

Aplicación de la espectrometría en la determinación de la concentración de cloro residual en el agua potable utilizada para consumo humano

Julio Enrique Norato Tobo¹,
Mario Alberto Romero Munévar²,
Myriam Herrera Paloma³

Resumen

El agua suministrada para consumo humano tiene que ser sometida a controles de calidad, los cuales deben ser de conocimiento de toda la población, pues existen normas de obligatorio cumplimiento para que este líquido llegue en óptimas condiciones a sus destinatarios. Se presenta en este artículo el diseño de un instrumento para medir la concentración de cloro residual en el agua potable; este objeto está fundamentado en procesos espectroscópicos, mediante la reacción de la ortotolidina con el contenido de cloro residual o alguno de sus derivados, presentes en el agua potable, dado que hay un espectro de absorción en el rango de 350 a 700 nm asociado a este fenómeno. Se ha utilizado como fuente de radiación un diodo láser, una fotorresistencia y un sistema de registro que hace uso del convertidor análogo digital por microcontrolador para la decodificación y posterior presentación de la lectura en visualizadores numéricos de tipo LCD (*liquid crystal display*). El instrumento propuesto fue calibrado con cantidades de reactivo de 1 ml para 10 ml de agua y concentraciones de cloro residual comprendidas entre 0,8 y 1,5 ppm, obtenidas directamente. Este diseño es una alternativa de fácil uso y cómoda manipulación con la aplicación de normas vigentes.

Palabras clave: *espectroscopia de absorción, ondas electromagnéticas, ortotolidina.*

Abstract

The quality of the water supplied for human consumption must be known to the entire population, since there are rules that must be met so that the water reaches users in optimal conditions. The design of an instrument is presented in this article to measure the concentration of residual chlorine in drinking water, based on spectroscopic processes, by reacting orthotolidine the content of residual chlorine or its derivatives in drinking water, since there is an absorption spectrum in the range of 350 to 700 nm associated with this phenomenon. It has been used as a radiation source a laser diode, a photoresistor and a registration system that uses the digital analog converter microcontroller for decoding and subsequent presentation of reading in numeric displays LCD type (liquid crystal display). The proposed instrument was calibrated with reagent amounts of 1 ml to 10 ml of water and residual chlorine concentrations ranging from 0.8 to 1.5 ppm, obtained directly. This design is an alternative user-friendly and easy handling with the application of standards.

Key words: *absorption spectroscopy, electromagnetic waves, ortotolidina.*

1 Ingeniero en Electromecánica, Escuela Tecnológica Instituto Técnico Central enriquetobo@gmail.com (q. e. p. d.).

2 Ingeniero en Electromecánica, Escuela Tecnológica Instituto Técnico Central marioa82@gmail.com.

3 PhD en Física (O), docente Escuela Tecnológica Instituto Técnico Central, Líder Grupo Investigación Prodigio myrihe@hotmail.com.

1. Introducción

La búsqueda de nuevos desarrollos instrumentales con la finalidad de determinar parámetros de interés para la salud requiere investigación para poner en funcionamiento proyectos que beneficien a la población colombiana. Dentro de estos proyectos están los relacionados con el control de enfermedades intestinales ocasionadas por la baja calidad del agua potable, un problema serio para los millones de personas que las padecen en Colombia (Defensoría del Pueblo, 2011). Tanto la Organización Mundial de la Salud como la Organización Panamericana de la Salud han advertido sobre el panorama negativo que se presenta en la actualidad y el que se estima en los próximos años en relación con los problemas asociados por estas enfermedades y con los índices estadísticos de padecimiento, nada alentadores (OMS, 2010), (OPS, 2008).

Un tratamiento efectivo requiere mantener los niveles de cloro residual en el intervalo de los valores normales regulados por un marco legal (Icontec, 2002); en consecuencia, los estamentos gubernamentales invitan a la realización de monitoreo continuo con miras a ejercer control de la calidad sobre el agua para el consumo humano.

Con los aportes de la electrónica, los avances de la tecnología, la biomedicina y la interdisciplinariedad de las diferentes áreas del saber, se ponen en funcionamiento dispositivos, métodos de medición y de estudio en este campo para el control de la calidad del agua potable. El estudio de la fotometría y de la espectroscopia ha contribuido al análisis y cuantificación de compuestos químicos; este estudio ha sido utilizado en mediciones de concentración de compuestos desconocidos, con aplicación de la banda del espectro visible e infrarrojo cercano (APHA y WPCF, 1992).

De acuerdo con las investigaciones de Willard Hobart H. y Merritt Lynnel L. (1998), se han desarrollado diversos procedimientos para la determinación indirecta de especies orgánicas utilizando procedimientos por espectroscopia de absorción; los trabajos de Beer, D, Jack Haller, William Mahan e Iván Kolthoff (1986) son estudios relacionados con la interacción de luz de diferente longitud de onda con ciertos compuestos químicos. Además, los aportes de Skoog Douglas (2008) –quien aplica en la instrumentación la radiación del visible e infrarrojo cercano– demuestran que en la reacción se produce interacción del fotón con la materia, sin alterar la estructura química de la ortotolidina (orto).

Con base en los antecedentes estudiados, se diseñó y construyó un instrumento para medir los niveles de concentración de cloro residual por espectrometría de absorción en el rango del espectro de la radiación visible e infrarrojo cercano, utilizando como reactivo la orto, para reaccionar con el ácido hipocloroso (HClO); este es un ion no disociado del cloro, responsable de la acción bactericida de los compuestos derivados del cloro –no corrosivo ni cáustico–, es conocido como un potente desinfectante (Henao, 2003) cuyo espectro de absorción se ubica en el intervalo entre 200 y 700 nm, lo que facilita su determinación. El instrumento diseñado está basado en este fenómeno físico; mediante su aplicación se pueden determinar con un porcentaje de error aceptable los niveles de cloro residual en una solución de agua potable.

2. Materiales y métodos

La metodología seguida para el diseño y construcción del aparato de medición está fundamentada en la espectroscopia y la interacción del fotón de determinada longitud de onda con la materia.

En el proceso se utiliza la orto como hidroxiamina de metilo con base en la NTC 903. Este procedimiento se desarrolló pesando 1 ml de orto ($\text{CH}_3 + \text{N}_2\text{H}$) para disolverlo en 10 ml de muestras de agua potable obtenida de distintas localidades. Al diluir y agitar la muestra, se observa en la solu-

ción resultante un color amarillo, proporcional a la cantidad de oxidantes existentes en el agua. En la figura 1.a se obtiene la solución aplicada a las muestras y en la figura 1.b se destaca la interacción de la solución con el agua de las diferentes muestras, con diferentes tonalidades de amarillo.



a.



b.

Figura 1. Intensidad de color amarillo con reactivo
Fuente: Los autores.

Utilizando longitudes de onda en el intervalo entre 550 nm y 560 nm, y habiendo obtenido el valor de concentración, se hace la selección de la longitud de onda, que permite realizar las curvas de calibración. Se prepararon soluciones de 0,5, 0,7, 0,9, 1,2 y 1,5 ppm de concentración de orto y se construyeron con esta información las curvas de calibración a 550 nm, 554 nm, 562 nm y 560 nm, con el objetivo de estudiar la linealidad y seleccionar la longitud de onda más apropiada para el diseño del instrumento propuesto.

Los resultados obtenidos permitieron definir los parámetros para los cálculos en el diseño del instrumento, así:

Se utiliza como fuente de radiación un diodo láser, modelo G4T5 de 5 mW de potencia, con salida de luz visible e infrarrojo cercano de 135 mm de longitud, tiempo de vida útil de 6.000 horas, según información del fabricante.

Utilizando el instrumento diseñado y preparando soluciones de 0,5, 0,7, 0,9, 1,2 y 1,5 ppm de concentración de orto, se caracteriza el diodo láser; se halló que emite una longitud de onda de $550,7 \pm 0,1$ nm.

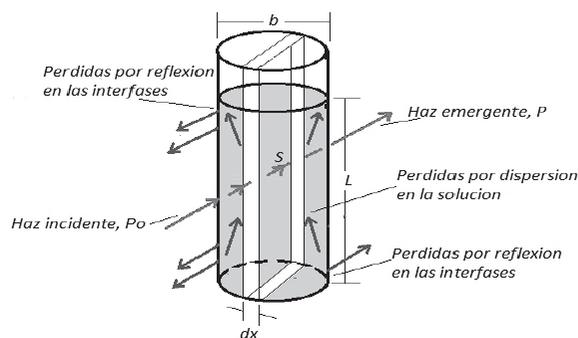


Figura 2. Pérdidas en una solución líquida en combinación con un reactivo

Fuente: Ilustración de las pérdidas por reflexión y dispersión. Análisis instrumental de Skoog Douglas A. Editorial McGraw-Hill, 2006.

En la figura 2 se ilustra el comportamiento del haz del láser al pasar por la muestra en la probeta: pérdidas de fotones por reflexión, dispersión en la solución y reflexión en las interfases. Estos fenómenos ópticos sustentan el error que se pueda obtener en la lectura de la información.

Una vez obtenidos los valores de absorbancia para cada solución, se procedió a graficarlos en función de los valores correspondientes a las distintas concentraciones, restándoles previamente el valor conseguido para el blanco, o medición del puro solvente; se obtuvo la curva de calibración del instrumento, en la que se relaciona la absorbancia en función de los valores de concentración de las soluciones obtenidas. Haciendo uso de la ecuación de Lambert-Beer:

$$\log \frac{P_o}{P} = \epsilon bc = A \quad (1)$$

ϵ representa la absorptividad o coeficiente de extinción en $L \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$, b la longitud de la probeta en cm, c la concentración en gramos por litro

(gm/l) y P_o/P la transmitancia o fracción de radiación incidente transmitida por la solución en porcentaje. Con esta información se obtiene A, que representa la absorbancia o densidad óptica.

Se obtiene un factor para relacionarlo con la concentración de cloro utilizando las proporciones definidas (Icontec, 2002). La relación entre los pesos moleculares del cloro y del oxidante orto permite determinar la cantidad de cloro residual; así entonces se puede establecer la ecuación

$$C = \frac{A \times N \times 35,45}{V} \quad (2)$$

donde C es la concentración de cloro en la solución, A el volumen de reactivo empleado para titular la muestra (1 cm^3), N la normalidad de la solución de orto (0,160), V el volumen de la muestra tomada ($5 \text{ cm}^3 = 5 \text{ ml}$) y 35,45 el peso atómico del cloro (u. m. a.). Con esta información se obtiene una concentración de cloro en la solución de $1,134 \text{ mg/cm}^3$.

Tabla 1. Resultados con reactivo de cloro residual en muestras de agua potable de la localidad de Bogotá

N.º muestra	Agua (ml)	Reactivo (ml)	T (°C)	P_o (mW)	P (mW)	$\log P_o/p$ (A)
2	10	0,4	19	5	0,28	1,251
3	10	0,6	19	5	0,24	1,318
4	10	0,8	20	5	0,20	1,397
5	10	1,0	20	5	0,15	1,522
1	10	0,2	21	5	0,34	1,167

Resultados con reactivo de cloro residual en muestras de agua potable de la localidad de Soacha

N.º muestra	Agua (ml)	Reactivo (ml)	T (°C)	P_o (mW)	P (mW)	$\log P_o/p$ (A)
1	10	0,2	21	5	0,95	0,721
2	10	0,4	20	5	0,92	0,735
3	10	0,6	19	5	0,88	0,754
4	10	0,8	21	5	0,83	0,779
5	10	1,0	20	5	0,80	0,795

Resultados con reactivo en muestras de agua potable en el municipio de Mosquera

N.º muestra	Agua (ml)	Reactivo (ml)	T (°C)	P _o (mW)	P (mW)	log P _o /p (A)
1	10	0,2	21	5	4,8	0,017
2	10	0,4	20	5	4,5	0,045
3	10	0,6	19	5	4,3	0,065
4	10	0,8	21	5	4,0	0,096
5	10	1,0	20	5	3,8	0,119

Fuente: Mediciones realizadas con la aplicación de la norma NTC 903 y ley de Lambert-Beer.

En la tabla 1 se registra la información obtenida de las muestras estudiadas de diferentes localidades. Para Bogotá, la absorbancia o densidad óptica se encuentra en el intervalo de 1,167 a 1,522, para Soacha en el de 0,721 a 0,795 y para Mosquera en el de 0,017 a 0,119. Con la información consignada en la tabla 1 se elaboran las gráficas correspondientes, con el objetivo de estudiar el comportamiento gráfico de esta información.

Longitud de onda analítica [nm]	Coefficiente de correlación
210	0,97402
224	0,97756
232	0,98076
250	0,98218

Tabla 2. Coeficientes de correlación calculados a diferentes longitudes de onda
Fuente: Los autores.

En la tabla 2 se presentan los coeficientes de correlación calculados, los cuales definen el comportamiento de las variables obtenidas. Revisando los resultados experimentales, se observa que entre las curvas obtenidas a diferentes valores de reactivo de titulación, se logra el mejor índice de linealidad, con un coeficiente de correlación de 0,9909, según se observa en la figura 3.

Absorbancia en función del reactivo

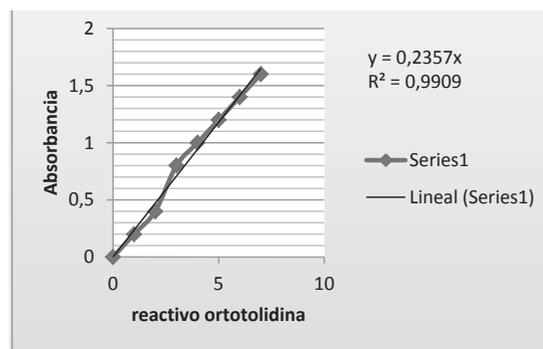
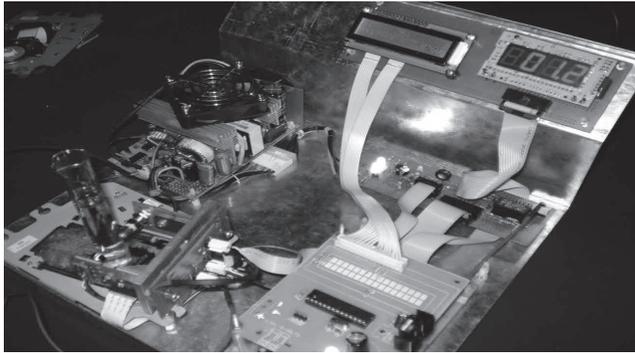


Figura 3. Curva de titulación de absorbancia para la localidad de Bogotá

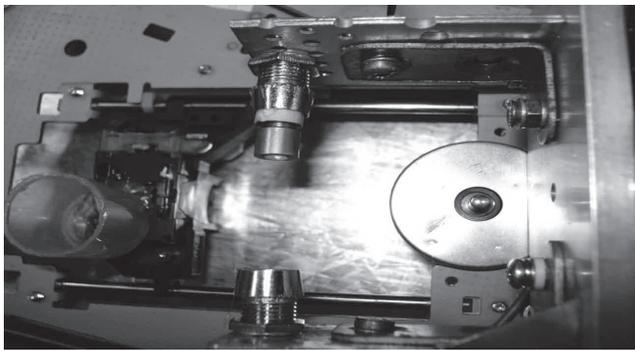
Fuente: Los autores.

La figura 3 representa el grado de linealidad obtenido con el instrumento construido. Se puede advertir de la tabla 2 que el valor más cercano a 1 es 0,98822, el cual fue obtenido con una longitud de onda de 250 nm.

Este resultado demuestra que se puede hacer una medición de calidad con el instrumento diseñado. Como resultado de la calibración también se obtuvo el *factor de calibración*: 0,0140 mg/l. La utilidad de usar este factor se ve reflejada al obtener el valor de la concentración de cloro residual directamente con el producto del factor por el valor de la absorbancia que mide el instrumento.



a.



b.

Figura 4. Componentes electrónicos y celda de titulación

Fuente: Los autores.

La figura 4 presenta ilustraciones del instrumento diseñado como alternativa para medir el cloro residual, fundamentado en la espectroscopia de absorción de la reacción del ácido hipocloroso con el oxidante hidruro de nitrógeno. De este modo, se obtiene la concentración de cloro residual, pues este presenta un espectro de absorción en el intervalo de 200 nm a 760 nm. En la figura 4a. se observan las partes importantes del diseño del instrumento: la ubicación de la probeta con la muestra que se va a analizar, la cual interactúa con la emisión de la luz del diodo láser. La fuente de radiación fue seleccionada con base en estos valores.

Se implementó un diseño de haz simple para corregir posibles fluctuaciones en la fuente debidas a la presencia de señales indeseadas. El detector es el fotodiodo de silicio y el sistema de registro hace uso del amplificador operacional LM 308N y del microcontrolador PIC 16F877A, componentes de alta precisión. El instrumento propuesto fue calibrado con concentraciones de metilo y ácido clorhídrico comprendidas entre 0,5 y 1,0 ppm. El factor de calibración calculado es 0,0140, que permite obtener directamente el valor de la concentración de cloro residual. Este diseño se presenta como una alternativa de fácil uso y cómoda manipulación.

Localidad	Cantidad (ml)	Reactivo (ml)	Voltajes (V)	Temperatura (°C)
Soacha	5	1,0	1,11	19,5
	5	0,6	1,07	20,5
Mosquera	5	1,0	0,90	20
	5	0,6	0,75	20,5
Bogotá	5	1,0	1,13	21
	5	0,6	1,07	20,5

Tabla 3. Resultados obtenidos con el instrumento usando reactivo

Fuente: Mediciones realizadas por los autores con el instrumento análogo digital.

En la tabla 3 se consignan dos de las lecturas realizadas con las diferentes muestras bajo las mismas condiciones, en cantidad de agua (5 ml), en cantidad de reactivo (0,2 a 1,0 ml) y temperatura de trabajo (20,2 °C), aproximadamente. La referencia cuantitativa del cambio de color del agua al absorber el titulante reactivo es leída en voltios por medio del circuito electrónico del instrumento. Una de las lecturas por localidad es: 1,07 V para Soacha, 0,75 V para Mosquera y 1,07 V para Bogotá. Es importante determinar que estas variaciones también son atribuidas a interferencias externas: el procedimiento utilizado y aquellas correspondientes a la relación señal-ruido propias de los componentes electrónicos del instrumento.

El análisis gráfico de los datos presenta un comportamiento lineal de los valores tomados en cada muestra mediante una gráfica de titulación de tensión (V) en función de la concentración del reactivo; en ella se observa un comportamiento aproximadamente lineal y proporcional.

Luego, para la determinación del cálculo de error, se hace un análisis estadístico aplicando mínimos cuadrados para así conocer la pendiente y punto de corte en cada relación lineal. Por lo tanto, se obtiene la pendiente de 2,9 contra 2,92 calculado y un punto de corte sobre el eje de las ordenadas de 97,7 contra 97,5 calculado; la tendencia se aproxima a 1 con 0,987 como indicador de la linealidad de los datos obtenidos. De igual manera, se observa el punto de equivalencia donde la concentración presenta un cambio significativo tal que cuando el voltaje es de 1,11 V, esta concentración es 4,2 ml. Por lo tanto, en este punto se registra el valor de la concentración de cloro residual de las muestras de agua potable de esa localidad.

3. Conclusiones y recomendaciones

3.1. Conclusiones

- Los procedimientos basados en el análisis del espectro permiten la cuantificación de compuestos conocidos, fundamentados en criterios establecidos por distintos procedimientos regulados por entidades internacionales que definen la normatividad y calidad del agua para consumo humano.
- Los estudios efectuados validan la espectrometría como método de análisis y de medición experimental: Aplica la interacción entre la materia y la energía radiante; registra las ondas electromagnéticas que se propagan y transportan energía sin transferencia de materia; y permite determinar las características químicas y físicas del agua potable.
- La utilización de técnicas de color y de medición potenciométrica son métodos confiables de análisis en el suministro de información de los cambios fisicoquímicos del agua potable; de este modo permite adquirir datos de las pruebas y encontrar relación con ensayos realizados por investigadores como Willard Hobart H., Merritt Lynnel L., Robert Cooper, Jack Haller, William Mahan e Iván Kolthoff.
- La realización de titulaciones de tipo potenciométrico –en respuesta al cambio de un estímulo de color de una solución con el instrumento diseñado– cumple la misma función con respecto a métodos de medición utilizados actualmente, según consta en los resultados acreditados por el laboratorio Ivonne Bernier Ltda. en el informe A 25943 de análisis fisicoquímico de agua para las localidades de Mosquera, Soacha y Bogotá.

- Los resultados obtenidos permiten generalizar que los modelos de medición analíticos expuestos se interrelacionan, aun en condiciones básicas tanto en su elaboración como en su aplicación. Estos resultados muestran valores próximos en concentración de cloro para el agua potable establecidos en el artículo 38 del Decreto 475 de 1998, sobre el cual se expiden las normas técnicas de calidad del agua para consumo en Colombia (0,5-1,5 mg/l), y en la Resolución 2115 de 2007, sobre la calidad del agua para consumo humano.
- Como aporte profesional, se destaca el estímulo y fortalecimiento de la investigación como proceso de aprendizaje, ya que permitió establecer contacto entre el conocimiento académico adquirido en Ingeniería Electromecánica y la realidad tecnológica como camino fundamental en la solución a un problema y verificación de resultados.
- Este proyecto permitió identificar una problemática social que directamente afecta la calidad de vida de los seres humanos e invita a proponer y continuar con mecanismos de solución desde las ramas de la ingeniería y de la instrumentación.

3.2. Recomendaciones

Continuar mejorando el instrumento en cuanto a la adecuación de un protocolo de comunicación industrial de tipo serial para mediciones en proceso y muestreo; se permite así que parámetros de exactitud, precisión e incertidumbre sean más confiables, para objetivos de comercialización.

Continuar la investigación del modelo utilizado en este proyecto de medición de la concentración de cloro residual en el agua potable, fundamentado en la física y análisis químicos.

Buscar que la información sobre condiciones y medición de la calidad del agua suministrada para consumo humano sea de conocimiento del usua-

rio; de lo contrario, este tendría el derecho de hacer uso de la ley para exigir y garantizar que el agua potable no sea causa perjudicial para la vida humana o vaya en deterioro de la salud.

Es fundamental seguir contando con el acompañamiento y asesoramiento de profesionales que se han formado en temas relacionados con este tipo de proyectos, ya que involucran varias áreas del conocimiento y de la investigación.

4. Referencias

APHA (American Public Health Association), AWWA (American Water Works Association) y WPCF (Water Pollution Control Federation): *Métodos normalizados para el análisis de aguas potables y residuales*. Madrid, España: Ediciones Díaz de Santos, S. A. 1992.

Beer, Dieter; Bieri, Jack Haller, William Mahan e Iván Kolthoff Jost H; Macher, Ingolf; Prewo, Roland; and Vasella, Andrea. (1986). *Química analítica*, 69, 1172.

Calidad del agua en Colombia (2011). *Definición, diagnósticos y problemática del agua y sus complicaciones*.

Decreto 475 de 1998. Normas de calidad del agua potable para el territorio colombiano. Norma técnica colombiana para determinación de cloro residual. Santa Fe de Bogotá, D. C. Icontec 2002. NTC 903.

Defensoría del Pueblo. Informe de defensa 39-B de “diagnóstico sobre la calidad del agua para el consumo humano en Colombia”. Primer semestre de 2008.

Dereniak, E. L. y Growe G. D. *Detectores de radiación*. Editorial Prentice-Hall. 1998.

Hass Charles, N. (2002). *Calidad y tratamiento del agua de American Water Works Association*. EE.UU. 5.ª edición.

-
- Henao, S. y Sierra, C. (2003). "Actividad bactericida del ácido hipocloroso". *Revista Facultad de Medicina, Universidad Nacional*, 51(3): 136-142.
- Organización Mundial de la Salud [OMS]. (2010). "Calidad del Agua Potable en el mundo". División de Prevención y Control de Enfermedades a causa del agua".
- Organización Panamericana de la Salud (OPS). (2008). "Estimación de problemas de salud causados por la calidad del agua potable en el mundo".
- Rodríguez, M. (1986). *Determinación indirecta de especies orgánicas por espectroscopia de absorción*. Departamento de Química Analítica, Universidad de Salamanca.
- Rosito, C. y Quel, E. (1994). *Introducción al láser, física y tecnología*. Universidad de Buenos Aires, Argentina. Editorial Lugar, S. A. 134 p.
- Schilling, D. (1998). *Circuitos electrónicos discretos e integrados*. Instituto de Tecnología de New York. 3.ª edición. McGraw-Hill editores. 963 p.
- Skoog, D. (2001). *Principios de análisis instrumental*. EE. UU. Universidad de Stanford. 5.ª edición. 997 p.
- Willard, H. (1998). *Métodos instrumentales de Análisis*. Universidad de Michigan. Estados Unidos. Editorial Continental. 4.ª edición. 910 p.

