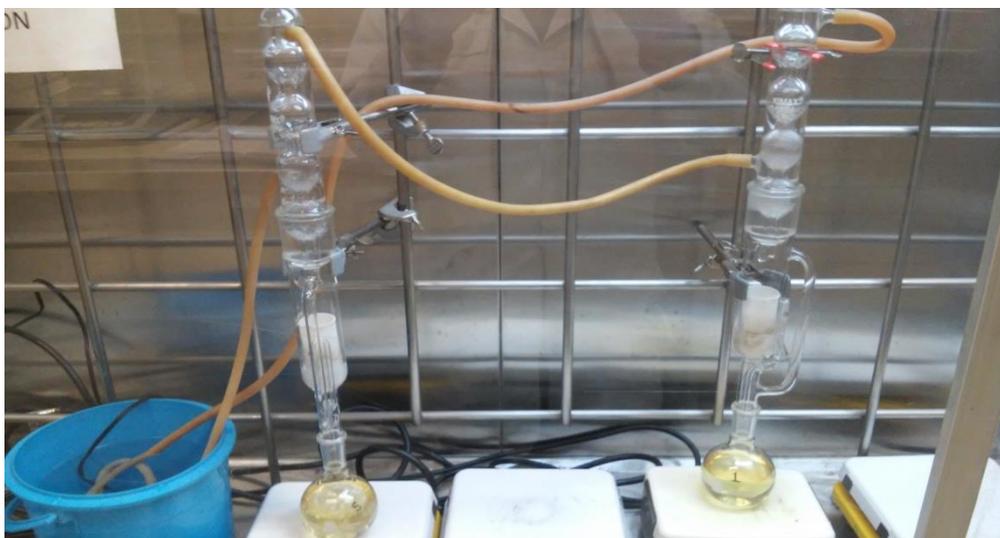


Figura 14. Equipo Soxhlet

e) Al término de la extracción se recuperó el hexano utilizando una trampa. El matraz con el producto final se llevó a 105 °C en una estufa y después a un desecador hasta alcanzar peso constante (figura 15).



Figura 15. Matraces a peso constante con muestra M 198

3.2.3.2 Cálculos

Se calcularon las grasas y aceites recuperables (G y A) en la muestra usando la siguiente ecuación:

$$G \text{ y } A \text{ (mg/L)} = (mf - mi) / Vm$$

Donde:

mf: es la masa del recipiente de extracción con el residuo en mg

mi: es el valor de la masa constante del recipiente de extracción vacío en mg

Vm: es el volumen de la muestra, en litros.

3.2.4 Fosforo total

La determinación se realizó por el método ácido vanadomolibdofosfórico

3.2.4.1 Procedimiento

Se prepararon las siguientes disoluciones.

- ✓ **Disolución madre de fosfato.** Se pesó 219.5 mg de fosfato monobásico de potasio anhidro previamente secado a 105 °C durante dos horas y se aforó con agua a 1 L; teniendo: 1.0 mL = 50,0 µg de P como PO₄³⁻.
- ✓ **Disolución de ácido fuerte.** Se agregó cuidadosamente 300 mL de ácido sulfúrico concentrado a aproximadamente 600 mL de agua, se dejó enfriar y se agregó 4 mL de ácido nítrico concentrado y aforó a 1 L con agua.
- ✓ **Ácido clorhídrico (1:1).** Se agregó cuidadosamente 100 mL de ácido clorhídrico concentrado a 100 mL de agua.
- ✓ **Disolución A.** Se pesó 25 g de heptamolibdato de amonio, y se diluyó en 300 mL de agua.
- ✓ **Disolución B.** Se pesó 1.25 g de metavanadato de amonio y se diluyó en 300 mL de agua destilada, calentando hasta ebullición.

Se dejó enfriar y añadió 330 mL de ácido clorhídrico concentrado, dejando enfriar a temperatura ambiente.

- ✓ **Disolución reactivo vanado-molibdato.** Se adicionó la disolución A a la disolución B, se mezcló y aforó a 1 L.
- ✓ **Disolución de hidróxido de sodio (1 N).** Se pesó 40 g de hidróxido de sodio y diluyó con 500 mL de agua, agitando y dejando enfriar, hasta que el volumen final se fue de 1 L.

Curva de calibración:

La curva se realizó tomando alícuotas a partir de la disolución madre y fueron leídas una longitud de 420 nm en un fotospectrómetro. En la tabla 6 se muestra la absorbancia obtenida en el intervalo de concentración de 1 a 8 mg de P/L.

Tabla 6. Valores de absorbancia a concentración de 1 a 8 mg de P/L

Concentración mg/L	Absorbancia
0	0.0
2	0.175
3	0.266
4	0.355
5	0.448
6	0.548
7	0.63
8	0.717

Se realizó la curva de calibración graficando la concentración de 1 a 10 mg de P/L vs la absorbancia, obteniendo la ecuación de la recta y $R^2=0.9997$, como se muestra en la figura 16.

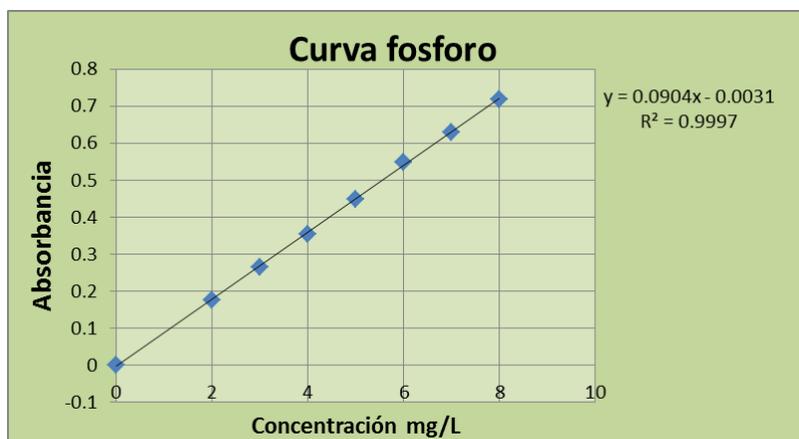


Figura 16. Curva de calibración para Fosforo

Digestión de la muestra

Se hizo una dilución a la muestra por triplicado (1:2) tomando 25 mL de la muestra y aforando a 50 mL con agua destilada, se agregó 1 gota de fenolftaleína presentando un color rojo por lo cual se adiciono una gota de H₂SO₄ concentrado para eliminar el color rojo se agregó 1mL de la disolución de ácido fuerte (preparada anteriormente) y 0.4004 g de persulfato de amonio.

Se calentaron las muestras por un periodo de 1:20 h, se dejaron enfriar y se agregaron dos gotas de fenolftaleína y la solución de NaOH 1 N hasta que las muestras quedaron con un color rosa pálido, una vez obtenido este color se aforó en un matraz de 50 mL con agua destilada, para la remoción del color se agregaron a las muestras 2 g de carbón activado y después se filtraron las muestras al vacío, para desarrollar el color de las muestras se agregó 10 mL de disolución de Vanado-Molibdato y se aforaron en un matraz de 50 mL con agua destilada. Una vez aforadas las muestras se leyeron a una longitud de 420 nm, por triplicado y sacando un promedio de los valores. Para el cálculo la concentración se utilizó la curva de calibración antes citada.

3.2.3.2 Cálculos

Se calculó la concentración por medio de la ecuación obtenida de la curva de calibración:

$$y = 0.0904x - 0.0031$$

Donde:

y: es la absorbancia

x: es la concentración (mg P/L)

3.2.5 Sólidos sedimentables

3.2.5.1 Procedimiento

Se mezcló la muestra a fin de asegurar su distribución homogénea de sólidos suspendidos a través de todo el cuerpo del líquido. La muestra se encontraba en refrigeración por lo cual se esperó a que llegara a temperatura ambiente. El experimento se realizó por duplicado, colocando las muestras en los conos Imhoff (figura 17) con capacidad de 1 L a una temperatura de 22 °C. Se dejó sedimentar 45 minutos, transcurrido ese tiempo se agitaron las paredes para desprender los sólidos adheridos en las paredes y se dejó sedimentar durante otros 15 minutos.

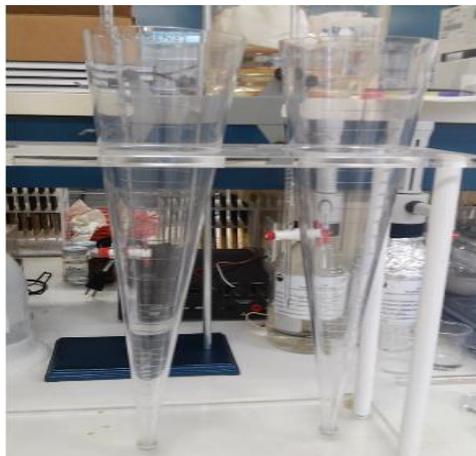


Figura 17. Conos Imhoff

3.2.5.2 Cálculos

Se tomó directamente la lectura de sólidos sedimentables del cono Imhoff, en mL/L.

3.2.6. Demanda bioquímica de oxígeno (DBO_5)

3.2.6.1 Procedimiento

Se prepararon las siguientes disoluciones.

- ✓ **Disolución amortiguadora de fosfato.** Se pesó 8.5 g de fosfato monobásico de potasio, 21.75 g de fosfato dibásico de potasio, 33.4 g de fosfato dibásico de sodio heptahidratado y 1.7 g de cloruro de amonio, se disolvió en 500 mL de agua y aforó a 1 L.
- ✓ **Disolución de sulfato de magnesio.** Se pesó 22.5 g de sulfato de magnesio heptahidratado, se disolvió en agua y aforó a 1 L.
- ✓ **Disolución de cloruro de calcio.** Se pesó 27.5 g de cloruro de calcio anhidro, se disolvió en agua y aforó a 1 L.
- ✓ **Disolución de cloruro férrico.** Se pesó 0.25 g de cloruro férrico hexahidratado, se disolvió en agua y aforó 1 L.
- ✓ **Disolución de ácido sulfúrico (0.1 N).** Se agregó 2.8 mL de ácido sulfúrico concentrado a 500 mL de agua, se mezcló y aforó hasta 1 L.
- ✓ **Disolución de hidróxido de sodio (0.1 N).** se pesó aproximadamente 4.0 g de hidróxido de sodio, disolver en agua y diluir a 1 L.

- ✓ **Disolución de sulfito de sodio.** Se pesó 1.575 g de sulfito de sodio, se disolvió en agua y aforo a 1 L.
- ✓ **Disolución patrón de glucosa-ácido glutámico.** Se secó glucosa y ácido glutámico a 103 °C durante una hora. Se pesó 150 mg de glucosa y 150 mg de ácido glutámico, se diluyó en agua y aforó a 1 L. Esta disolución tiene una DBO₅ de 198 mg/L.
- ✓ **Disolución de cloruro de amonio.** Se pesó 1.15 g de cloruro de amonio y disolvió en 500 mL de agua, se ajustó el pH a 7.2 con disolución de hidróxido de sodio preparada anteriormente y se aforó a 1 L. La disolución contiene 0.3 mg N/mL.

- **Preparación de agua para dilución**

Se colocó 5 litros de agua en un frasco y se añadió por cada litro de agua 1 mL de cada una de las siguientes disoluciones: disolución de sulfato de magnesio, disolución de cloruro de calcio, disolución de cloruro férrico y disolución amortiguadora de fosfatos.

Antes de usar el agua de dilución se dejó a una temperatura aproximada de 20 °C. Se saturó con oxígeno aireando con aire filtrado, libre de materia orgánica durante 1 h.

- **Determinación del OD inicial: método yodométrico**

La determinación del OD inicial se realiza por medio del método yodométrico de azida modificado, de acuerdo a lo establecido en la norma mexicana NMX-AA-012-SCFI-2001.

REACTIVOS

- ✓ **Disolución de sulfato manganoso.** Se disolvió en agua 480 g de sulfato manganoso, se filtró y aforó a 1 L.

- ✓ **Disolución alcalina de yoduro-azida de sodio.** Se disolvió en agua 500 g de hidróxido de sodio, 700 g de hidróxido de potasio y 150 g de yoduro de potasio, se aforó a 1 L con agua destilada. A esta disolución se le agregó 10 g de azida de sodio disueltos en 40 mL de agua.

- ✓ **Disolución indicadora de almidón.** Se disolvió en 1 L de agua destilada caliente, 20 g de almidón soluble y 2 g de ácido salicílico como conservador.

- ✓ **Disolución estándar de tiosulfato de sodio (aprox. 0.025M).** Se pesó 6.2 g de tiosulfato de sodio y disolvió en agua destilada y aforó a un litro, se agregó un gramo de hidróxido de sodio en lentejas.

- ✓ **Disolución de biyodato de potasio (0.002 1 M).** Se pesó aproximadamente 812.4 mg de biyodato de potasio y aforó a 1 L con agua destilada.

- ✓ **Disolución de dicromato de potasio (0.025 N).** Se pesó 1.226 g de dicromato de potasio previamente secado a 105 °C durante 2 h y aforó a 1 L con agua destilada.

- ✓ **Disolución de ácido sulfúrico 0.10 N.** Se agregó lentamente y con agitación 2.8 mL de ácido sulfúrico concentrado a un volumen

aproximado de 500 mL de agua destilada, se mezcló y aforó a 1 L de agua destilada.

- ✓ **Disolución de hidróxido de sodio 0.1 N.** Se pesó 4 g de lentejas de hidróxido de sodio y aforó a 1 L.

Determinación de OD

- Para fijar el oxígeno, se adicionó a la botella tipo Winkler que contiene la muestra (300 mL), 2 mL de sulfato manganoso.
- Se agregó 2 mL de la disolución alcalina de yoduro-azida.
- Se tapó la botella tipo Winkler, agitó vigorosamente y dejó sedimentar el precipitado.
- Se añadió 2 mL de ácido sulfúrico concentrado, se tapó y mezcló por inversión hasta completa disolución del precipitado.
- Se tituló 100 mL de la muestra con la disolución estándar de tiosulfato de sodio 0.025 M agregando el almidón hasta el final de la titulación, cuando se alcanzó un color amarillo pálido.

Cálculos

Método yodométrico

$$\text{OD mg/L} = (\text{M} \times \text{mL de Tiosulfato} \times 8 \times 1\,000) / 98.7$$

Donde:

M: es la molaridad de tiosulfato

8: son los gramos/ equivalente de oxígeno

98.7: es el volumen corregido por el desplazamiento de los reactivos agregados a la botella tipo Winkler.

Los resultados en mg/L de OD con la precisión correspondiente.

Blanco del agua de dilución. Se empleó un blanco del agua de dilución como un control aproximado de la calidad del agua de dilución no sembrada y de la limpieza de los frascos de incubación. El consumo de OD no fue mayor de 0.2 mg/L como lo indica la norma.

Incubación

Se incubaron a 20 °C ± 1 °C las botellas de DBO₅ que contenían la muestra con las diluciones, los controles de siembra, los blancos de agua de dilución y el control de glucosa-ácido glutámico. Se verificó diariamente que el sello hidráulico estuviera intacto en cada botella incubada, y se agregó agua cuando fue necesario.

Determinación del OD final

Después de 5 días de incubación se determinó el OD en las diluciones de la muestra, en los controles y en los blancos.

3.2.6.2 Cálculos

$$DBO_5(mg / L) = (OD_i \text{ mg / L} - OD_s \text{ mg / L}) - \frac{C_1(B_1 - B_2)(V_t)}{C_2(V_m)}$$

Donde:

B₁: es el OD del inóculo antes de la incubación, en mg/L

B₂: es el OD del inóculo después de la incubación, en mg/L

C₁: es el volumen de inóculo en la muestra

C₂: es el volumen de inóculo en el inóculo control

V_t: es el volumen total del frasco Winkler

V_m: es el volumen de muestra sembrada.

3.2.7 Metales pesados

3.2.7.1 Procedimiento

La muestra fue enviada a la Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación (USAI) laboratorio de absorción atómica para la determinación de metales.

La muestra se encontraba contenida en un frasco de vidrio transparente.
Observaciones: Solución acuosa turbia y olor fuerte.

Los metales que fueron determinados son: Arsénico, Cadmio, Cobre, Cromo, Mercurio, Níquel, Plomo, Zinc y Selenio.

Fecha de análisis: 16, 18 y 20 de mayo del 2016.

3.2.7.2 Método analítico utilizado

El tratamiento de la muestra se realizó empleando un horno de microondas marca CEM, modelo MDS 2000, empleando HNO₃ suprapuro.

Espectrometría Plasma Acoplado Inductivamente con detector de masas
Equipo empleado: Espectrómetro ICP-MS Marca Bruker, Modelo Aurora M90, con automuestreador y computadora acoplada.

Análisis realizado siguiendo el procedimiento técnico: PT-USAI-FQ-AA-001.

Para la calibración se empleó un estándar High Purity Standards QCS-27

3.2.8 Sólidos y sales disueltas

3.2.8.1 Procedimiento

Preparación de cápsulas de porcelana

Las cápsulas se introdujeron a la mufla a una temperatura de $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$, durante 1 hora aproximadamente, después de ese tiempo se transfirieron al horno a una temperatura de $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, 20 min como mínimo, se sacaron y enfriaron a temperatura ambiente dentro de un desecador, después se pesaron y registraron los pesos. Se repitió el ciclo hasta alcanzar el peso constante (figura18), el cual se obtuvo hasta que no hubo una variación en el peso mayor a 0,5 mg en dos pesadas consecutivas. Se registró como m1.



Figura 18. Cápsulas en el desecador a peso constante

Preparación de filtros de fibra de vidrio

Los filtros se introdujeron a la mufla a una temperatura de $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, durante 20 min, se sacaron y enfriaron a temperatura ambiente dentro de un desecador, después se pesaron y registraron los pesos. Se repitió el ciclo hasta alcanzar el peso constante, el cual se obtuvo hasta que no hubo una variación en el peso mayor a 0,5 mg. Se registró como m2.

Preparación de la muestra

Se permitió que la muestra alcanzara la temperatura ambiente y se agitó para asegurar la homogeneización de la muestra.

3.2.8.1.1 Medición para sólidos totales (ST)

Se midió con una probeta 100 mL de la muestra por triplicado y se transfirieron a las cápsulas de porcelana que previamente fueron puestas a peso constante, se llevaron a sequedad en la mufla a $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante dos días, se enfriaron en desecador y se determinó su peso constante (figura19). Se registró como peso m3.



Figura 19. Cápsulas a peso constante con M 198

3.2.8.1.2 Medición de sólidos suspendidos totales (SST):

Se midió con una probeta 100 mL de la muestra por triplicado y se filtraron al vacío con los filtros puestos anteriormente a peso constante se lavó el filtro tres veces con 10 mL de agua destilada, se suspendió el vacío y secaron los filtros en la mufla a una temperatura de $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 1 h aproximadamente, se sacaron, dejaron enfriar en un desecador a temperatura ambiente y se determinó su peso hasta alcanzar peso constante (figura 20). Se registró como m4.



Figura 20. Filtros a peso constante con M 198

3.2.8.2 Cálculos

Se calculó el contenido de sólidos totales de las muestras como sigue:

$$ST = \frac{(m3 - m1)}{v} 1\ 000\ 000$$

Donde:

ST: sólidos totales, en mg/L

m3: es la masa de la cápsula con el residuo, después de la evaporación en g

m1: es la masa de la cápsula vacía a masa constante, en g

V: es el volumen de muestra, en mL.

Se calculó el contenido de sólidos suspendidos totales de las muestras como sigue:

$$SST = \frac{(m4 - m2)}{v} 1\ 000\ 000$$

Donde:

SST: sólidos suspendidos totales, en mg/L

m2: es la masa del filtro antes de la filtración a peso constante, en g

m4: es la del filtro y el residuo seco, en g

V: es el volumen de muestra, en mL.

3.2.9 Hidrocarburos totales de petróleo

3.2.9.1 Procedimiento para la curva de calibración

Se prepararon las siguientes disoluciones siguiendo la norma NMX-AA-117-SCFI-2001.

Disolvente: Tetracloruro de carbono

- ✓ **Mezcla patrón de referencia.** Se tomaron alícuotas de 15 mL de n-hexadecano, 15 mL de isooctano y 10 mL de clorobenceno, se colocó en un frasco de vidrio de 50 mL con tapa de teflón.
- ✓ **Disolución madre (5 000 mg/L).** Se colocó en un matraz volumétrico de 100 mL previamente tarado, 0.5 mL de la mezcla patrón de referencia, se pesó el matraz y se calculó su concentración por diferencia de peso, posteriormente se aforo con tetracloruro de carbono y se calculó la concentración real.
- ✓ **Disoluciones estándares.** Se tomaron alícuotas de la disolución madre, en matraces volumétricos de 100 mL y se aforaron con tetracloruro de carbono de acuerdo a la concentración esperada, como se espera una concentración alta de hidrocarburos se realizaron los estándares para una curva alta (tabla 7).

Tabla 7. Aproximación de intervalos de concentración mg/L de los estándares de trabajo

Paso óptico de luz	Intervalo de concentración
10 mm	60-500 mg/L
50 mm	10-90 mg/L
100 mm	5-40 mg/L

Los estándares se leyeron en las celdas para líquidos (Figura 21) en el equipo Agilent Technologies Cary 600 FTIR Spectrometer (Figura 22).



Figura 21. Celda para líquidos

El funcionamiento de un espectrómetro Agilent Serie Cary 600 FTIR implica el uso de gases comprimidos, de alto voltaje, energía y materiales peligrosos, incluyendo el nitrógeno líquido, tungsteno, lámparas de fuentes de halógenos que emiten radiación ultravioleta y un láser que funciona en la región visible a 632,8 nm.

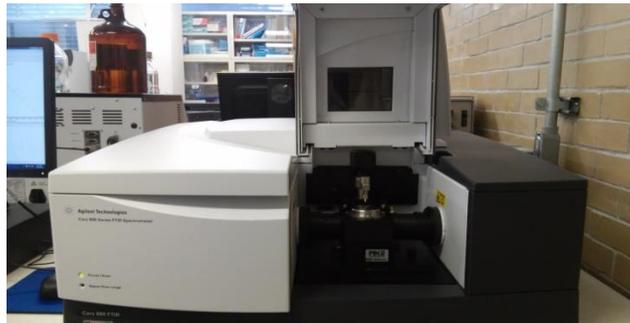


Figura 22. Equipo Agilent Technologies cary 600 FTIR Spectrometer

La figura 23 muestra el espectro del tetracloruro de carbono y sus bandas características.

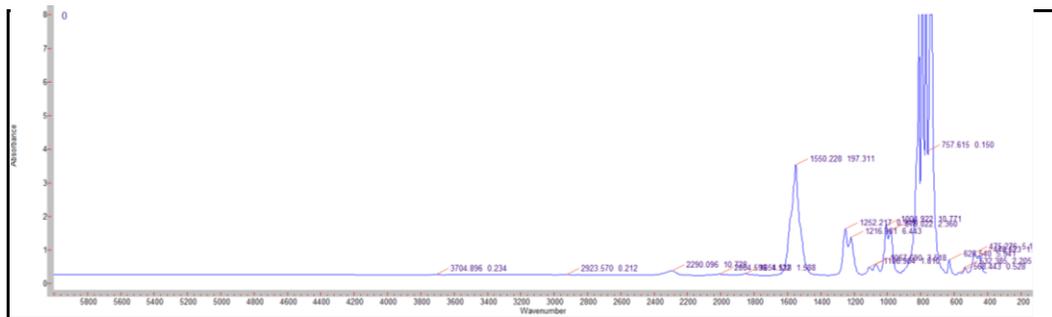


Figura 23. Espectro de tetracloruro de carbono y sus bandas características

La figura 24 muestra la curva de calibración obtenida una vez leídos los estándares, en la banda 2927cm^{-1} con un coeficiente de determinación (R^2) de 0.9987, este valor es cercano a 1, indicando alta correlación entre las variables.

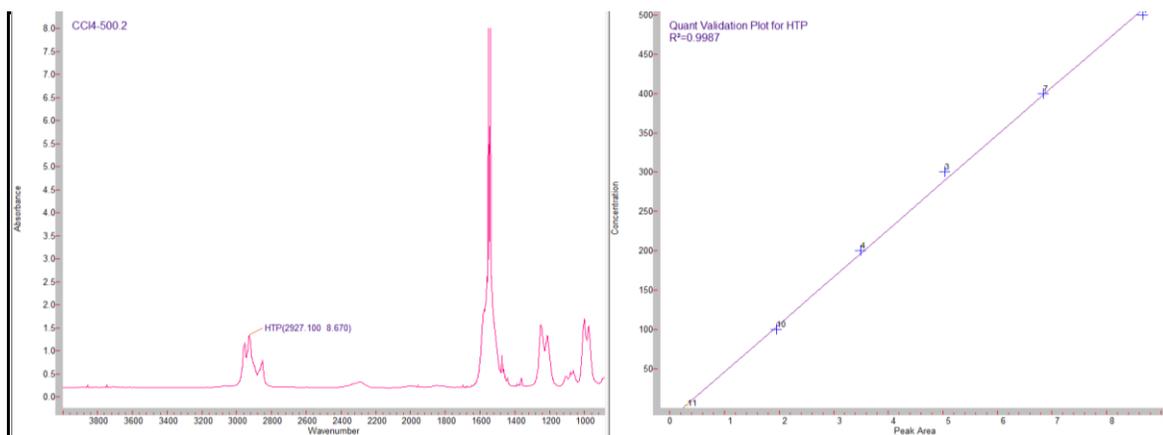


Figura 24. Curva de calibración para la cuantificación de HTP's teniendo como disolvente tetracloruro de carbono

3.2.9.2 Determinación del porcentaje de recuperación

Se utilizó una muestra sintética de agua contaminada con una concentración conocida (200 mg/L) con la mezcla patrón de referencia, esto con la finalidad de ver la recuperación del HTP's teniendo como disolvente tetracloruro de carbono como lo indica la norma y como blanco se utilizó tetracloruro de carbono grado espectroscópico.

3.2.9.2.1 Procedimiento de extracción

1. La extracción se realizó por duplicado.
2. Se midió el volumen total de la muestra en una probeta de 1 L, se adicionaron 5 mL de HCl (1:1), se mezcló, asegurándose de que el pH fuera igual o menor a 2.
3. La muestra se transfirió a un embudo de separación de 2 L.
4. Se adicionó 30 mL de tetracloruro de carbono al frasco que contenía la muestra y se enjuagó por los lados del mismo y se transfirió el disolvente al embudo de separación.

5. Se realizó la extracción por agitación vigorosa durante 5 min, se dejó en reposo para permitir la separación de las fases.
6. Una vez separadas las fases, se filtró la fase orgánica a través del embudo de filtración, conteniendo papel filtro previamente humedecido en tetracloruro de carbono a un matraz volumétrico de 100 mL (figura 25).



Figura 25. Separación de fases de la muestra

7. Para romper la emulsión formada se agregó 1 g de sulfato de sodio anhidro en el cono del papel filtro y drenando lentamente la emulsión a través de la sal de sulfato de sodio.
8. Se repitió dos veces más el paso 3, 4 y 5 con porciones de 30 mL de tetracloruro de carbono nuevo, combinando los tres extractos orgánicos dentro del mismo matraz volumétrico.
9. Se enjuagó el papel filtro, el embudo y el extremo del embudo de separación con un total de 5 mL a 10 mL de tetracloruro de carbono, se colectó el disolvente de lavado en el matraz volumétrico y se aforó a 100 mL con tetracloruro de carbono.
10. Se desechó alrededor de 5 mL a 10 mL de disolución del matraz volumétrico y se adicionó 3 g de sílica gel y una barra de agitación, se tapó el matraz volumétrico y agitó la disolución por 5 min con ayuda de un agitador magnético.

11. Después de que la sílica gel se asentó en la muestra extraída, se filtró el extracto, en un frasco ambar y se prosiguió a la lectura en equipo
12. Se leyó la absorbancia directamente de cada extracción en 2927cm⁻¹. Una vez realizada la curva de calibración de absorbancia vs. Concentración en mg/L de hidrocarburos totales del petróleo, se pudo determinar la concentración de HTP's de la muestra. Las lecturas se realizaron por triplicado para cada extracción y blanco.

3.2.9.3 Extracción de hidrocarburos totales de petróleo

La extracción se realizó por duplicado de la muestra M198, siguiendo el mismo procedimiento del punto 3.2.9.2.1.

3.2.9.4 Cálculos

Se calcularon los hidrocarburos totales de petróleo en la muestra utilizando la siguiente fórmula:

$$\text{mg/L de hidrocarburos totales del petróleo} = \mathbf{(R \times V \times D) / M}$$

Donde:

R: es la concentración obtenida de la curva de calibración en mg/L

V: es el volumen de tetracloruro de carbono usado para la extracción en mL

M: es el volumen de muestra en mL

D: es el factor de dilución.

CAPÍTULO 4 EVALUACIÓN DE CUATRO DISOLVENTES PARA LA DETERMINACIÓN DE HTP'S

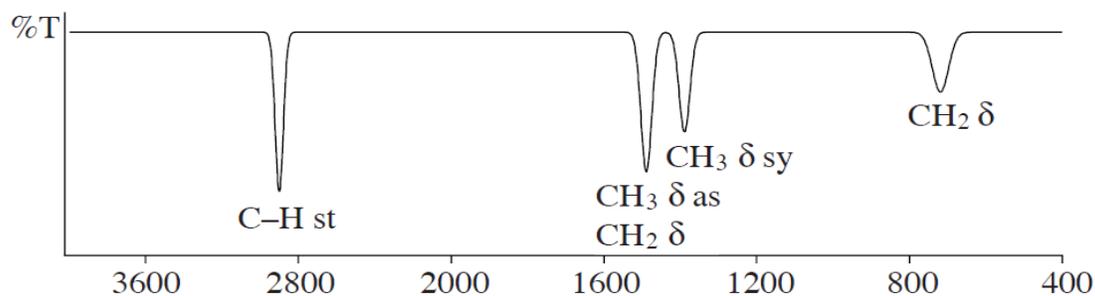
4.1 Propiedades de los disolventes

Se evaluaron cuatro disolventes que pudieran sustituir al tetracloruro de carbono, debido a que este compuesto presenta propiedades carcinogénicas, los disolventes seleccionados fueron: hexano, ciclohexano, diclorometano y triclorotrifluoroetano, la tabla 8 muestra algunas propiedades para estos disolventes. El método de extracción empleado fue el establecido en la NMX-AA-117-SCFI-2001. Utilizando Espectrofotometría de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR).

Tabla 8. Propiedades de los disolventes seleccionados

Disolvente	Fórmula química	Punto de ebullición (°C)	Solubilidad en agua
Hexano	C ₆ H ₁₄	69	g/100ml a 20°C: 0.0013
Ciclohexano	C ₆ H ₁₂	81	g/100ml a 25°C: 0.0058 (muy escasa)
Diclorometano	CH ₂ Cl ₂	40	g/100ml a 20°C: 1.3 (moderada)
1,1,2-Triclorotrifluoroetano	Cl ₃ C-CF ₃	48	g/100ml a 20°C: 0.02

La figura 26 muestra las bandas características para los alcanos en IR



as= Asimétrico
 st= Estiramiento-vibración
 sy= Simétrico
 δ= IR: vibración de deformación

Figura 26. Regiones básicas de Espectro de infrarrojo, bandas de absorción de infrarrojo más importantes

4.2 Determinación de hidrocarburos totales de petróleo (HTP's), utilizando diferentes disolventes

4.2.1 Procedimiento

Para la realización de las curvas de calibración se siguió el mismo procedimiento para cada uno de los disolventes, de acuerdo al punto 3.2.9.1.

4.2.1.1 Disolvente: Hexano

La figura 27 muestra el espectro del hexano y sus bandas características.

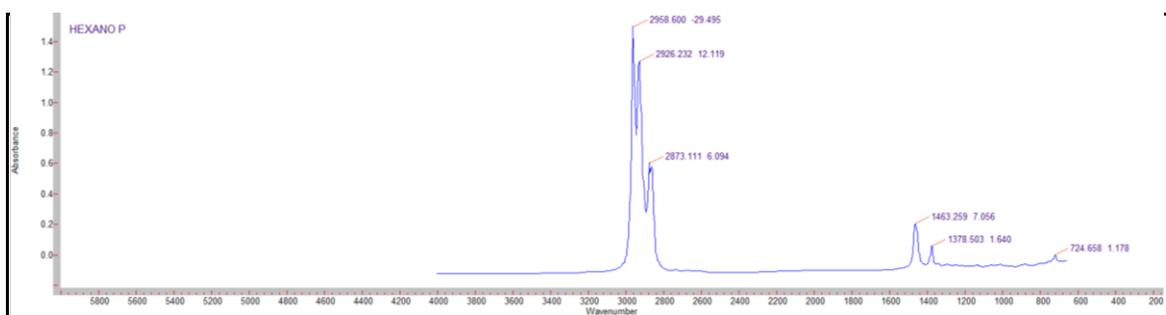


Figura 27. Espectro de hexano y sus bandas características

La figura 28 muestra las lecturas de los estándares obtenidos del equipo FTIR analizados en la banda 2928 cm^{-1} .

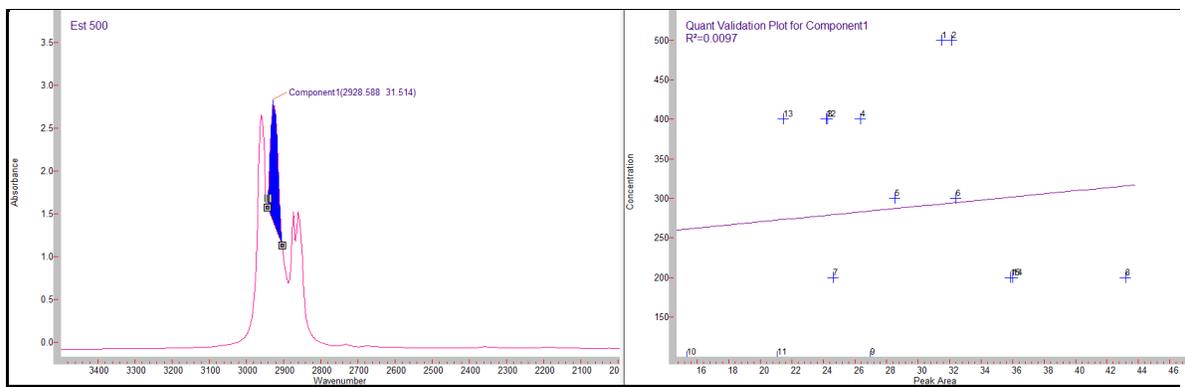


Figura 28. Lecturas de estándares en la banda 2928 cm^{-1} , teniendo como disolvente hexano

Como se observa en la figura anterior los valores de los estándares se encuentran muy dispersos entre sí, por lo que no se pudo obtener una curva de calibración, se analizó para la banda 2959 cm^{-1} (figura 29) y en la banda 1460 cm^{-1} (figura 30).

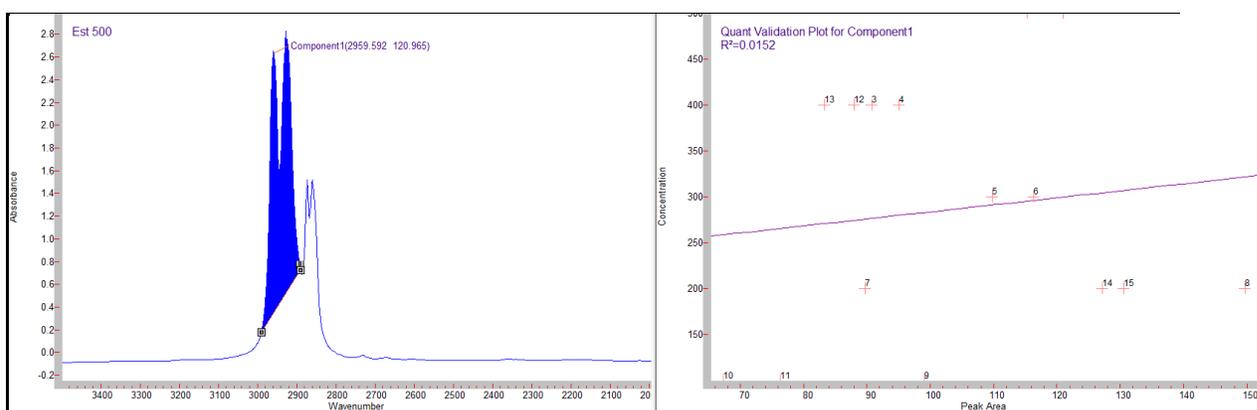


Figura 29. Lecturas de estándares en la banda 2959 cm^{-1} , teniendo como disolvente hexano

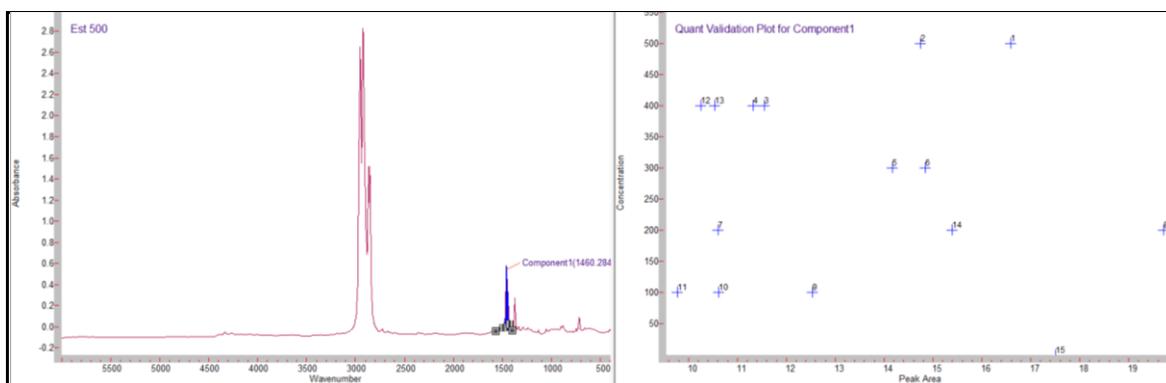


Figura 30. Lecturas de estándares en la banda 1460 cm^{-1} , teniendo como disolvente hexano

Para este disolvente no se realizó extracción de la muestra M 198 al no obtener buenos resultados para la curva de calibración en ninguna de las bandas características del hexano.

4.2.1.2 Disolvente: Ciclohexano

La figura 31 muestra el espectro del ciclohexano y sus bandas características, para este disolvente la banda de interés se encuentra en 1354 cm^{-1} .

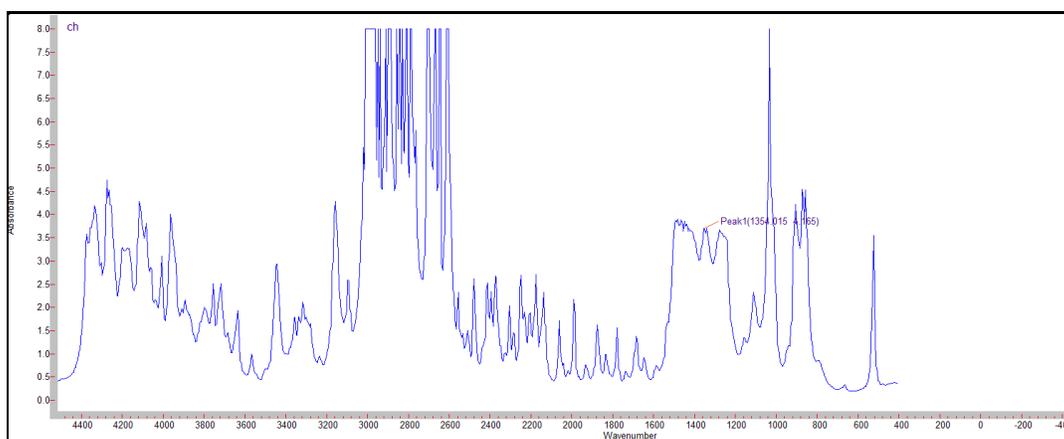


Figura 31. Espectro del ciclohexano y sus bandas características

La figura 32 muestra las lecturas de los estándares obtenidas del equipo FTIR analizados en la banda 1354 cm^{-1} .

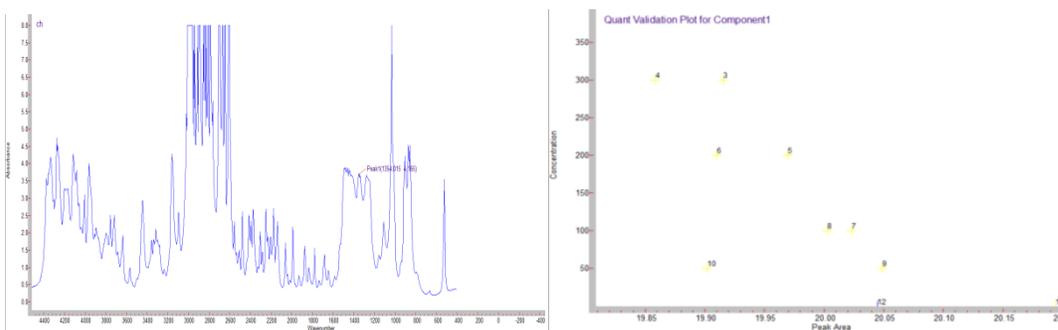


Figura 32. Lecturas de estándares en la banda 1354 cm^{-1} , teniendo como disolvente ciclohexano

Para este disolvente no se realizó extracción de la muestra M 198 al no obtener resultados para la curva de calibración en la banda de interés para el ciclohexano.

4.2.1.3 Disolvente: Diclorometano

La figura 33 muestra el espectro del diclorometano y sus bandas características.

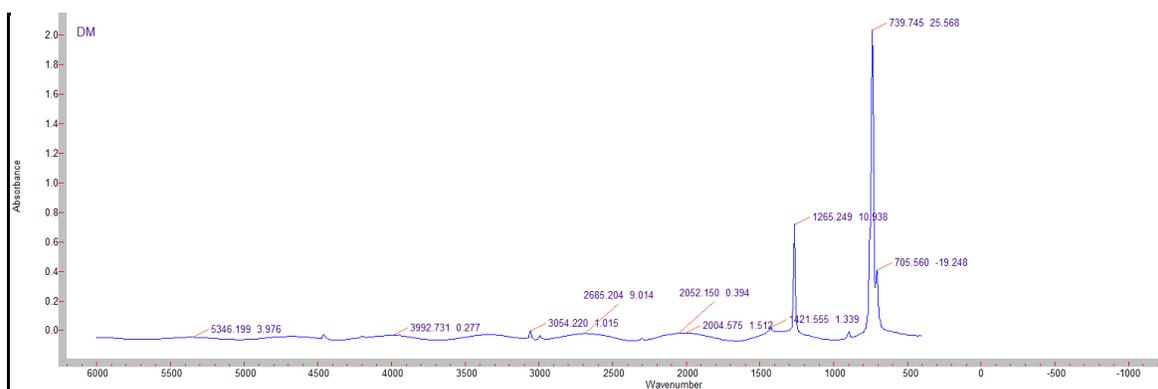


Figura 33. Espectro del diclorometano y sus bandas características

La figura 34 muestra las lecturas de los estándares obtenidas del equipo FTIR, la banda de interés se localiza aproximadamente en los 2986 cm^{-1} .

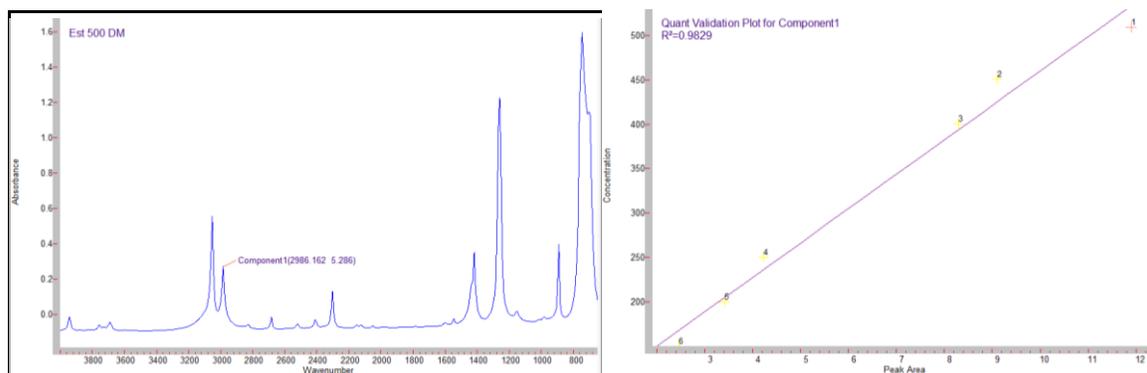


Figura 34. Lecturas de estándares en la banda 2986 cm^{-1} , teniendo como disolvente diclorometano

4.2.1.4 Disolvente: 1,1,2-Triclorotrifluoroetano

La figura 35 muestra el espectro del 1,1,2-Triclorotrifluoroetano y sus bandas características.

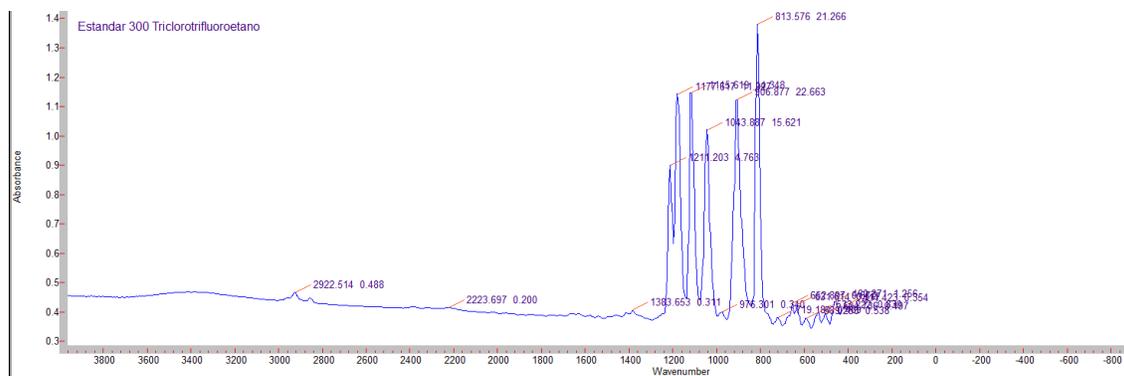


Figura 35. Espectro del 1,1,2-Triclorotrifluoroetano y sus bandas características.

La figura 36 muestra las lecturas de los estándares obtenidas del equipo FTIR, analizados en la banda de interés se localiza aproximadamente en los 2924 cm^{-1} .

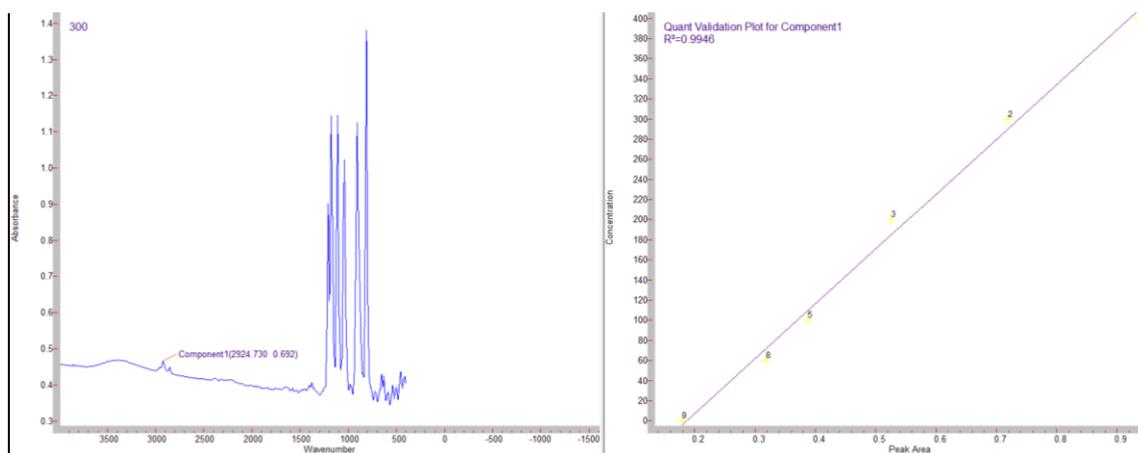


Figura 36. Lecturas de estándares en la banda 2924 cm^{-1} , teniendo como disolvente 1,1,2-Triclorotrifluoroetano

4.2.2 Extracción de hidrocarburos totales de petróleo

Se realizó la extracción para la determinación de HTP's solo para los disolventes donde se pudo realizar la curva de calibración, se encontró respuesta en la banda 2986 cm^{-1} para el disolvente diclorometano, con un coeficiente de determinación (R^2) de 0.9829 y en la banda 2924 cm^{-1} para disolvente triclorotrifluoroetano con un coeficiente de determinación (R^2) de 0.9946, para la extracción de la muestra M 198, con estos dos disolventes se realizó de acuerdo al punto 3.2.9.2.1.

La tabla 9 muestra las características entre los disolventes que pudieran sustituir al tetracloruro de carbono para la determinación de HTP's.

Tabla 9 Características entre diclorometano, 1,1,2-triclorotrifluoroetano y tetracloruro de carbono, (INSHT)

	DICLOROMETANO	1,1,2-TRICLOROTRIFLUOROETANO	TETRACLORURO DE CARBONO
ESTADO FÍSICO; ASPECTO	Líquido incoloro, muy volátil de olor característico	Líquido volátil, incoloro de olor característico	Líquido incoloro de olor característico
PELIGROS FÍSICOS	El vapor es más denso que el aire. Como resultado del flujo, agitación, etc., se pueden generar cargas electrostáticas	El vapor es más denso que el aire y puede acumularse en las zonas más bajas produciendo una deficiencia de oxígeno	El vapor es más denso que el aire
LÍMITES DE EXPOSICIÓN LABORAL	TLV: 50 ppm como TWA; A3 (cancerígeno animal); (piel). MAK: 180 mg/m ³ , 50 ppm; categoría de limitación de pico: II (2); absorción dérmica (H); cancerígeno: categoría 5; riesgo para el embarazo: grupo B. EU-OEL: 353 mg/ m ³ , 100 ppm como TWA; 706 mg/ m ³ , 200 ppm como STEL; (piel)	TLV: 1000 ppm como TWA; 1250 ppm como STEL; A4 (no clasificado como cancerígeno humano). MAK: 3900 mg/ m ³ , 500 ppm; categoría de limitación de pico: II (2); riesgo para el embarazo: grupo D	TLV: 5 ppm como TWA; 10 ppm como STEL; (piel); A2 (sospechoso de ser cancerígeno humano). MAK: 3.2 mg/ m ³ , 0.5 ppm; categoría de limitación de pico: II (2); absorción dérmica (H); cancerígeno: categoría 4; riesgo para el embarazo: grupo C. EU-OEL: 6.4 mg/ m ³ , 1 ppm como TWA; 32 mg/ m ³ , 5 ppm como STEL; (piel)
EFECTOS DE EXPOSICIÓN DE CORTA DURACIÓN	La sustancia irrita los ojos, la piel y el tracto respiratorio. En caso de ingestión la sustancia puede causar vómitos, lo que puede provocar neumonía por aspiración. La sustancia puede afectar al sistema nervioso central, a la sangre, al hígado, al corazón y a los pulmones. La exposición podría causar intoxicación por monóxido de carbono. Esto puede dar lugar a alteraciones funcionales. La exposición a concentraciones altas podría causar	La sustancia irrita los ojos. La sustancia puede afectar al sistema cardiovascular y al sistema nervioso central. Esto puede dar lugar a alteraciones cardíacas y depresión del sistema nervioso central. La exposición podría causar disminución del estado de alerta	La sustancia irrita los ojos. La sustancia puede causar efectos en hígado, riñón y sistema nervioso central, dando lugar a pérdida del conocimiento. Se recomienda vigilancia médica

	disminución del estado de alerta y la muerte		
	DICLOROMETANO	1,1,2-TRICLOROTRIFLUOROETANO	TETRACLORURO DE CARBONO
EFFECTOS DE EXPOSICIÓN PROLONGADA O REPETIDA	La sustancia puede afectar al sistema nervioso central. Esta sustancia es posiblemente carcinógena para los seres humanos	El contacto prolongado o repetido con la piel puede producir dermatitis	El contacto prolongado o repetido con la piel puede producir dermatitis. Esta sustancia es posiblemente carcinógena para los seres humanos
DATOS AMBIENTALES	Esta sustancia puede ser peligrosa para el ambiente	La sustancia es tóxica para los organismos acuáticos. Evitar la liberación al medio ambiente, debido a su impacto en la capa de ozono	La sustancia es nociva para los organismos acuáticos. Evitar la liberación al medio ambiente, debido a su impacto en la capa de ozono
EXPOSICIÓN	PELIGROS AGUDOS / SÍNTOMAS		
INHALACIÓN	Vértigo. Somnolencia. Dolor de cabeza. Náuseas. Debilidad. Pérdida del conocimiento.	Latido irregular. Confusión mental. Somnolencia. Pérdida del conocimiento.	Vértigo. Somnolencia. Dolor de cabeza. Náuseas. Vómitos. EVITAR TODO CONTACTO
PIEL	Piel seca. Enrojecimiento. Sensación de quemazón.	Enrojecimiento.	Puede absorberse. Enrojecimiento. Dolor. EVITAR TODO CONTACTO
OJOS	Enrojecimiento. Dolor.	Enrojecimiento. Dolor.	Enrojecimiento. Dolor. EVITAR TODO CONTACTO
INGESTIÓN	Dolor abdominal. Además, ver inhalación.	—	Dolor abdominal. Diarrea. Además, ver inhalación. EVITAR TODO CONTACTO
INFORMACIÓN ADICIONAL	Límites de exposición profesional (INSST 2019): VLA-ED: 50 ppm, 177 mg/m ³ VLA-EC: 100 ppm, 353 mg/m ³	Límites de exposición profesional (INSHT 2014): VLA-ED: 1000 ppm, 7795 mg/m ³ VLA-EC: 1250 ppm, 9745 mg/m ³	Límites de exposición profesional (INSST 2019): VLA-ED: 1 ppm, 6,4 mg/m ³ VLA-EC: 5 ppm, 32 mg/m ³

CAPÍTULO 5 RESULTADOS Y ANÁLISIS

5.1 Caracterización de la muestra con base a normatividad

Los resultados obtenidos de la caracterización fisicoquímica y si su valor se encuentra o no dentro de los límites máximos permisibles de acuerdo a la norma correspondiente para la muestra M 198 se listan en la tabla 10.

Tabla 10. Resultados para la NOM-001-SEMARNAT-1996 y NOM-143-SEMARNAT-2003

Resultados obtenidos de la caracterización fisicoquímica, para la NOM-001-SEMARNAT-1996			
Parámetro	Valor obtenido	LMP	Observaciones
Sólidos sedimentables	0 mL/L	1ml/L	No supera el LMP
Grasas y Aceites	43.25 mg/L	15 mg/L	Supera el LMP
Temperatura	23°C	40 °C	No supera el LMP
pH	7.67	El rango permisible es de 5 a 10 unidades	Dentro de rango permisible
DBO ₅	218.44 mg/L	150 mg/L	Supera el LMP
Fósforo	32.4 mg/L	NA	No es aplicable a aguas costeras
Arsénico	114.0 mg/L	0.1 mg/L	Supera LMP
Cadmio	ND	0.1 mg/L	No supera el LMP
Cobre	260.13 mg/L	4 mg/L	Supera el LMP
Cromo	3.54 mg/L	0.5 mg/L	Supera el LMP

Parámetro	Valor obtenido	LMP	Observaciones
Mercurio	2.84 mg/L	0.01 mg/L	Supera el LMP
Níquel	19.87 mg/L	2 mg/L	Supera el LMP
Plomo	ND	0.2 mg/L	No supera el LMP
Zinc	22.86 mg/L	10 mg/L	Supera el LMP
Resultados obtenidos de la caracterización fisicoquímica, para la NOM-143-SEMARNAT-2003			
Parámetro	Valor obtenido	LMP	Observaciones
Hidrocarburos totales del petróleo	40.95mg/L	40 mg/L	Ligeramente mayor al LMP
Sólidos disueltos totales (SDT)	27,587.17 mg/L	32,000 mg/L	No supera el LMP
SST	24.5 mg/L	150 mg/L	No supera el LMP

NA= No aplica
ND = No detectable

De los valores obtenidos de la caracterización, los parámetros que no se encuentran dentro de los límites máximos permisibles para la NOM-001-SEMARNAT-1996 son: grasas y aceites, DBO₅ y algunos metales (arsénico, cobre, cromo, mercurio, níquel y zinc) y para la NOM-143-SEMARNAT-2003 son los hidrocarburos totales de petróleo.

5.2 Determinación del porcentaje de recuperación de hidrocarburos totales de petróleo

La tabla 11 muestra la determinación del porcentaje de recuperación de HTP's, teniendo una muestra de agua contaminada con una concentración conocida (200 mg/L) y como disolvente tetracloruro de carbono.

Tabla 11. Resultados del porcentaje de recuperación en una muestra de concentración conocida

	Valor promedio	% Recuperación	Promedio
Blanco	-0009	-----	-----
Muestra 1	192.1846	96.0923	96.0397 %
Muestra 2	191.9740	95.987	

De acuerdo con los resultados obtenidos en la tabla 12, los valores de recuperación indicaron que el procedimiento de extracción fue efectivo en las condiciones de trabajo realizadas, debido que la norma NMX-AA-117-SCFI-2001 establece como criterio de aceptación que la recuperación esté en un rango de 80 % al 110 %.

5.3 Evaluación de disolventes para la determinación de hidrocarburos totales de petróleo

Los resultados obtenidos de la evaluación de disolventes para la determinación de hidrocarburos totales de petróleo se listan la tabla 12.

Tabla 12. Resultados de la evaluación de diferentes disolventes

Disolvente	Coefficiente de determinación (R ²)	Valor obtenido (mg/L)	% con respecto al tetracloruro de carbono
Tetracloruro de carbono	0.9987	40.95mg/L	-----
Hexano	No se obtuvo curva de calibración	-----	-----
Ciclohexano	No se obtuvo curva de calibración	-----	-----
Diclorometano	0.9829	24.63	60.14%
1,1,2-Triclorotrifluoroetano	0.9946	36.90	90.10%

De la evaluación de los 4 disolventes realizando el análisis comparativo para cada matriz analizada respecto a su capacidad de extracción de

HTP's, para una posible sustitución del tetracloruro de carbono, para el hexano y el ciclohexano no se encontraron buenos resultados en su capacidad para extraer HTP's, el diclorometano y triclorotrifluoroetano se proponen como posibles opciones para su sustitución.

CAPITULO 6 CONCLUSIONES

Se logró la caracterización de agua congénita (M 198) de acuerdo a la Norma Oficial Mexicana NOM-143-SEMARNAT-2003, determinando sólidos y sales disueltas, hidrocarburos totales de petróleo y los contaminantes básicos establecidos en la NOM-001-SEMARNAT-1996 (grasas y aceites, sólidos sedimentables, fosforo total, temperatura, pH y metales).

Para la cuantificación de hidrocarburos totales de petróleo, se implementó el método de extracción establecido en la NMX-AA-117-SCFI-2001, el análisis se realizó por comparación de la absorbancia leída a un número de onda de $2,927\text{ cm}^{-1}$, en un espectrofotómetro de infrarrojo, utilizando como disolvente tetracloruro de carbono; la curva de calibración se realizó en un intervalo de concentración de 60 a 500 mg/L con un coeficiente de determinación (R^2) de 0.9987. Con una muestra de concentración conocida (200 mg/L), se determinó el porcentaje de recuperación de HTP's el cual fue de 90.03 % y el valor de hidrocarburos totales de petróleo en la muestra de estudio de agua congénita, fue de 40.95 mg/L siendo ligeramente mayor a lo establecido a la norma.

Dado la peligrosidad del disolvente establecido en la norma, se evaluó el desempeño de disolventes alternativos que pudieran utilizarse respecto a la capacidad de extracción de los disolventes: hexano, ciclohexano, diclorometano y 1,1,2-triclorotrifluoroetano. Para el hexano se analizó en las bandas 2928 cm^{-1} , 2959 cm^{-1} , y 1460 cm^{-1} y para el ciclohexano en la banda 1354 cm^{-1} , para estos disolventes no se encontraron buenos resultados en su capacidad para extraer HTP's; para el diclorometano en la banda 2986 cm^{-1} obteniendo un 60.14% de recuperación y para el 1,1,2-triclorotrifluoroetano en la banda 2924 cm^{-1} obteniendo un

90.10% de recuperación con respecto al tetracloruro de carbono. El diclorometano y el 1,1,2-triclorotrifluoroetano se presentan como opción para sustituir al tetracloruro de carbono para la cuantificación de HTP's, que, aunque siguen representando un riesgo a la salud y al medio ambiente, son menos tóxicos y tienen un límite de exposición mayor comparado con el tetracloruro de carbono.

BIBLIOGRAFÍA

- Anteproyecto de Norma Oficial Mexicana que establece los límites máximos permisibles de Contaminantes en las descargas de Aguas Residuales Provenientes de la Perforación Explotación y Extracción de Petróleo. Instituto Nacional de Ecología. Secretaria del Medio Ambiente, Recursos Naturales y Pesca. Dirección General de Normatividad Ambiental, 1996.
- Anuario estadístico 2019. Petróleos Mexicanos, 2019
- Anuario estadístico 2020. Petróleos Mexicanos, 2019
- Chow,S. (2002). Petroquímica y sociedad. Fondo de cultura económica.
- Craig, F. (1982). Aspectos de Ingeniería de la Inyección de Agua. Soc. Pet. Eng.
- Collins, A.G. (1975). Geochemistry of oilfield water. New York: Elsevier.
- Browning, D. 1969. Spectroscopy McGraw-Hill.
- Gary, J.H., Handwerk, G.E. (2008). Refino de petroleo. Reverté
- Informe de sustentabilidad 2019. Petróleos Mexicanos.
- Informe de sustentabilidad 2020. Petróleos Mexicanos.

- Informe de la Situación del Medio Ambiente en México. Compendio de Estadísticas Ambientales. Indicadores Clave y de Desempeño Ambiental. SEMARNAT, 2013.
- Skoog D., Holler F. y Crouch S. (2008). Principios de análisis instrumental. Sexta edición. Cengage Learning Editores.
- Mijaylova P., Birkle, P., Sandoval L., Ramírez E. (2006). Tratamiento de aguas de la desalación del petróleo para su aprovechamiento en inyección al subsuelo. Anuario IMTA.
- McMurry J,. (2008). Química orgánica. Séptima edición. Cengage Learning Editores
- Montgomery C.D. 2004. Diseño y análisis de experimentos. 2da Edición. Limusa-Wiley, 2004.
- Norma mexicana NMX-AA-004-SCFI-2013. Análisis de agua. Medición de sólidos sedimentables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Método de prueba.
- Norma mexicana NMX-AA-005-SCFI-2013. Análisis de agua. Medición de grasas y aceites recuperables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Método de prueba.
- Norma mexicana NMX-AA-007-SCFI-2013. Análisis de agua. Medición de la temperatura en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Método de prueba.

- Norma mexicana NMX-AA-008-SCFI-2016. Análisis de agua. Medición del pH en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Método de prueba.
- Norma mexicana NMX-AA-028-SCFI-2001. Análisis de agua. Determinación de la Demanda Bioquímica de Oxígeno en agua naturales, residuales (DBO5) y residuales tratadas. Método de prueba.
- Norma mexicana NMX-AA-029-SCFI-2001. Análisis de agua. Determinación de fosforo total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Método de prueba.
- Norma mexicana NMX-AA-034-SCFI-2015. Análisis de agua. Medición de sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Método de prueba.
- Norma mexicana NMX-AA-051-SCFI-2016. Análisis de agua. Medición de metales por absorción atómica en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas. Método de prueba.
- Norma mexicana NMX-AA-117-SCFI-2001. Análisis de agua. Determinación de Hidrocarburos Totales de Petróleo (HTP`s) en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas. Método de prueba.
- Norma oficial mexicana NOM-001-SEMARNAT-1996 Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas residuales en aguas y bienes nacionales.

- Norma oficial mexicana NOM-143-SEMARNAT-2003 Que establece las especificaciones ambientales para el manejo de agua congénita asociada a hidrocarburos.
- Ortíz, O., Ize, I. y Gavilán, A. (2003). La restauración de suelos contaminados en México. Gaceta ecológica, SEMARNAT.
- Skoog, D., Holler, F. y Crouch, S. 2008. Principios de análisis instrumental. Sexta edición.
- Servicio Geológico Mexicano. (2017) Recuperado de: https://www.sgm.gob.mx/Web/MuseoVirtual/Aplicaciones_geologicas/Caracteristicas-del-petroleo.html
- Veil, J.A., Puder, M., Elcock, D., Redweik, R.J. (2004). A white paper describing produced water from production of crude oil, natural gas, and coal bed methane. Depart. Of Energy, National Energy Technology Laboratory.
- Wake, H. (2005). Oil refineries: a review of their ecological impacts on the aquatic environment. Estuarine, Coastal and Shelf Science 62, 2005.