



# Agua con fines analíticos: calidad y sistemas de producción

<b>Apellidos, nombre</b>	Martínez Guijarro M <sup>a</sup> Remedios (mmarting@hma.upv.es)
<b>Departamento</b>	Departamento de Ingeniería Hidráulica y Medio Ambiente
<b>Centro</b>	Escuela Técnica Superior de Ingeniería de Caminos Canales y Puertos Universitat Politècnica de València

## 1 Resumen de las ideas clave

En este objeto de aprendizaje se muestran los diferentes tipos de agua purificada que se utilizan en los laboratorios. La calidad del agua que se utiliza en un laboratorio (destilada, desionizada, ultrapura, ...) está en función de los sistemas de producción del agua purificada, del fin analítico al cual se destine y de los requerimientos de calidad que determinadas aplicaciones necesitan.

Para seleccionar la calidad del agua adecuada para los trabajos del laboratorio hay que tener en cuenta las técnicas de análisis que se van a desarrollar. Es decir, la calidad del agua utilizada en el proceso analítico debe estar en consonancia con la calidad del resto de reactivos utilizados y con el equipamiento instrumental empleado.

El conjunto formado por agua, reactivos e instrumental empleado en una determinación debe permitir alcanzar unos límites de detección y cuantificación del analito (mg/L, µg/L, etc.) que sean adecuados, fiables y reproducibles.



**¿Sabrías definir “Límite de Detección” y “Límite de Cuantificación” de una técnica analítica?**

## 2 Objetivos

Una vez que el alumno se lea con detenimiento este documento, será capaz de:

- Diferenciar el agua purificada según su calidad
- Clasificar los tipos de agua purificada según su composición y tratamiento
- Nombrar los tipos de agua pura según la normativa UNE EN ISO y ASTM
- Citar los sistemas que producen agua purificada con distintos grados de pureza

## 3 Introducción

El agua es una molécula muy simple formada por 2 átomos de hidrógeno y un átomo de oxígeno. Esta simple combinación otorga propiedades excepcionales que han hecho del

agua el disolvente más importante de la tierra y un soporte esencial para el desarrollo de la vida [1].

La molécula de agua, aunque es eléctricamente neutra, es dipolar, es decir tiene dos zonas eléctricamente diferenciadas, una parte es negativa (zona del oxígeno) y la otra es positiva (zona del hidrógeno). Esta dipolaridad es la que le confiere al agua propiedades que la convierten en un buen disolvente. De hecho, el agua es conocida como el “disolvente universal”.

El agua disuelve fácilmente compuestos como las sales ya que al estar formadas por iones cargados negativamente y positivamente, estos quedan rodeados por las moléculas dipolares de agua (Fig 1). Pero también es un buen disolvente para moléculas neutras [1].

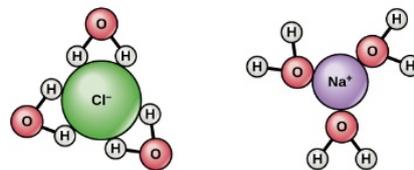


Figura 1. Iones de  $\text{Cl}^-$  y de  $\text{Na}^+$  rodeados por moléculas de agua

Debido a que el agua es un disolvente excelente, el agua es fácilmente alterada y especialmente el agua pura. Para conseguir resultados analíticos óptimos en los trabajos que se desarrollan en los laboratorios, se debe utilizar un agua con una calidad que este acorde con los métodos y la tecnología disponible [2]. Por ejemplo, en análisis instrumental (Absorción atómica, Cromatografía de gases y de líquidos...), en análisis clínicos, en cultivos celulares, etc., se debe emplear un agua que asegure la ausencia de determinados componentes que puedan interferir en los resultados finales.

Existen diferentes tratamientos para obtener agua purificada, con los que se consiguen agua pura de diferente calidad. El agua que se utilizará en el laboratorio estará en función de los criterios de calidad del usuario.

### Sabias que....

**... el agua “pura” solo se encuentra en la atmósfera**

Aunque el agua está presente prácticamente en toda la superficie terrestre solo podemos encontrarla en estado puro en la atmósfera [3, 4]

## 4 Desarrollo

En este apartado se nombran las impurezas del agua, se describen las metodologías y tratamientos que se utilizan en los procesos de purificación del agua y los diferentes tipos de agua purificada que existen en función de su composición. También se comentarán los requerimientos de pureza de un agua en función del uso al que sea destinada.

### 4.1 Impurezas del agua

Las impurezas que lleva el agua, y que deben ser eliminadas para la obtención de agua pura, se dividen en los siguientes grupos [1]:

- ✓ Iones inorgánicos como los cationes  $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{Mg}^{+2}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Fe}^{+2}$ , y aniones como  $\text{CO}_3^{-2}$ ,  $\text{OH}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{PO}_4^{-3}$ , etc. La presencia en el agua de estos iones y otros, dependerá del origen del agua.
- ✓ Compuestos orgánicos principalmente de origen biológico. Algunos de estos provienen de la descomposición de plantas como los ácidos húmicos, taninos, lignina. Aunque también hay impurezas orgánicas de origen antrópico como por ejemplo las tuberías de PVC que pueden filtrar sus ésteres de ftalato al agua.
- ✓ Partículas y coloides, como partículas de desechos vegetales, partículas de arena, etc.
- ✓ Microorganismos (bacterias, algas,....)
- ✓ Gases como  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{S}$ ,  $\text{O}_2$ ,  $\text{NH}_3$ , ...

Para eliminar estas impurezas del agua se requiere aplicar distintos tratamientos y estos estarán en función no solo de la impureza que se desee eliminar si no también de la calidad que se requiere del agua.

### 4.2 Sistemas de purificación de agua

Existen distintos procesos para eliminar impurezas y contaminantes del agua. En función de las necesidades de calidad del agua se utilizarán unos sistemas u otros (Figura 2).

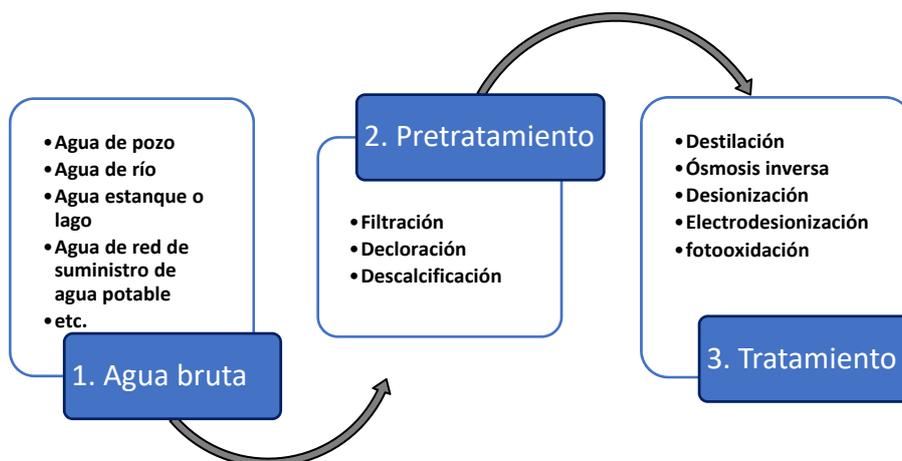


Figura 2. Tratamientos del agua para su purificación

1. **Agua de alimentación del sistema:** En primer lugar, hay que tener en cuenta la calidad del agua que se utiliza como materia prima o agua bruta que va a alimentar a los



sistemas de producción de agua purificada, ya que su composición dependerá de su procedencia.

## 2. Pretratamiento

Filtración: en este proceso se eliminan partículas en suspensión mediante filtros de diferentes micras de tamaño de poro.

Declaración: se elimina el cloro presente en el agua y también materia orgánica disuelta mediante un filtrado con filtros de carbón activo.

Descalcificación: se eliminan las sales de calcio y magnesio, principalmente cuando se trabaja con agua duras. Se realiza mediante un intercambio de iones en una resina que se regenera con sal.

## 3. i) Tratamientos convencionales

Destilación: es el método más antiguo de obtención de agua purificada. Consiste en calentar el agua hasta ebullición y el vapor se separa, se condensa y se recolecta. Se eliminan sales, sólidos en suspensión y materia orgánica (deja pasar volátiles hasta 100°C), consiguiendo un agua  $\approx 3 \mu\text{S}/\text{cm}$  [5,6]

Desionización: Es un proceso de purificación del agua mediante resinas de intercambio iónico que retienen los iones (cationes y aniones) de las sales disueltas en el agua. Este método no elimina compuestos orgánicos, partículas, microorganismos y tampoco especies no cargadas [7]

Ósmosis inversa: La ósmosis es un proceso físico que se produce entre dos soluciones con diferente concentración de solutos, separadas ambas mediante una membrana semipermeable (deja pasar solo el disolvente). Entre ambas soluciones, se genera un flujo de disolvente empujado por la presión osmótica, desde la solución más diluida a la más concentrada hasta que las concentraciones se igualen. Este proceso se produce de manera espontánea sin necesidad de aporte energético [8]. Sin embargo, para el tratamiento de purificación del agua se invierte el proceso y por tanto el flujo de disolvente (agua) se establece de la solución más concentrada a la más diluida. Para ello será necesario vencer la presión osmótica aplicando una presión mayor hasta conseguir revertir el proceso. De esta forma se obtiene, en un lado de la membrana agua con un menor contenido de sales disueltas, materia orgánica, microorganismos, etc., denominada permeado. Del otro lado de la membrana se obtiene agua con alta concentración en sales, sólidos, microorganismos, etc.

La ósmosis inversa puede eliminar el 95-99% de sólidos disueltos y el 99% de bacterias [8,9]

## 3. ii) Tratamientos más novedosos

Electrodesionización: este tratamiento combina la electrodiálisis y el intercambio iónico para purificar el agua. La electrodiálisis consiste en el transporte de los iones a través de membranas selectivas utilizando como fuerza impulsora la energía eléctrica. En la combinación de ambos procesos en primer lugar se produce una desionización por intercambio iónico y las resinas son regeneradas continuamente por la corriente eléctrica reemplazando a la regeneración química. [1]

Fotooxidación: Esta técnica se basa en la utilización de la radiación ultravioleta (entre 185 y 254 nm) para producir reacciones de oxidación eliminando de esta forma materia orgánica, microorganismos y sus metabolitos [1,7]

## 4.3 Clasificaciones del agua purificada.

El agua pura según su calidad se clasifica en diferentes tipos. Esta clasificación la realizan organismos e instituciones como [5]:

### 4.3.1 International Organization for Standardization (ISO)

En España mediante la Norma UNE EN ISO 3696 (trasposición de la norma europea EN ISO 3696 de fecha abril 1995, que a su vez adopta íntegramente la Norma Internacional ISO 3696:1987), clasifica al agua pura en 3 clases:

**Clase 1:** Agua exenta de contaminantes constituidos por iones disueltos o coloidales y materias orgánicas. Se puede preparar a partir de agua de clase 2 a la cual se le somete a un tratamiento adicional. Es apropiada para análisis exigentes como cromatografía líquida de alta definición [6].

**Clase 2:** Agua con muy pocos contaminantes inorgánicos, orgánicos o coloidales. Se obtiene mediante destilación múltiple o por desionización u ósmosis inversa seguida de destilación [6].

**Clase 3:** Agua apropiada para la mayoría de los trabajos de química en laboratorio por vía húmeda y la preparación de soluciones de reactivos. Se obtiene por una sola destilación, por desionización o por ósmosis inversa [6].

El agua de partida para obtener estas 3 clases de agua debe ser potable y razonablemente pura. Si no es así requerirá algún tratamiento previo.

En la tabla siguiente (Tabla1) aparecen las especificaciones que figuran en la Norma y que debe cumplir el agua según la clase 1, 2 y 3.

Parámetro	Clase 1	Clase 2	Clase 3
Intervalo de pH a 25°C límites incluidos	N/A <sup>(i)</sup>	N/A <sup>(i)</sup>	5,0 a 7,5
Conductividad eléctrica $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25°C	0,1 <sup>(ii)</sup>	1,0 <sup>(ii)</sup>	5,0
Materia oxidable (permanganimetría), Contenido de oxígeno, mg/L máx.	N/A <sup>(iii)</sup>	0,08	0,4
Absorbancia a 254 nm con célula de 1 cm de espesor, unidades de absorbancia, máx.	0,001	0,01	N/E
Residuo después de evaporar y calentar a 110°C, mg/kg, máx	N/A <sup>(iii)</sup>	1	2
Contenido en sílice $\text{SiO}_2$ mg/L, máx.	0,001	0,02	N/E
<p>N/A: no aplicable; N/E: no especificada</p> <p>(i) A causa de las dificultades asociadas a la medición del valor del pH del agua de alta pureza y de la dudosa importancia del valor obtenido, no se han fijado límites para el pH del agua de clase 1 y de clase 2</p> <p>(ii) Los valores de la conductividad para el agua de clase 1 y de clase 2 son aplicables al agua recién preparada; durante su conservación se pueden producir cambios en la conductividad debidos a contaminantes tales como <math>\text{CO}_2</math> de la atmósfera y los álcalis de los recipientes de vidrio.</p> <p>(iii) Para el agua de clase 1 no se especifican límites para la materia oxidable y para el residuo después de evaporada por la dificultad del cumplimiento del ensayo con este nivel de pureza. La calidad del agua de clase 1, sin embargo, está asegurada por el cumplimiento de las otras especificaciones y por su método de preparación</p>			

Tabla 1. Clasificación del agua pura y valores de los parámetros físico-químicos según especificaciones de la Norma UNE EN ISO 3696 [10]

En esta norma también se especifican los métodos de ensayo para determinar los valores indicados de los parámetros requeridos (no mostrados en Tabla 1).

### 4.3.2 American Society for Testing and Materials (ASTM)

Este organismo mediante la norma ASTM D1193-06 (reaprobada en 2018) [11] especifica 4 tipos de agua en función de los parámetros físico-químicos como conductividad eléctrica, contenido de carbono orgánico total (TOC), sílice, etc., cuyos valores deben ser como máximo los que se muestran en la Tabla 2.

**Tipo I:** El agua del tipo I se usa para procedimientos que requieren de máxima exactitud y precisión (Absorción Atómica, HPLC, PCR, Cultivos Celulares, etc.) [6]. Este tipo de agua se prepara mediante destilación u otro proceso igual, seguido de un afinado final con un lecho mixto de materiales intercambiadores de iones y un filtrado final a través de un filtro de membrana de 0,2  $\mu\text{m}$

**Tipo II:** Este tipo de agua se utiliza para la mayoría de las pruebas analíticas y generales de laboratorio como por ejemplo análisis microbiológico, cámaras de niebla salina, cultivos hidropónicos, limpieza de material (lavavajillas), autoclaves, etc. Esta agua se obtiene por destilación y el producto destilado debe tener una conductividad menor de 1  $\mu\text{S}/\text{cm}$ . Por esta razón antes de la destilación puede ser requerido un tratamiento previo de ósmosis inversa, intercambio iónico y adsorción orgánica.

**Tipo III:** Agua apropiada para pruebas generales de laboratorio, para la mayoría de análisis cualitativos y para lavado o enjuague del material de laboratorio (pipetas, vasos de precipitados, matraces, etc.). Esta agua puede ser preparada mediante destilación, intercambio iónico, electrodesionización, ósmosis inversa o una combinación de ellos, con un filtrado final mediante con un filtro de membrana de 0,45  $\mu\text{m}$ .

**Tipo IV:** Agua para la preparación de soluciones y para el lavado o enjuague del material de laboratorio. Se obtiene mediante destilación, intercambio iónico, electrodesionización, ósmosis inversa o una combinación de ellos.

Además, si es necesario establecer un control microbiológico del agua, esta norma establece 3 grados que se aplican a los 4 tipos de agua y que hacen referencia específicamente a los contaminantes microbiológicos (valores máximos en Tabla 3).

Parámetro	Tipo I	Tipo II	Tipo III	Tipo IV
Conductividad eléctrica $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25°C	0,056	1,0	0,25	5,0
Resistividad eléctrica $\text{M}\Omega\text{-cm}$ a 25°C	18,0	1,0	4,0	0,2
pH 25°C	-	-	-	5,0-8,0
TOC máx. $\mu\text{g}/\text{L}$	50	50	200	-
Sodio máx. $\mu\text{g}/\text{L}$	1	5	10	50
Sílice máx. $\mu\text{g}/\text{L}$	3	3	500	-
Cloro máx. $\mu\text{g}/\text{L}$	1	5	10	50

Tabla 2. Tipos del agua pura y valores de los parámetros físico-químicos máximos según especificaciones de la Norma ASTM D1193-06 [11]

Parámetro microbiológico	Grado A	Grado B	Grado C
Bacterias heterotróficas, ufc/100mL	1	10	1000
Endotoxinas, UE/mL	0,03	0,25	-

Tabla 3. Grados del agua pura y valores de los parámetros microbiológicos según especificaciones de la Norma ASTM D1193-06 [11]

### 4.3.3 Otras organizaciones que estableces estándares de calidad para el agua purificada

Otras organizaciones que han fijado estándares de calidad para el agua purificada en función del uso son el Comité Nacional para Normas de Laboratorios Clínicos (NCCLS), (Tabla 4) y las Farmacopeas de Estados Unidos (USP) y de Europa (EP), (Tabla 5) que también establecen criterios de pureza para agua con aplicaciones estériles y para inyectables.

Parámetro	Tipo I	Tipo II	Tipo III
Bacterias, UFC/mL	<10	<1000	NA
pH	NA	NA	5,0-8,0
Resistividad MΩ a 25°C	>10	>1	>0,1
Sílice mg/L	<0,05	<0,1	<1
Sólidos totales mg/L	0,1	1	5
Carbono orgánico oxidable, mg/L	<0,05	<0,2	<1
Agua tipo I no debe tener partículas mayores de 0,2 μm; La resistividad del agua tipo I debe medirse en línea			

Tabla 4. Grados del agua pura y valores de los parámetros físico-químicos y microbiológicos según especificaciones del Comité Nacional para Normas de Laboratorios Clínicos (NCCLS) [5]

Parámetro	EP	USP
Bacterias, orientativo	<100 CFU/mL	<100 CFU/mL
Nitratos	<0,2 ppm	-
Metales pesados	<0,1 ppm	-
Carbono orgánico total	<500 μg/L C	<500 μg/L C
Conductividad	< 4,3μS/cm a	< 1,3μS/cm a 25°C

Tabla 5. Valores de los parámetros físico-químicos y microbiológicos del agua pura según especificaciones de las farmacopeas europea (EP) y americana (USP) [5]

## 4.4 Procedimientos de obtención de agua purificada de diferentes calidades

El proceso que debe seguirse para obtener agua de una determinada calidad está formado por una serie de etapas tal y como se muestra en la figura 3. El número de etapas para conseguir la calidad final deseada dependerá de la composición del agua bruta, es decir, de la cantidad y naturaleza de los componentes que lleva el agua inicial, y de la calidad final deseada.

En cada etapa del tratamiento se consigue un agua de determinada calidad que se utilizará para alimentar el sistema de la etapa siguiente, si se necesita un agua de mayor pureza. Por ejemplo, el agua obtenida tras un proceso de ósmosis se utiliza para alimentar el tratamiento de desionización. A su vez, el agua obtenida tras la desionización sirve para alimentar el sistema de obtención de agua ultrapura.

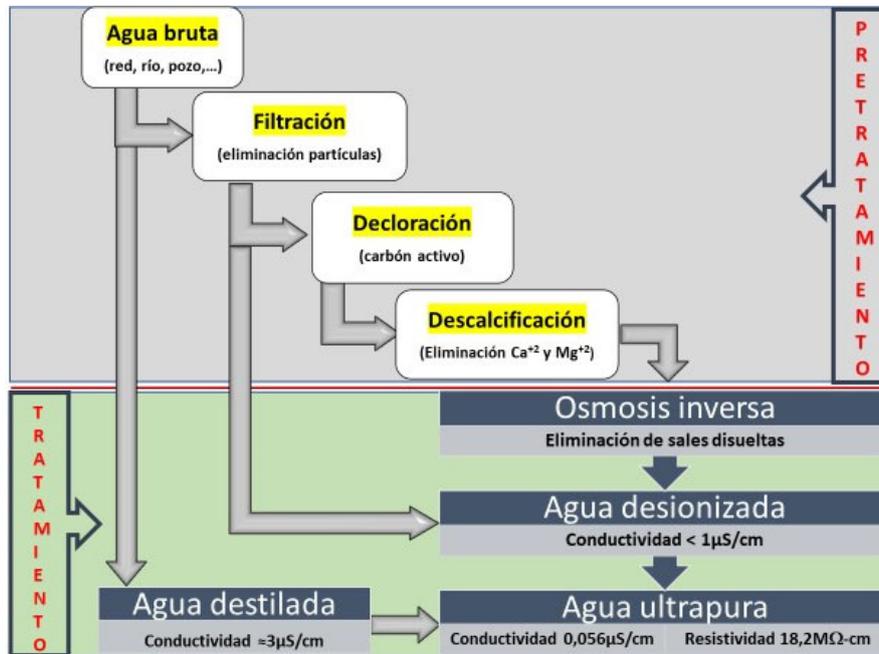


Figura 3. Esquema del proceso para la obtención de agua con fines analíticos [5].

## 5 Cierre

Este objeto de aprendizaje tiene como resultado que el alumno sea capaz de nombrar las impurezas del agua que deben eliminarse para obtener agua de grado analítico, citar las distintas calidades de agua pura según normativa, y describir de forma general los sistemas de tratamiento para la obtención del agua purificada de uso en laboratorio.





¿Sabrías definir "Límite de Detección" y "Límite de Cuantificación" de una técnica analítica?

**Límite de Detección (LDD o LOD en inglés)** número expresado en unidades de concentración (o cantidad) que describe el más bajo nivel de concentración (o cantidad) de una sustancia que puede determinarse como estadísticamente diferente del blanco analítico (IUPAC 1975)

**Límite de Cuantificación (LDD o LOD en inglés)** concentración mínima de un analito que, en una matriz dada y con un método determinado, tiene una probabilidad del 99% de ser identificado, determinado cualitativamente, e informado como mayor que cero.



## 6 Bibliografía

- [1] Water in the Laboratory, tutorial. Merck-Millipore. [Consultado en octubre 2020]. Disponible en: <https://www.merckmillipore.com/ES/es/water-purification/learning-centers/tutorial/water/0Oub.qB.Ku8AAAFAlvZkiQz5,nav>
- [2] Ultrapura 2. [Consultado en octubre 2020]. Disponible en: <http://filtrosyequipos.com/festa/FESTA/ultrapura/ultrapura2.pdf>
- [3] Rodríguez Alonso Juan José. Operaciones básicas de laboratorio de química. 1ªed. Murcia Ediciones Ceysa: Cano pina S.L; 2005.
- [4] Open MS. Uso del agua atmosférica. [Consultado en octubre 2020]. Disponible en: <http://www.openms.es/sites/default/files/documentacion/Sistemas%20AQUAIR%20Openwater.pdf>
- [5] Wasserlab. Generalidades sobre agua ultrapura. [Consultado en octubre 2020]. Disponible en: <https://www.wasserlab.com/gestor/recursos/uploads/02.3%20Generalidades%20sobre%20al%20agua%20purificada.pdf>
- [6] Valdivia-Medina, Rodes Yanet; Pedro-Valdés, Sandra; Laurel-Gómez, Maylin AGUA PARA USO EN LABORATORIOS Boletín Científico Técnico INIMET, núm. 1, 2010, pp. 3-10 Instituto Nacional de Investigaciones en Metrología Ciudad de La Habana, Cuba
- [7] González Ruiz M.L., La calidad del agua para fines analíticos. Trabajo fin de grado. Universidad de Sevilla. [Consultado en octubre 2020]. Disponible en: <https://idus.us.es/bitstream/handle/11441/82768/Gonzalez%20Ruiz%2C%20Mar%C3%ADa%20Luisa.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- [8] <https://www.iagua.es/respuestas/que-es-osmosis>
- [9] Escobedo M.T., Salas J.A., Muñoz M.G., 2006. Evaluación de los procesos de purificación de una despachadora de agua potable en Ciudad Juárez. Ciudad Juárez, Chihuahua. CULCYT//Cultura Científica y Tecnológica. 3(13):17-25
- [10] Norma UNE EN ISO 3696: 1987. Agua para uso en análisis de laboratorio. Especificación y métodos de ensayo
- [11] ASTM D1193–06 (Reapproved 2018). Standard Specification for Reagent Water