

LA CALIDAD DEL AGUA PARA FINES ANALÍTICOS



- MARÍA LUISA GONZÁLEZ RUIZ -



FACULTAD DE FARMACIA

Departamento de Química Analítica

Grado en Farmacia

LA CALIDAD DEL AGUA PARA FINES ANALITICOS

Trabajo Fin de Grado
Revisión bibliográfica

María Luisa González Ruiz

Tutora: *M^a Ángeles Herrador Morillo*

Sevilla, julio 2018

ÍNDICE

| | Página |
|---|--------|
| RESUMEN | 1 |
| 1. INTRODUCCIÓN | 2 |
| 2. OBJETIVOS | 4 |
| 3. METODOLOGÍA | 4 |
| 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN | 6 |
| 4.1. La calidad del agua y sus usos en el laboratorio analítico | 6 |
| 4.2. Procedimientos empleados para la purificación del agua | 12 |
| 4.2.1. Tecnologías convencionales | 15 |
| 4.2.2. Tecnologías novedosas | 21 |
| 4.3. Normativas de referencia. Estándares internacionales | 26 |
| 4.4. Conservación del agua purificada y análisis rutinario | 28 |
| 4.5. La calidad del agua en el Departamento de Química Analítica | 29 |
| 4.6. Purificación del agua para otros usos de interés en farmacia | 33 |
| 5. CONCLUSIONES | 35 |
| 6. BIBLIOGRAFÍA | 36 |

RESUMEN

Aunque el concepto de calidad ha sido definido por diferentes organismos son los laboratorios analíticos, los que deben implicarse en el desarrollo de este concepto, mediante la implantación de un sistema de gestión de calidad, que sea admitido de forma internacional como la única vía para obtener resultados analíticos fiables y reproducibles.

El sistema de calidad que debe implantar un laboratorio depende del tipo de actividad que desarrolle, pero el fin último de estos será alcanzar la calidad requerida en sus análisis e investigaciones. La calidad debe garantizarse desde la elección adecuada de las técnicas de análisis hasta, algo tan simple, como los disolventes. El agua es conocida como el disolvente universal; de aquí que el agua analítica también requiera una calidad específica necesaria tanto para los análisis como para su empleo en fines farmacéuticos.

El agua solo se encuentra en estado puro en la atmósfera. Su ciclo natural le hará adquirir distintos tipos de impurezas que determinaran su composición. Con el fin de eliminar estos componentes indeseables hay que someter el agua a distintas técnicas de purificación que permitirán obtener un agua analítica con calidad adecuada a su finalidad.

En este trabajo se describen las distintas tecnologías, tanto las más tradicionales como las más novedosas. Sin embargo, hay que resaltar que en la mayoría de los casos, se requiere la combinación de varias de ellas para conseguir obtener un agua de la calidad requerida.

Según los componentes eliminados en el proceso de purificación se va a obtener un agua con diferente grado de calidad y pureza lo que permite clasificar el agua analítica en diferentes tipos, según adquiera unos diferentes valores en sus parámetros físicos, químicos y microbiológicos, que la catalogaran dentro de un determinado grupo.

Los análisis de calidad deben garantizar siempre la calidad del agua analítica, así como la valoración del estado del agua, que le otorgará la calidad necesaria para fines analíticos.

Palabras claves: calidad analítica, agua purificada, métodos de purificación, water quality.

1. INTRODUCCIÓN

La Química Analítica tiene como misión fundamental la generación de información cualitativa, cuantitativa y estructural sobre cualquier tipo de proceso. De forma más genérica, consiste en obtener más cantidad de información y de mayor calidad utilizando cada vez menos material, menos tiempo, menos esfuerzo, con menores costes y riesgos. Por tanto, en un laboratorio analítico, se debe llevar a cabo un proceso analítico con el fin de obtener resultados de calidad, que sean fiables y reproducibles (Campañó y Ríos, 2002).

Para conseguir buenos resultados analíticos hay que seguir una serie de etapas sucesivas que constituyen el Proceso Analítico General. Dicho proceso comienza con el planteamiento del problema analítico, le siguen la elección del método, la toma y preparación de la muestra, la adquisición, tratamiento y evaluación de datos para concluir con el informe final y la resolución del problema analítico planteado que solamente será adecuado si los datos analíticos obtenidos son fiables (Campañó y Ríos, 2002; Pérez, 2014).

Actualmente, la fiabilidad de los resultados analíticos ha mejorado en términos generales, debido a que los laboratorios disponen de nuevas tecnologías y herramientas, pero este hecho, por sí solo, no garantiza la fiabilidad y calidad de los análisis; ya que solamente si los laboratorios disponen de sistemas de calidad se obtendrán resultados fiables. Por sistema de calidad se entiende la organización estructurada con procesos, procedimientos y recursos necesarios para establecer la gestión de calidad y que ayudan a mantener la credibilidad sobre el trabajo que se lleva a cabo (Cámara y cols., 2004).

El sistema de calidad que debe implantar un laboratorio depende del tipo de actividad que desarrolle (Sagrado y cols., 2005). Por lo que respecta a los laboratorios de ensayo y calibración, entre los que se incluyen los laboratorios analíticos, se debe seguir la norma internacional ISO/IEC 17025 (AENOR, 2015) en la cual se especifican todos los requisitos que tiene que cumplir los laboratorios de ensayo y calibración si desean demostrar que

poseen un sistema de gestión, son técnicamente competentes y son capaces de generar resultados técnicamente válidos. En los laboratorios que realicen estudios toxicológicos de productos químicos se deben implantar, con carácter obligatorio, los requisitos recogidos en las Buenas Prácticas de Laboratorio (Christian, 2009). Además, los laboratorios que realicen análisis farmacéuticos deben reunir la seguridad, especificad, sensibilidad y precisión conforme a las guías publicadas de la Farmacopea que se verán posteriormente (Ermer y Miller, 2005).

En estos sistemas de gestión de calidad se hace referencia, en mayor o menor extensión, a las instalaciones y condiciones ambientales del laboratorio, los métodos y procedimientos de trabajo, la cualificación del personal, el buen funcionamiento y calibración de los equipos, las materias primas, los reactivos y disolventes (entre los que se encuentra el agua) que han de ser de pureza, calidad y características adecuadas al tipo de análisis requerido (Christian, 2009; Campañó y Ríos, 2002).

El agua es considerada como el “disolvente universal” ya que es el disolvente más utilizado, para diferentes aplicaciones, en el laboratorio analítico y su grado de pureza va a tener una gran influencia sobre la calidad de los resultados de los análisis.

El agua usada en los laboratorios, mal denominada agua “destilada”, es en realidad agua “purificada” en la que, en mayor o menor grado, se han eliminado diferentes impurezas, tanto orgánicas como inorgánicas, del agua de partida. Esta agua debe conservarse y almacenarse el menor tiempo posible, y en recipiente adecuados, para evitar su contaminación y deben realizarse análisis de control periódicos para comprobar que sigue manteniendo sus características de calidad y pureza. En definitiva, el agua para fines analíticos, debe reunir una calidad óptima, que nunca deber ser superior a la requerida por el análisis, ya que esto aumentaría de forma innecesaria el coste, pero tampoco puede ser de inferior calidad pues esto daría lugar a resultados analíticos no fiables y del proceso analítico, en el que se han invertido dinero, tiempo y esfuerzo, se derivarían unas conclusiones incorrectas con las consecuencias que supondrían las decisiones tomadas en base a la mismas (Campañó y Ríos, 2002; OMS, 2016).

En este trabajo de fin de grado se describirán las diferentes metodologías y procedimientos empleados en los procesos de purificación del agua así como los distintos requerimientos de calidad y pureza para su uso en los laboratorios analíticos.

2. OBJETIVOS

El objetivo principal de este trabajo de fin de grado es poner de manifiesto la gran importancia que tiene la calidad del agua usada, principalmente como disolvente, en los laboratorios analíticos y su contribución decisiva en la calidad de los resultados analíticos.

Se proponen los siguientes objetivos concretos para alcanzar este objetivo principal:

- Definir y comentar la diferente terminología asociada al concepto de agua purificada.
- Describir las distintas características que deben reunir las aguas para su uso en el laboratorio y como éstas pueden variar según su aplicación concreta.
- Exponer las principales técnicas, desde las consideradas más clásicas hasta las más novedosas, empleadas en los procesos de purificación del agua para su uso en el laboratorio.
- Mostrar los diferentes estándares de calidad del agua emitidos por diferentes organismos internacionales y realizar un estudio comparativo de los mismos.
- Conocer los parámetros de calidad del agua para otros usos de interés en farmacia.

3. METODOLOGÍA

Para la realización de este trabajo de revisión bibliográfica sobre la calidad del agua con fines analíticos, se han utilizado diferentes fuentes de información en las que se incluyen bases de datos, libros, artículos científicos, portales de búsqueda en internet, etc.

Se siguió la siguiente estrategia de búsqueda: primero se realizó una extensa lectura de varios documentos para poder aportar una visión general de la calidad y de la Química Analítica, con el fin de obtener resultados de búsqueda fiables para la revisión.

Se accedió, gracias al portal FAMA de la Universidad de Sevilla, a diversos artículos y libros que proporcionaron un concepto más específico del agua para el laboratorio. Para ello se emplearon palabras claves como: “agua”, “agua purificación”, “calidad”, “métodos de purificación”, “water quality”...

Tras encontrar una gran cantidad de resultados, lo primero que se realizó fue un cribado de la información para poder eliminar aquellas fuentes que no estuvieran relacionados con la calidad del agua analítica ni con sus fines para laboratorio.

Acto seguido se reorganizó la información según la relevancia de su contenido y se estableció una nueva estrategia, que se centraba principalmente en la definición de métodos de separación; entendiéndose estos como técnicas de purificación del agua, debido a que el objetivo principal de esta revisión es la obtención de un agua con calidad analítica suficiente, mediante la eliminación y separación de impurezas.

En cuanto a las figuras y tablas hay que destacar que la gran mayoría de las tablas son de elaboración propia, o adaptadas de artículos, y diseñadas basándose en información contenida en libros y bases de datos anteriormente mencionadas. La mayoría de las figuras, en cambio, han sido tomadas de Google imágenes o de libros o artículos; algunas han sido adaptadas y otras son de elaboración propia, como varias fotografías de equipos.

Para el desarrollo de la discusión y resultados se han utilizado desde libros de métodos de separación y purificación a libros básicos de Química Analítica siendo el libro de Campañó Beltrán R y Ríos Castro A., “Garantía de la calidad en los laboratorios analíticos” el que ha servido de hilo conductor, para una mayor comprensión de los conceptos.

También se han consultado páginas webs de instituciones competentes como las guías de calidad del agua publicadas por organismos como la Farmacopea, o normas oficiales como ISO 3696 Water For Analytical Laboratory use, entre otras.

Se han utilizado documentos bibliográficos tanto en español como en inglés, por lo que para su mayor entendimiento se han utilizado diccionarios online como WordReference.

Por ultimo destacar que todos los artículos, revistas, libros e información utilizada de páginas web constituyen la bibliografía de este trabajo.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. La calidad del agua y sus usos en el laboratorio analítico

El agua es el compuesto químico identificado como H_2O y es uno de los principales componentes de la naturaleza; forma parte de mares, lagos y ríos. Además, también representa el 60 -70% del cuerpo humano.

Se encuentra prácticamente presente en toda la superficie terrestre pero solo existe en estado puro en la atmosfera, en forma de vapor, que por variaciones de presión o temperatura puede separarse en forma de precipitaciones (Rodríguez, 2005).

El agua en sentido estricto, no se consume, solo se utiliza. En la naturaleza, el agua recorre el ciclo denominado ciclo del agua representado en la Figura 1.



Figura 1.- Esquema simplificado del ciclo del agua obtenida. (www.ck12.org)

Este ciclo natural hace que al final el agua adquiera compuestos que se consideran impurezas, pues como bien se ha mencionado antes el agua pura solo se encuentra en la atmosfera.

Estas impurezas se pueden clasificar en tres grandes grupos (Valdivia y cols., 2010):

- Impurezas iónicas o inorgánicas disueltas.
- Impurezas no iónicas insolubles (partículas orgánicas, microorganismos, pirógenos...)
- Impurezas gaseosas

En la Tabla 1 se muestran las principales impurezas incluidas dentro de la clasificación anterior.

Tabla 1.- Impurezas adquiridas por el agua en su ciclo natural.

| IONICAS DISUELTAS | | NO IONICAS INSOLUBLES | GASEOSAS |
|------------------------------|-------------------------------|---------------------------|------------------|
| Cationes | Aniones | | |
| Ca ²⁺ | HCO ₃ ⁻ | Turbidez | CO ₂ |
| Mg ²⁺ | CO ₃ ²⁻ | Color | H ₂ S |
| Na ⁺ | OH ⁻ | Materia Orgánica | NH ₃ |
| K ⁺ | SO ₄ ²⁻ | SiO ₂ coloidal | CH ₄ |
| NH ₄ ⁺ | Cl ⁻ | Microorganismos | O ₂ |
| Fe ²⁺ | NO ₃ ⁻ | Bacterias | Cl ₂ |
| Mn ²⁺ | PO ₄ ³⁻ | | |
| | SiO ₄ | | |
| | Materia Orgánica | | |
| | Color | | |

Las impurezas no solubles suspendidas son partículas sólidas que pueden estar presentes en el agua en cantidades mínimas, pero que deben eliminarse, generalmente mediante un sistema de filtración, siendo, a veces, necesario un proceso de esterilización para evitar el crecimiento microbiano y la presencia de esporas.

Las impurezas disueltas no pueden eliminarse por procedimientos mecánicos y se deben emplear otros procedimientos como ósmosis inversa, desmineralización con resina catiónica y aniónica, etc; así como combinaciones de distintos procesos que se explicaran más adelante.

Atendiendo a su grado de impureza, el agua se puede clasificar en tres grupos: Agua de Grado 1, de Grado 2 y de Grado 3, cuyas características y usos se definen seguidamente:

- **Agua de Grado 1.-** Exenta de partículas sólidas, sus impurezas están constituidas principalmente por iones disueltos. Se emplea en aquellos análisis que requieren máxima exactitud y precisión y necesitan agua con características muy exigente en cuanto a pureza (Cienytec, 1991).
- **Agua de Grado 2.-** Agua con presencia de partículas y coloides suspendidos. Puede ser empleada en aquellos análisis que necesitan unas cantidades mínimas de disolvente y que no requiere agua con características tan estrictas como la de Grado 1 (Cienytec, 1991).
- **Agua de Grado 3.-** Apropiaada para la mayoría de los procesos llevados a cabo en los laboratorios químicos y la preparación de disoluciones de reactivos. No reúne unas características específicas y solo requiere un grado mínimo de calidad, se emplea también para enjuagues y lavados (Valdivia y cols., 2010; Cienytec, 1991).

Por tanto, según el tipo de análisis a realizar se llevará a cabo una elección adecuada del disolvente, en este caso el agua en cuanto a su contenido en impurezas (Campañó y Rios, 2002).

Los requisitos de calidad o pureza viene establecidos por distintos organismos o instituciones como International Organization for Standardization (ISO) o American Society for Testing and Materials (ASTM) entre otras, que definirán las normas y criterios de la pureza del agua que se comentarán más adelante.

Para conocer la calidad y pureza del agua es necesario realizar la medición de diferentes parámetros que habrá que tener en cuenta a la hora de llevar a cabo un análisis, así como a la hora de elegir una determinada clase de agua según la finalidad de dicho análisis. Estos parámetros, agrupados en tres categorías, se recogen en la Tabla 2 (Sierra, 2011) y se describirán brevemente a continuación.

Tabla 2.-Principales parámetros que influyen en la calidad del agua.

| | | |
|-----------------------------------|--|--|
| PARÁMETROS FÍSICOS | Turbidez Color Visibilidad Olor Sabor Temperatura Solidos | |
| PARÁMETROS QUÍMICOS | Indicadores | Conductividad pH Dureza |
| | Sustancias químicas | |
| PARÁMETROS MICROBIOLÓGICOS | <i>Enterobacter, Klebsiella...</i> | |

PARÁMETROS FÍSICOS: En este grupo se encuentran aquellas sustancias que tiene implicación directa en las condiciones estéticas del agua, incluyen:

- *Turbidez*: capacidad que tiene la sustancia suspendida en obstaculizar el paso de luz. Puede ser debida a diferentes causas, pero normalmente suele tener un origen inorgánico. Los procesos para ajustarla podrían ser: coagulación, sedimentación y filtración. Hay que tener en cuenta que cuanto mayor es la turbidez la filtración se vuelve más costosa ya que se requieren más filtros, mayores unidades de cloro y más tiempo.
- *Color*: aunque está asociado a la turbiedad se considera una característica independiente pues mientras la turbidez se debe a partículas suspendidas en función de su tamaño, el color lo hace según los coloides generados y sustancias disueltas.
- *Visibilidad*: representa la profundidad hasta donde es capaz de penetrar la luz en el agua. Esta afectada por la turbidez pues no deja pasar la luz para ver que hay en el agua.
- *Olor y sabor*: ambos se deben, principalmente, a la presencia de sustancias indeseables producidos generalmente por la descomposición de la materia orgánica.
- *Temperatura*: su importancia se debe a que puede afectar a la viscosidad y la velocidad de las reacciones química, además de intervenir en la mayoría de los procesos de tratamiento de agua.

- *Sólidos*: para dar a conocer la calidad del agua hay que evaluar la presencia de sólidos presentes en la misma.

PARÁMETROS QUÍMICOS: entre ellos se incluyen (León y Andrueza, 2014):

- *Indicadores*: parámetros cuyos valores son indicativos de diferentes componentes presentes en el agua a concentración determinada. Entre ellos destacan:

-Conductividad: propiedad indicativa del contenido total en sales disueltas en el agua (cationes y aniones) como Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , PO_4^{3-} , HCO_3^- y Cl^- . Altos valores de conductividad indican la presencia de impurezas indeseables en el agua.

-pH: expresa el grado de Acidez (debido a la presencia en el agua de ácidos fuertes o a la absorción de CO_2 atmosférico) basicidad del agua y de Alcalinidad (causada por la presencia de sustancias básicas, principalmente iones CO_3^{2-} y HCO_3^-). Este indicador importante en la calidad del agua ya que puede influir en ella produciendo sabores y olores desagradables.

-Dureza: debida, principalmente, a la presencia de sales de Ca^{2+} y Mg^{2+} . Las aguas duras generalmente también son alcalinas por lo que provocan problemas como la formación de precipitados, CaCO_3 , que taponan y obstaculizan de flujo en tuberías y aparatos.

- *Sustancias químicas*: el agua es conocida como el disolvente universal por lo que en ella se pueden encontrar gran cantidad de compuestos químicos y otras sustancias disueltas que pueden afectar en mayor o menor grado a la calidad del agua.

PARÁMETROS MICROBIOLÓGICOS: el agua posee muy buenas características para el desarrollo de patógenos, por lo que hay que llevar a cabo procedimientos adecuados que puedan eliminarlos y mantener su calidad. Entre los microorganismos indicadores son (OMS, 1998):

- *Escherichia coli*: se encuentra en aguas que han tenido una contaminación fecal reciente.

•*Enterobacter, Klebsiella y Citrobacter*: más frecuentes en agua que ha estado en contacto con materia orgánica en descomposición.

•*Streptococcus faecalis*: calificado como indicador específico por contaminación fecal humana.

Por tanto, el concepto de agua analítica como se ha definido viene determinada por distintos parámetros (Sierra, 2011).

Tabla 3.-Valores específicos de parámetros en función a los patrones de agua purificada.

| Tipo de agua | Denominación | Conductividad (μS/cm a 25°) | Resistividad (MΩ·cm a 25°) | Reducción materia organica (min) | Bacterias (u.f.c./L) |
|---------------------------|-------------------|-----------------------------|----------------------------|----------------------------------|----------------------|
| Agua de red | - | 240 | 0,004 | 10 | ≥ 10 |
| Agua destilada (tipo 3) | Grado laboratorio | 10 - 2 | 2 - 0,5 | 60 - 30 | ≤ 10 |
| Agua bidestilada (tipo 2) | Grado analítico | 2 - 0,5 | 1 - 0,5 | 60 | - |
| Agua pura (tipo 1) | Grado reactivo | 0,1 - 0,06 | - | 60 | - |
| Agua ultrapura | Grado ultratrazas | ≤ 0,06 | - | - | < 1 |

En la Tabla 3 se muestran los valores aceptados de los parámetros de calidad, según la norma ISO 3696 (ISO 3696, 1987) para cada tipo de agua. Como se puede observar, sus valores difieren en función de la necesidad de cada análisis. En cuanto los valores de conductividad hay que destacar que en el agua de grado 1 requiere un valor de 0,1, debido a que los procedimientos que la utilizan requieren una máxima exactitud y precisión (Valdivia y cols., 2010; Cámara y cols., 2004).

El agua deberá reunir cierto grado de calidad (Carbajal y González, 2012) según se emplee como:

- Disolvente: para disolver muestras, preparar disoluciones.
- Transmisor del calor: como elemento transferente de calor en baños maría, baños termostáticos, refrigerantes...
- Elemento de limpieza: en todo el material del laboratorio los últimos lavados son con el agua sin tratar y el último lavado es con agua purificada.
- Reactivo: en muchas reacciones actúa con reaccionante, como por ejemplo las reacciones con carburos...

- Medio de reacciones: procesos como fermentaciones, fotosíntesis...no hubieran sido posible sino se hubiera dado el agua como medio de reacción.
- Vehículo: empleada en numerosas preparaciones farmacéuticas.
- Mantiene el pH: es un buen dador o aceptor de protones.
- Lubricante.

4.2. Procedimientos empleados para la purificación del agua

Como se ha mencionado anteriormente el agua puede tener diferentes grados de calidad que será condicionada según su empleo, pero todos los procesos de obtención de agua para laboratorio y agua con fin analítico sigue el siguiente esquema general recogido en la Figura 2:

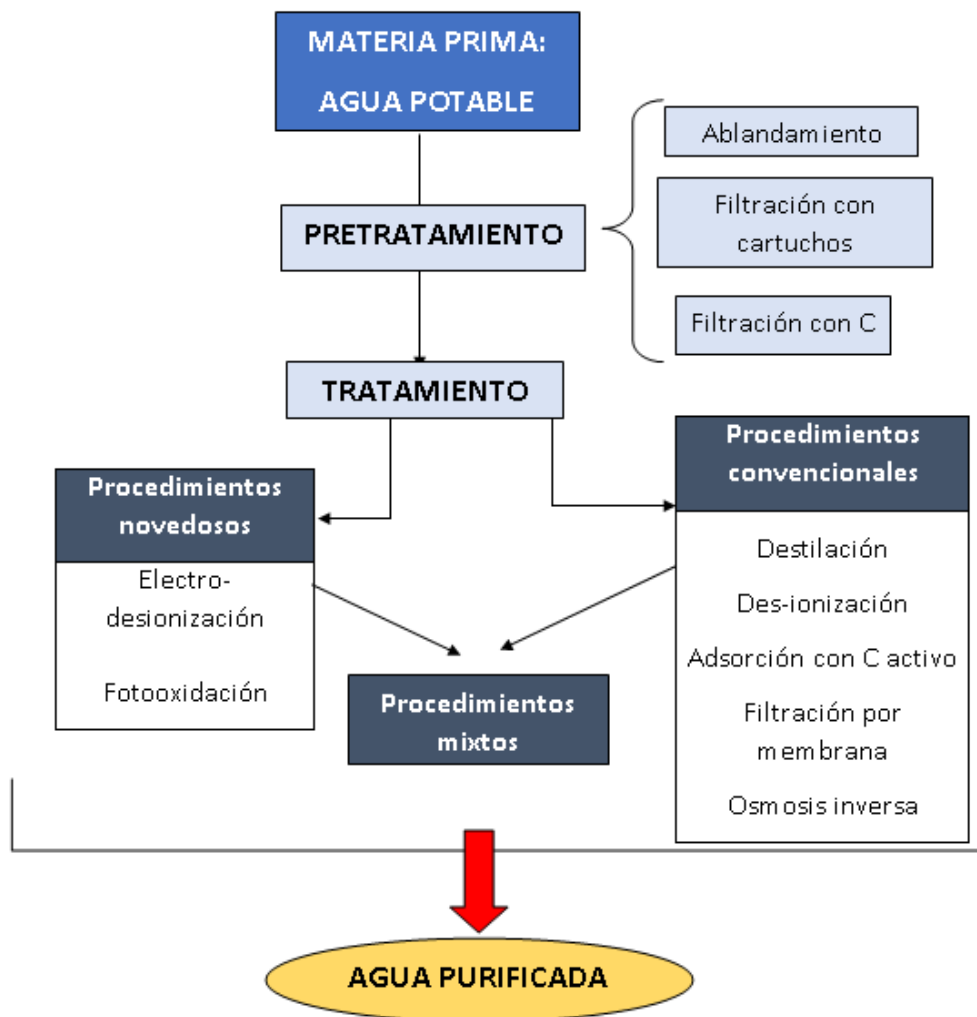


Figura 2.-Esquema general del procedimiento empleado en la purificación del agua para fines analíticos.

Hay que destacar que el fin principal de estos tratamientos es el de garantizar la eliminación de la mayor cantidad posible de contaminantes, de la forma más fácil y económica, así como de forma reproducible y validable. Para esto es necesario conocer la materia prima: el agua potable.

El agua potable es un producto natural de origen mineral, con gases y sales disueltos, que no debe contener gérmenes patógenos. Está determinada por una propiedad específica de cada zona denominada. Todas las aguas tienen cierto grado de dureza, por lo que es importante considerarlo para su uso industrial pues no debe producir incrustaciones en calderas, cañerías y aparatos.

Existen dos tipos de dureza: Temporal, se puede eliminar por calor, como la presencia de bicarbonatos y Permanente, no se elimina por calentamiento, como los cloruros, sulfatos, ion calcio, ion magnesio...

La dureza se expresa en mg CaCO₃/L agua y en función de este valor se clasifican en diferentes tipos cómo se indica en la Tabla 4 (BOE, 1987).

Tabla 4.-Tipos de agua atendiendo a su dureza.

| Tipo de agua | mg CaCO ₃ /L agua |
|---------------------|------------------------------|
| Blandas | 0-75 |
| Moderadamente duras | 75-150 |
| Duras | 150-300 |
| Muy duras | ≥300 |

Las aguas con muy duras es necesario tratarlas, ajustando ésta por calor u otros métodos según la necesidad del proceso, así comienza la fase de pretratamiento (Lozano y William, 2013) que consta de 3 procesos principalmente:

Ablandamiento: técnica de pretratamiento mediante la cual se eliminan sales de Ca²⁺ y Mg²⁺ responsables principales de la dureza del agua. Un agua demasiado dura puede dañar los equipos, de forma que el proceso de obtención de aguas con calidad analítica no

sería rentable. Lo mejor es obtener un agua con la menor dureza posible, un agua blanda, que será aquella que contenga menos de 50 mg CaCO₃/L agua.

En el caso de que no sea posible eliminar las sales con un tratamiento por calor, se podrán utilizar intercambiadores iónicos que puedan eliminar estas impurezas. Para llevar a cabo el proceso es necesario un ablandador que en su interior contiene un intercambiador iónico (dispositivo capaz de eliminar impurezas según su carga gracias a una resina que presentara una carga opuesta a estas). Su fundamento se muestra en la Figura 3. Como resultado de este proceso se obtiene agua blanca y se puede continuar con el proceso de purificación para la obtención de agua analítica (Waterlogic España, 2018).

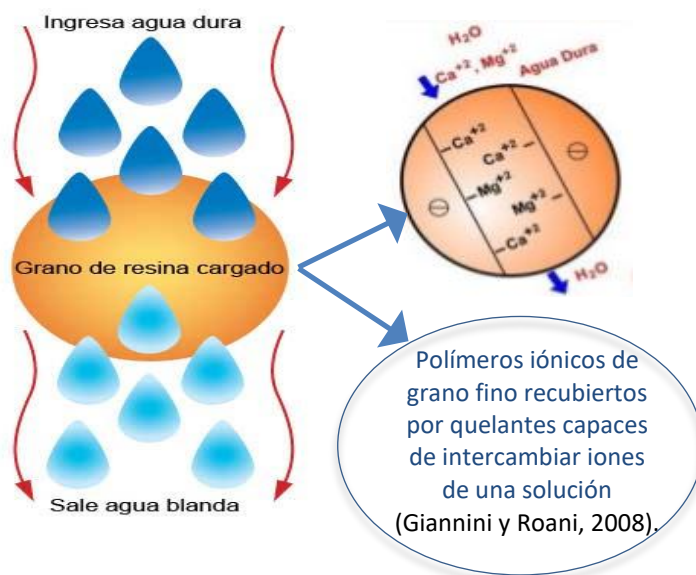


Figura 3.-Fundamento del ablandamiento del agua analítica. (<http://www.waterboss.com>)

Filtración con cartuchos: con tamaño de poro de 1-5 micrones, es conocida como la filtración primaria y se emplea para eliminar las partículas en suspensión de mayor tamaño. Es capaz de separar impurezas, a temperatura ambiente, con una buena relación coste eficacia.

Filtración con carbón activo: es una técnica de pretratamiento en la que se coloca un filtro con Carbón activo, especie filtrante que gracias a su porosidad interna puede actuar como adsorbente (Miñana y cols., 1993), que captara las impurezas. Con este proceso se

procederá a la eliminación del cloro e iones que no han podido ser eliminadas en las etapas anteriores.

Tras esta fase de pretratamiento, el agua bruta, o potable, pretratada puede pasar seguidamente a la fase de tratamiento para la obtención del agua purificada, pero antes se deben citar los factores que inciden en la elección de un determinado método de purificación, a saber:

- ✓ Calidad del agua de partida
- ✓ Tipo de agua necesaria
- ✓ Cantidad diaria necesaria
- ✓ Soporte del proveedor
- ✓ Robustez del sistema
- ✓ Costos de operación y mantenimiento

En función de los cuales la fase de tratamiento podrá realizarse mediante técnicas convencionales o técnicas novedosas; lo normal es recurrir a la combinación de varias.

4.2.1. Tecnologías convencionales

Aunque todas ellas persiguen un mismo fin, la eliminación y separación de impurezas en el agua, tienen un fundamento y procedimiento diferente. Separar implica aislar unas sustancias de otras y cualquier técnica capaz de lograr este objetivo debe regirse por los fundamentos de las técnicas de separación, que tendrá un éxito total o parcial según el proceso llevado a cabo (Cela y cols., 2002).

Hay que tener en cuenta que, aunque existen técnicas más novedosas, los procedimientos convencionales siguen teniendo mucha importancia, ya que las nuevas tecnologías junto a su gran avance han permitido que estos se modernizasen y no queden como métodos arcaicos resultando aún eficaces en la purificación del agua (Cela y cols., 2002; Valcárcel y Gómez, 1988).

Las principales tecnologías convencionales para llevar a cabo la purificación del agua con fines analíticos son las que se muestran en la Figura 2 y se describen a continuación.

● Destilación:

Es un proceso de separación de analitos volátiles presentes en el agua como HCN, CO₂, NH₃... (Valcárcel y Gómez, 1988). Se trata de purificar el agua por un cambio de fases. Aunque hay una gran variabilidad de tipos de destilación el fundamento se basa en que la muestra de agua, que contiene muchos componentes, se calienta hasta evaporación, originándose una fase vapor en la que quedan retenidos la mayoría de los contaminantes más volátiles, de forma que quedan separados de los menos volátiles. Seguidamente, una parte del vapor se condensa y se obtiene el destilado; agua con menos impurezas (Cela y cols., 2002). Se consiguen eliminar sustancias poco volátiles, como sustancias inorgánicas, orgánicas y microorganismos que no van a evaporarse (González, 2005).

Para la realización de esta técnica se emplea un equipo compuesto por matraz de destilación, donde se colocará la muestra; termómetro; condensador y refrigerante, para pasar el agua a fase líquida y un colector, donde se recogerá el agua final (Cela y cols., 2002). Un esquema del dispositivo y del procedimiento se detalla en la Figura 4.

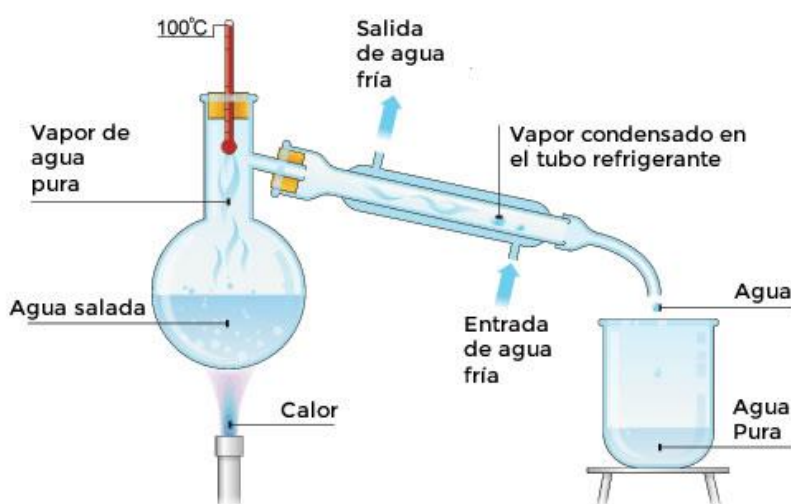


Figura 4.-Esquema del procedimiento y equipo necesario para llevar a cabo el proceso de destilación.

(www.tplaboratorioquimico.com/laboratorioquimico/la-destilacion.html)

● Desionización:

Es un método de purificación, en el que la muestra pasa a través de una columna que contiene resinas de intercambio iónico (catiónico y/o aniónico), capaces de retener tanto especies cargadas positiva como negativamente. Su finalidad es eliminar los iones (cationes y aniones) de las sales disueltas en el agua.

Las resinas de intercambio catiónico están cargadas con iones OH^- por lo que podrán retener cationes. El proceso se lleva a cabo a pH básico. Las resinas de intercambio aniónico están cargada con H^+ , por lo que podrán captar aniones. El proceso se lleva a cabo a pH ácido. Existen columnas rellenas con ambos tipos de resinas por lo que se puede producir intercambio aniónico y catiónico de forma simultánea (Dharan, 2002). Un esquema de un dispositivo de intercambio iónico se muestra en la Figura 5.

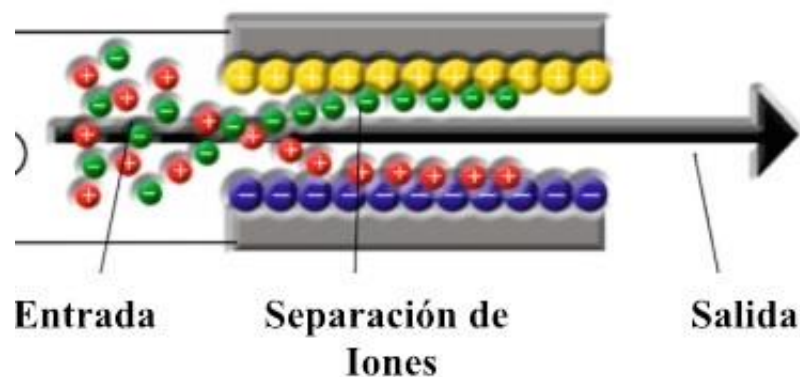


Figura 5.- Esquema simplificado del fundamento de la des ionización del agua.
(<http://www.madrimasd.org/blogs/remtavares>)

El principal inconveniente de este proceso es que no elimina compuestos orgánicos, partículas, microorganismos y especies no cargadas, en general.

● Adsorción con Carbón activo:

La adsorción es un proceso en el que distintas sustancias de diferente naturaleza (iones, microorganismo) que se encuentran en el agua quedan atrapadas en una superficie de carbón activo, de forma que estas quedan eliminadas de la muestra (Melgar, 2015).

El carbón activo es un excelente absorbente (su estructura interna presenta una serie de canales que van disminuyendo poco a poco para permitir la adsorción de todo tipo de partículas en función de su tamaño) por lo que presenta una gran capacidad para poder eliminar contaminantes del agua, mejorando así sus características de calidad y pureza (Melgar, 2015).

En la Figura 6 se representa un esquema del procedimiento de eliminación de impurezas por adsorción en carbón activo.

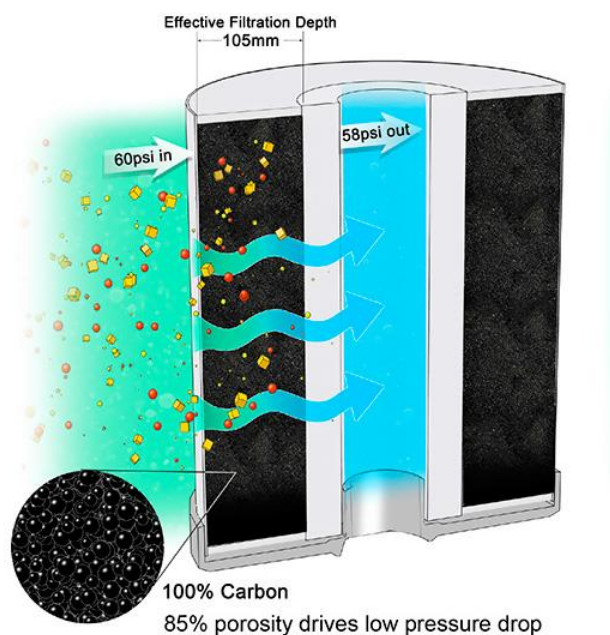


Figura 6.- Eliminación de impurezas del agua por superficie de C activo.
(www.aguasistec.com/filtro-de-carbon-activado.php)

Como inconveniente principal se destaca la necesidad de mantenimiento del C activo, así como trabajar a altas presiones y temperaturas bajas para obtener un buen rendimiento.

- Filtración por membrana:

Es uno de los métodos más antiguos usados para la eliminación de interferencias en los procedimientos analíticos (Skoog y cols., 2000). La filtración permite separar un sólido de un fluido, al quedar aquel retenido sobre un medio filtrante: la membrana (Pérez, 2014). La membrana es la barrera física que actúa permitiendo, de forma selectiva, el paso de ciertos componentes e impidiendo el de otros, gracias a la acción de un gradiente de

presión (Hernández y cols., 1990). Un esquema de su estructura y funcionamiento se muestra en la Figura 7.

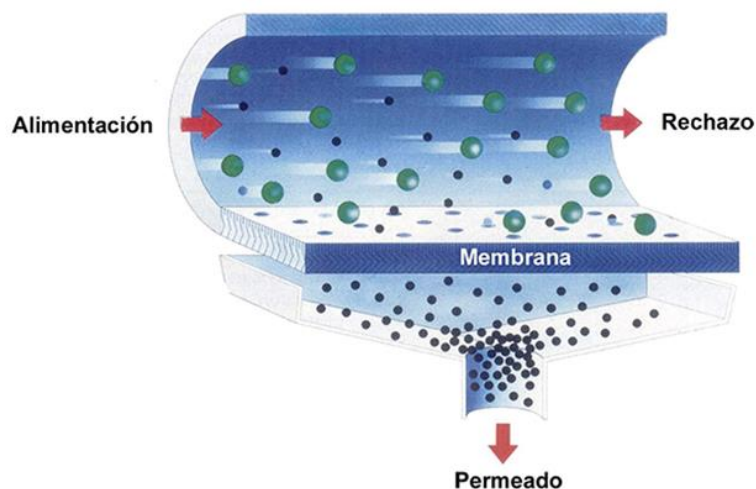


Figura 7.- Fundamento de la filtración a través de membranas.
(www.mgfiltration.com/index.php/en)

Existen diferentes tipos de membrana según sea el tamaño de su poro lo que permite distinguir principalmente dos tipos de filtración a través de membrana, la ultra y la microfiltración, cuyas principales características se resumen en la Tabla 5 (Hernández y cols., 1990).

Tabla 5.-Tipos de filtración y características específicas.

| Tipo de filtración | Características | |
|--------------------|--|---|
| | Tamaño poro de la membrana (μm) | Partículas que retiene (KPa) |
| Ultrafiltración | $10^{-3} - 10^{-1} \mu\text{m}$ | Macromoléculas ($10^2 - 10^3$ KPa) |
| Microfiltración | $10^{-1} - 10 \mu\text{m}$ | Partículas microscópicas (50 - 100 KPa) |

En la microfiltración suelen utilizarse sistemas de cartuchos de placas, que consta de dos placas horizontales que contiene en su interior el medio filtrante. De esta forma la disolución penetra por el cartucho, fluye por la superficie de forma paralela, se filtra y el producto filtrado se recoge en un tubo central. En la ultrafiltración se utilizan capilares huecos, estas hacen pasar la muestra de agua con un flujo laminar. En cuanto a las ventajas destaca la facilidad de mantenimiento y empleo de la técnica mientras que en sus

inconvenientes cabe se muestra la baja velocidad del proceso unido al alto precio de la tecnología (Hernández y cols., 1990).

● Osmosis inversa:

La osmosis es el proceso mediante el cual dos disoluciones de diferente concentración tienden a igualar esta, a través de una membrana permeable que permitirá el paso de fluido desde la disolución más diluida a la más concentrada para que se produzca un equilibrio de concentraciones a ambos lados de la membrana (Walter y Weber, 1979).

El proceso contrario a este se denominará osmosis inversa que tendrá como fundamento la aplicación de una presión en el lado de la membrana que este más concentrado de forma que ocurra un paso de fluido contrario al natural, es decir, que el fluido (agua) de la disolución más concentrada pase a la más diluida hasta que se establezca la misma concentración a ambos lados de la membrana (Manaham, 2007; Cienytec, 1991).

En la Figura 8 se muestra ambos conceptos anteriormente explicados mostrando el proceso que se lleva a cabo en este método de purificación.

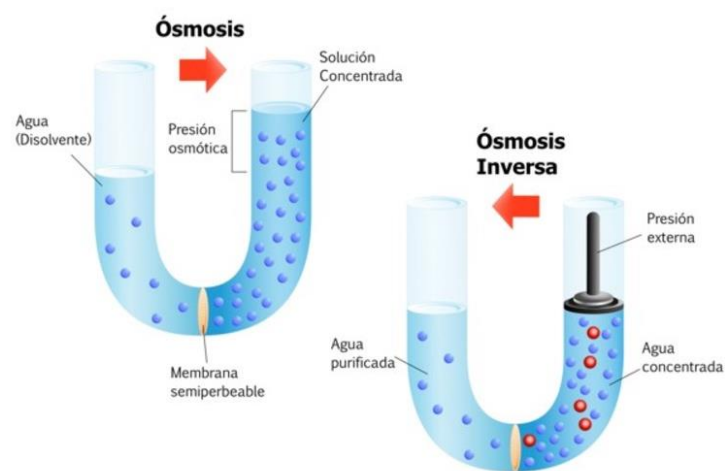


Figura 8. -Fundamentos de la osmosis y osmosis inversa.

(www.kandrwaterservice.com/reverse/osmosis)

Es una técnica muy útil y desarrollada para la purificación del agua que se caracteriza por el uso de membranas a baja presión. El paso del agua a presión por las membranas permitirá la retirada de sales, ácidos, sólidos en suspensión... (Manahan, 2007).

En la Figura 9 se representa el fundamento mencionado anteriormente. Cabe destacar que mediante la ósmosis inversa se consigue eliminar entre el 90 - 98% de sales.

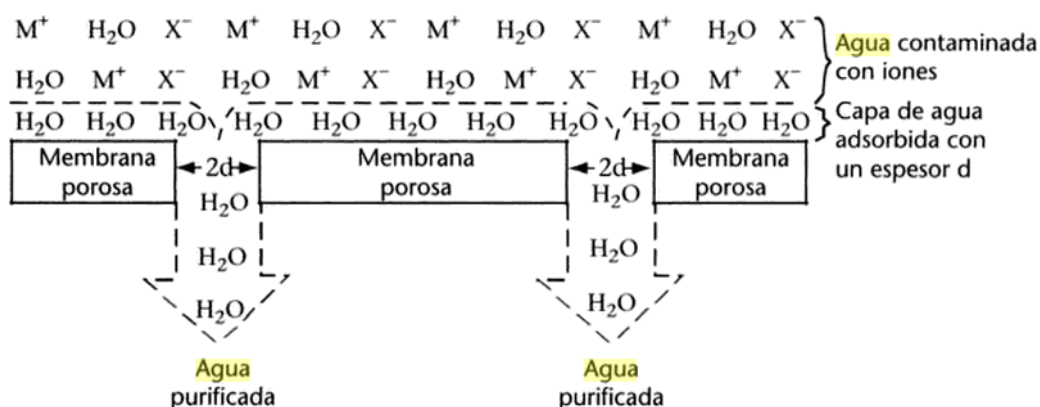


Figura 9.-Eliminación de solutos del agua por ósmosis inversa (Manahan, 2007).

Es capaz de separar sustancias de pequeño tamaño molecular que resultaría casi imposible mediante otras técnicas, en cambio la desalinización del agua hace que se tenga que llevar a cabo un riguroso mantenimiento de las membranas (Manahan, 2007).

4.2.2. Tecnologías novedosas

Gracias a las técnicas más antiguas de purificación del agua se han podido desarrollar nuevos procedimientos y tecnologías que realizan este proceso de forma más eficaz, suponiendo un gran avance tanto a nivel industrial como de laboratorio (Nollet, 2007; Rodier y cols., 2011).

El empleo de las nuevas tecnologías ha supuesto un ahorro, tanto económico como de tiempo, sin haber perdido de vista la importancia de la calidad del agua analítica, pues ésta debe ser asegurada por ambos tipos de métodos, convencionales y novedosos (Nollet, 2007). Estos últimos, electro-desionización y fotooxidación (Figura 2) persiguen aplicar la técnica de separación más apropiadas para la obtención del agua analítica en condiciones óptimas de consumo energético, coste y esfuerzo (Cela y cols., 2002).

- Electro-desionización:

Proceso de separación de impurezas que produce agua purificada. Se trata de la combinación de dos técnicas de purificación: intercambio iónico y electrodiálisis.

Primero se lleva a cabo la técnica del intercambio iónico para eliminar la mayor parte de sales disueltas en el agua, gracias a membranas semipermeables a cationes y aniones. A continuación, la corriente continua de los electrodos producida por la electrodiálisis garantiza una solución cargada que permitirá que se produzca una mayor desmineralización, otorgándole una gran eficacia al proceso (Ravagnan, 2018).

En la Figura 10 se muestra el proceso en el que cabe destacar los electrodos que van a facilitar el proceso de purificación junto a las resinas de intercambio iónico que se encargaran de retirar las sales disueltas en el agua con fin analítico (Condorchem, 2018).

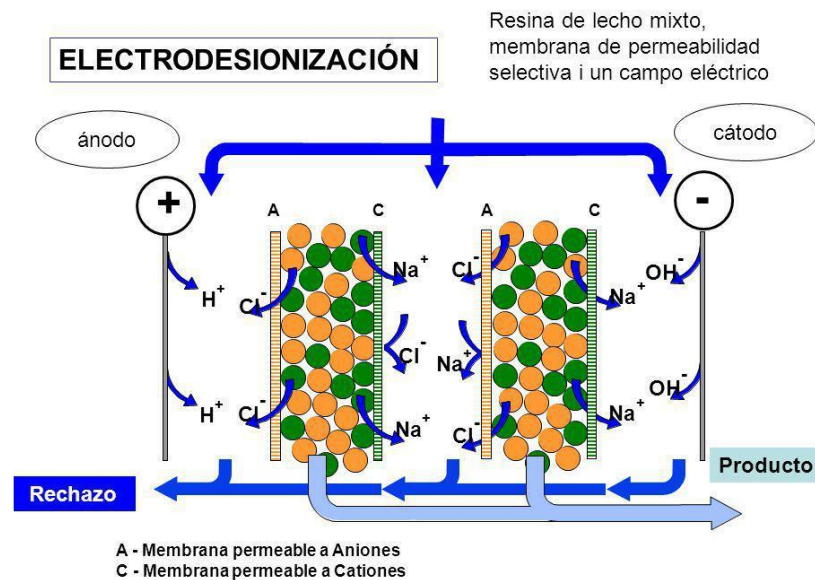


Figura 10.- Procedimiento electro desionización para la eliminación de impurezas en agua analítica.

(<http://soluttus.blogspot.com/2009/10/tecnologia-de-electrodesionizacion.html>)

La mayor ventaja de esta tecnología, frente al intercambio iónico tradicional, es la de una mejor producción de agua purificada sin necesidad de regenerar reactivos; además de ser un proceso en continuo y automatizado.

● Fotooxidación:

Técnica de separación basada en el uso de luz ultravioleta para la producción de radicales libres, que den a lugar a reacciones de oxidación utilizadas en el tratamiento de agua para la eliminación de trazas de materia orgánica, partículas, microorganismo y sus metabolitos (Cámara y cols., 2004).

Se suele emplear la combinación de radiación ultravioleta ($\lambda=185$ y 254 nm) y peróxido de hidrogeno (H_2O_2), que es un potente agente oxidante no selectivo. Su utilización implica la formación de iones hidroxilo que van a reaccionar con la materia orgánica presente en la muestra de agua originando la destrucción de la misma. Un resumen de estos mecanismos se esquematiza en la Figura 11 (Garcés y cols., 2004).

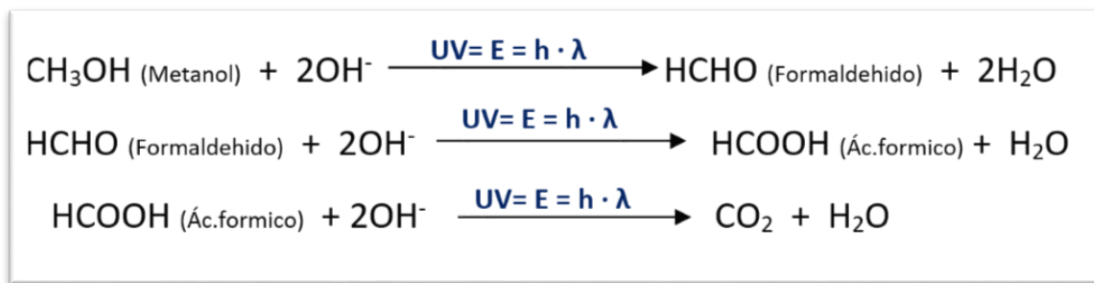


Figura 11.- Destrucción de materia orgánica mediante radical hidroxilo y radiación UV.

Mediante este procedimiento se elimina la materia orgánica que se cuantifica como carbono orgánico total (COT), un nivel alto de COT puede ser inaceptable para numerosas técnicas analíticas (Cámara y cols., 2004).

Hay que tener en cuenta, además, que una única tecnología no consigue, por si sola, alcanzar el nivel de pureza y calidad deseado, por lo cual normalmente se requiere una combinación de varias tecnologías, son las denominadas tecnologías mixtas capaces de combinar varios de los procedimientos anteriormente descritos para garantizar la calidad requerida del agua analítica. Existen casas comerciales que facilitan estos dispositivos de tecnologías mixtas como la empresa Millipore que comercializa el sistema Milli Q⁵⁰ al que más adelante haremos referencia.

A modo de resumen se recoge, en la Tabla 6, los principales contaminantes eliminados del agua en cada uno de los procedimientos descritos anteriormente:

Tabla 6.- Procedimientos de purificación del agua y contaminantes eliminados.

| Procedimiento | Contaminantes eliminados |
|------------------------------|--|
| Destilación | Parcialmente todos los contaminantes |
| Desionización | Sales |
| Adsorción | Materia orgánica disuelta y cloro libre |
| Microfiltración | Partículas y bacterias $\geq 0,22\mu\text{m}$ |
| Ultrafiltración | Macromoléculas superior a 10000 Dalton (incluye pirógenos, endotoxinas y virus) |
| Osmosis inversa | Parcialmente todos los contaminantes |
| Electro-desionización | Sales |
| Fotooxidación | Trazas de materia orgánica |

Una vez obtenida un agua de una calidad determinada hay que conocer para que esta destinada en cada caso, pues según sus especificaciones presentara unas aplicaciones u otras. En la Tabla 7 se muestra el tipo de agua obtenida según los diferentes procesos de separación y sus aplicaciones correspondientes.

Tabla 7.-Tratamientos dados a los distintos patrones de calidad de agua y aplicaciones de los mismos.

| PATRÓN DE AGUA | TRATAMIENTOS | APLICACIONES |
|---|---|---|
| Agua tipo III Grado laboratorio | C activo Filtración con filtros Osmosis inversa | -producción de agua de grado superior -determinación de componentes |
| Agua tipo II Grado analítico | C activo Filtración Osmosis inversa Electro-desionización | -agua de uso farmacéutico -soluciones de análisis. -medios cultivo microbiológico |
| Agua tipo I Grado reactivo | C activo Filtración Osmosis inversa Intercambio iónico | -análisis de trazas -enzimología -ingeniería genética |
| Agua > tipo I Grado ultrapura | C activo Filtración Osmosis inversa Intercambio iónico Fotooxidación | -análisis de ultratrazas -fertilización in vitro -producción de anticuerpos monoclonales -medios cultivo celular |

A continuación (Figura 12) se muestra un ejemplo práctico y concreto de obtención de agua purificada que utiliza varios de los procedimientos anteriormente descritos

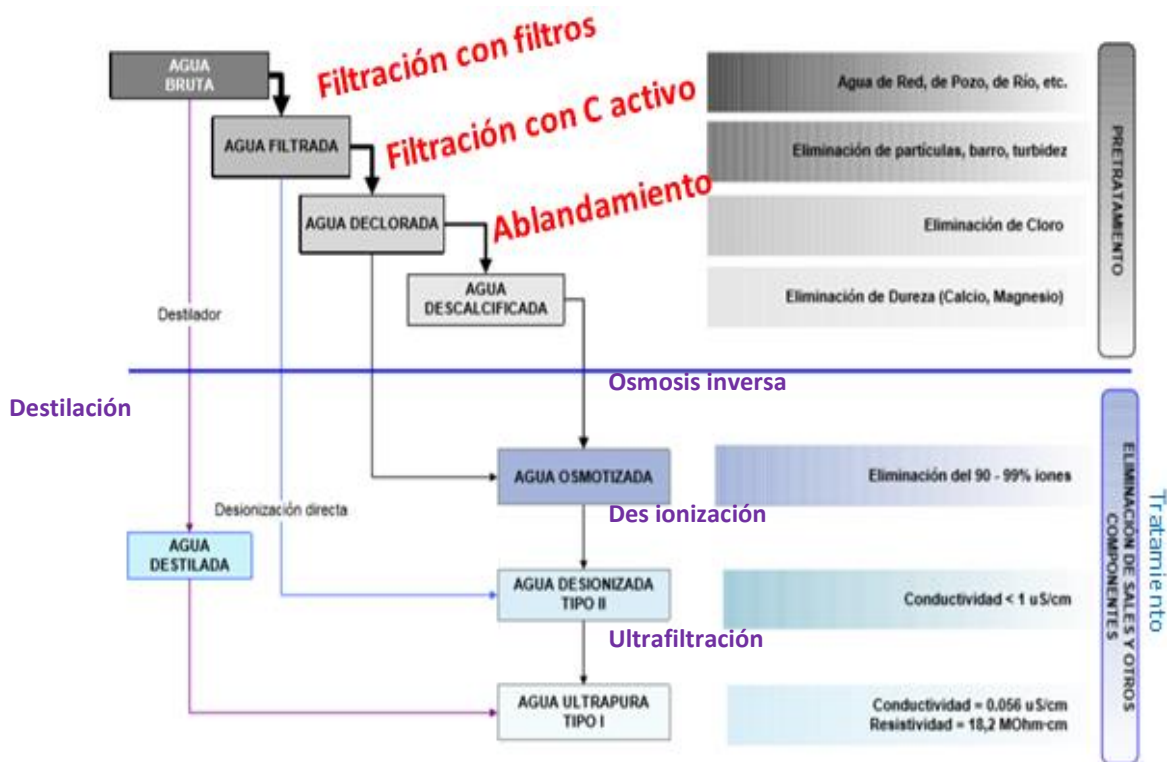


Figura 12.-Esquema de procedimientos de obtención de agua purificada.

Tras el proceso de purificación del agua potable puede obtener distintos tipos de agua:

- Agua bruta/potable: usada como materia prima procedente de agua de pozo, río, lluvia, estanque; de calidad desconocida y fluctuante durante el año.
- Agua filtrada: obtenida tras la eliminación de partículas en suspensión del agua bruta.
- Agua declorada: aquella en la que se ha eliminado el cloro presente en el agua de red.
- Agua descalcificada: se ha eliminado su dureza, es decir las sales de calcio y magnesio.
- Agua osmotizada: se han eliminado las sales disueltas mediante ósmosis.
- Agua desionizada tipo I: caracterizada por la ausencia de iones gracias a un intercambiador de iones.
- Agua destilada: eliminada la mayor parte de contaminantes por destilación.
- Agua ultrapura tipo I: libre de cualquier tipo de contaminante. Se emplea en la preparación de productos que precisan agua de alta calidad.

4.3. Normativa de referencia. Estándares internacionales

Distintas organizaciones internacionales han fijado estándares de calidad para el Agua Purificada en función del uso al que se destina. Entre ellas, destacan las siguientes:

▪ **ASTM (American Society for Testing and Materials).** La Normativa ASTM D1193 2011 hace referencia a “Especificaciones estándares para agua reactiva”, según las cuales se clasifican en cuatro tipos de agua diferentes (I, II, III y IV). Describe las características de las mismas y los procesos para la producción de estos tipos de agua así como tecnologías alternativas siempre que cumplan las especificaciones apropiadas. Además, parámetros como la conductividad eléctrica y la resistencia, pH, sílice, sodio, cloruros, COT, endotoxinas y contaminación microbiológica deben ser probados para cumplir con los requisitos prescritos (ASTM D1193, 2011).

▪ **ISO (International Organization for Standardization).** La Normativa ISO 3696 que hace referencia a “Agua para uso de laboratorio”. Describe las características y requisitos que deben tener los métodos de purificación del agua para la obtención de los tres grados de calidad del agua (tipo 1,2 y 3). Especifica niveles de pH, conductividad, presencia de COT... (ISO 3696, 1987).

En las Tablas 8 y 9 se muestran los valores y especificaciones para cada tipo de agua analítica establecidos por ambas organizaciones, pudiéndose apreciar las semejanzas y diferencias entre ellas (ISO 3696,1987; ASTM D1193, 2011).

Tabla 8.-Tabla que recoge las especificaciones de las normas ISO.

| Parámetros | Agua grado 1 | Agua grado 2 | Agua grado 3 |
|--|--------------|--------------|--------------|
| Conductividad a 25°C (µS/cm) | 0,1 | 1 | 5 |
| Resistividad (MΩ) | 10 | 1 | 0,25 |
| Absorbancia (UA a 254 nm) | 0,001 | 0,01 | -- |
| Sílice (mg/L) | 0,01 | 0,02 | 1 |
| pH | -- | -- | 5-7,5 |
| Materia oxidable. Contenido de Oxígeno máximo (mg/L) | -- | 0.08 | 0.4 |

Tabla 9.- Especificaciones de la ASTM para los distintos tipos de calidad del agua.

| Parámetros | Tipo I* | Tipo II** | Tipo III*** | Tipo IV |
|---|---------|-----------|-------------|------------|
| Conductividad a 25°C ($\mu\text{S/cm}$) | 0,056 | 1 | 4 | 5 |
| Resistividad (M Ω) | 18 | 1 | 0,25 | 0,2 |
| Sílice (mg/L) | 3 | 3 | 500 | Sin limite |
| pH | -- | -- | -- | 5-8 |
| Materia oxidable. Oxígeno máximo (mg/L) | 10 | 50 | 200 | Sin limite |
| *Requiere el uso de filtro de membrana de 0,2 μm . | | | | |
| **Preparado mediante destilación. | | | | |
| ***Requiere filtro de membrana de 0,45 μm . | | | | |

Unidades: $\mu\text{S/cm}$: micro siemens por centímetro // M Ω : mega Ohm // nm: nano metro

Tener un buen control de estos parámetros y comprobar que cumplen con las especificaciones establecidas es lo que garantizará la calidad de un agua con características específicas para un determinado uso analítico.

Cabe mencionar la similitud de algunos parámetros, como la conductividad o el pH, así como diferencias importantes en el contenido de materia oxidable con valores muy diversos. Además, con los siguientes valores se pueden establecer comparaciones, como el sentido estricto de los valores establecidos por las normas ISO que como bien se observan son valores más restrictivos, aunque es importante conocer que se puede instaurar cierta relatividad pues según muestra la Tabla 10 cada tipo de agua ASTM corresponde a un agua definida por las normas ISO que tienen especificaciones similares recogidas en las tablas anteriores.

Tabla 10.-Relatividad de los diferentes tipos de agua según las distintas normas.

| NORMA ISO 3696 | NORMA ASTM D1193 |
|----------------|-------------------------------|
| Agua grado 1 | Agua tipo I |
| Agua grado 2 | Agua tipo II |
| Agua grado 3 | Agua tipo III Agua tipo IV |

4.4. Conservación del agua purificada y análisis rutinario.

En el análisis rutinario del agua almacenada se procederá a la medición de los parámetros recogidos anteriormente que deberán presentar unos valores adecuados según se recoge en las Tablas 8 y 9. Si alguno de estos se encuentra fuera de los valores aceptados deberá ser tratada por métodos de purificación convenientes y almacenada en recipientes adecuados para evitar contaminaciones.

Un foco importante de contaminación son los reactivos y disolventes utilizados en los procesos analíticos ya que se comercializan en diferente grado de pureza. En este sentido, se debe cuidar especialmente la pureza y calidad requerida del agua analítica para poder garantizar la obtención de resultados analíticos consistentes (Cámara y cols., 2004).

Respecto a la conservación adecuada del agua purificada se pueden diferenciar dos tipos de conservación según se trate de nivel industrial o de laboratorio.

- A nivel industrial: el agua debe mantenerse en recipientes cerrados y en movimiento para evitar el estancamiento que puede originar condiciones adecuadas el crecimiento microbiano. El material de los depósitos de almacenamiento debe ser de acero inoxidable pulido, El agua estará en movimiento a una temperatura mayor de 80 °C o por debajo de 4 °C. Además, los depósitos deber tener filtros de 0,22 m que esterilizaran el aire y discos de ruptura para conservar la integridad del depósito en caso de accidentes. La grifería y bombas deben ser sanitarias y las conexiones deben ser mediante una soldadura. Se deben evitar los puntos muertos y el uso de válvulas y la capacidad de los depósitos debe estar en consonancia con la capacidad de producción de la industria.

- A nivel de laboratorio de análisis: no suele existir un método de conservación a este nivel debido a que se suele realizar una estimación mínima del agua necesaria para evitar tener que conservarla y evitar su posible contaminación. En caso de que existiera una cantidad sobrante se almacenara en botellas de vidrio a temperatura ambiente (25 °C).

La calidad del agua y el tiempo de almacenamiento de la misma son inversamente proporcionales, cuanto más pura es el agua más rápidamente debe emplearse; el agua de

grado 1 o superior deber renovarse diariamente y por lo tanto no debe ser almacenada ya que puede contaminarse fácilmente (Cámara y cols., 2004).

No obstante, se deben realizar controles periódicos de los parámetros más significativos anteriormente descritos que permitan conocer si el agua sigue manteniendo la calidad adecuada a su finalidad analítica. Entre ellos:

◦ *Conductividad*: capacidad del agua para transmitir la corriente eléctrica, mide la cantidad de iones totales (cationes y aniones) presentes en el agua. Los valores se expresan en microsiemens por centímetro ($\mu\text{S}/\text{cm}$) (Roldán, 2003).

◦ *Resistividad*: inversa a la conductividad, ya que mide la resistencia que presenta el agua para conducir la electricidad. Sus valores se expresan en megaohms por metro ($\text{M}\Omega/\text{m}$) a $20\text{ }^\circ\text{C}$ (Pradeau, 1998).

◦ *Carbono orgánico total (COT)*: hace referencia a la cantidad de materia orgánica presente en la muestra de agua. Existen varios procedimientos para su medición, pero todos tienen dos objetivos en común: Oxidar el carbono orgánico a dióxido de carbono y Medir el dióxido de carbono generado. Entre los métodos más usados de oxidación se encuentran los agentes químicos (ej.: persulfato), combustión (utiliza un catalizador como el platino), exposición a radiación ultravioleta o a calor o alguna combinación de estos métodos (Hach, 2017).

◦ *Bacterias y microorganismos*: medidas en unidades formadoras de colonia (u.f.c). Hay que evitar su aparición en el agua sobre todo en análisis clínico.

Los valores permitidos de estos parámetros quedan recogidos en la Tabla 3 anteriormente mencionada en el apartado 4.1.

4.5. La calidad del agua en el Departamento de Química Analítica

El agua que llega a los laboratorios del departamento de Química Analítica en calidad de “agua destilada” proviene de una estación de tratamiento de agua situada en la planta baja de la Facultad. En dicha estación se lleva a cabo un proceso de purificación del agua proveniente de la red de abastecimiento de Sevilla (EMASESA) de calidad potable.

El equipo de esta estación de tratamiento consta, básicamente, y según se muestra en el esquema que aparece en la Figura 13, de un sistema de filtros de cartuchos plisados para retener las partículas más gruesa; un filtro de carbón activo para retener el cloro libre; un descalcificador de intercambio iónico para retener iones calcio magnesio y disminuir la dureza del agua (entendiendo por tal el contenido en sales de calcio y magnesio presenten en la misma); un sistema de ósmosis inversa que consigue eliminar, en mayor o menor medida, casi todos los contaminantes, tanto orgánicos como inorgánicos. Tras este proceso el agua se almacena en un depósito de acumulación para, posteriormente y mediante un sistema de presión, distribuirse a los laboratorios de los distintos departamentos.

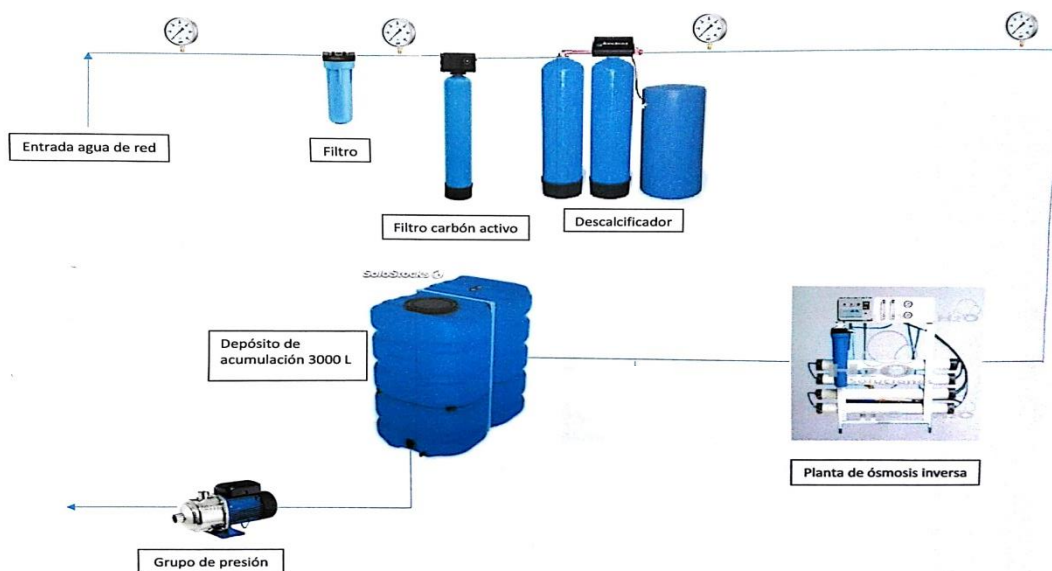


Figura 13.- Esquema de la planta de tratamiento de aguas donde se indican los distintos componentes que la integran (HUESA, 2017).

Se trata, por tanto, de agua “purificada” utilizando varios procedimientos combinados de purificación y no de agua, mal denominada, “destilada” ya que no se emplea este procedimiento para la eliminación de contaminantes.

En la Figura 14 se muestra una fotografía de la estación de tratamiento de agua situada en la planta baja de la Facultad de Farmacia en la que se han señalado los distintos componentes que la integran, de acuerdo con el esquema presentado en la Figura 13.



Figura 14.- Fotografía de la estación de tratamiento de agua situada en la planta baja de la Facultad de Farmacia.

Esta planta de tratamiento está gestionada por una empresa HUESA (HUESA, 2017) que se encarga de la asistencia técnica y de su mantenimiento, tanto preventivo como correctivo, así como de realizar los controles analíticos y del suministro de reactivos.

Por lo que respecta a los controles analíticos, que se efectúan mensualmente, se determina, básicamente, el contenido en cloro, expresado en mg/L, a la entrada y salida del filtro de carbón activo; la dureza, expresada en grados franceses (1º fH equivale a 10 mg CaCO₃/L de agua), a la entrada y salida del equipo descalcificador y la conductividad, expresada en µS, a la entrada y salida del sistema de ósmosis inversa.

Teniendo en cuenta estos últimos valores, de conductividad, la clasificación del agua procedente de esta planta de tratamiento se correspondería con calidad entre Tipo III-IV ASTM (grado laboratorio) y Tipo II ASTM (grado analítico) (Cámara y cols., 2004).

Esta agua llega a los laboratorios de nuestro departamento y puede ser utilizada para análisis cualitativo, determinación de componentes mayoritarios y minoritarios, preparación de reactivos y de disoluciones reguladoras, enjuague del material de vidrio, uso en baños termostatzados... y como material de partida para obtener agua de un grado de calidad superior.

A este respecto, en el Departamento de Química Analítica, el agua procedente de la planta de tratamiento se hace pasar por un sistema de tratamiento de agua Milli-Q⁵⁰ (MILLIPORE) (Figura 15) que permite, mediante una combinación, en un único dispositivo, de varias tecnologías (fotooxidación, ultrafiltración e intercambio iónico) eliminar los contaminantes remanentes, sobre todo de naturaleza inorgánica, y reducir la conductividad a valores compatibles con calidad Tipo I ASTM (grado reactivo) (Merck Millipore, 2013).



Figura 15.- Sistema de tratamiento de agua Milli-Q⁵⁰ situado en el laboratorio de Química Analítica de la Facultad de Farmacia

El agua así obtenida se emplea para tareas de investigación, determinaciones de analitos a nivel de trazas, técnicas de cromatografía líquida de alta resolución (HPLC), cromatografía de gases (CG), absorción atómica (AA).

Su control analítico se realiza, con una periodicidad semestral, mediante la medida de la conductividad del agua de salida, obteniéndose valores inferiores a 1 μS de conformidad con las especificaciones para este grado de calidad del agua.

4.6. Purificación del agua para otros usos de interés en farmacia

El agua en la industria farmacéutica es la “materia prima” más empleada ya que se requiere desde el lavado de los instrumentos, recipientes... hasta la producción de los medicamentos. La empleada en este sector se denomina agua de uso farmacéutico o WPU-water for pharmaceutical use- o agua ultrapura. Su calidad dependerá de sus aplicaciones.

En las plantas de producción de productos farmacéuticos se seguirá un proceso descrito por la OMS, ISO y normativas nacionales, teniendo en cuenta las consideraciones realizadas por la farmacopea europea (EDQM, 2018). De esta forma se pueden obtener diferentes tipos de agua en función del uso farmacéutico requerido:

Agua purificada: empleada para la preparación de productos medicinales que no requieren el uso de agua estéril. Se obtiene por destilación, u otro método, a partir de agua potable.

Agua altamente purificada o ultrapura: se utiliza en la preparación de productos que necesitan agua de alta calidad biológica pero que no requieren agua para inyectables. Se obtienen por osmosis inversa combinada con ultrafiltración y desionización.

Agua para inyectables: utilizada en la preparación de medicamentos de administración parenteral, cuando el agua se emplea como vehículo o para disolver-diluir preparaciones parenterales. Solo se produce por destilación.

Las aplicaciones de cada agua dependerán, por tanto, de sus características. En la Tabla 11 se muestran los requerimientos del agua según el tipo de producto farmacéutico y en función de si estas preparaciones serán estériles o no (FarmaEspaña, 2007).

Tabla 11.- *Requerimientos de calidad del agua según el tipo de producto farmacéutico.*

| TIPO DE PRODUCTO | PREPARACIONES | TIPO DE AGUA (REQUERIMIENTO MÍNIMO) |
|---|--|--|
| Productos medicinales estériles | Parenterales | Agua para inyectables |
| | Oftálmicos | Agua purificada |
| | Soluciones de hemodiálisis | Agua para inyectables |
| | Soluciones de diálisis peritoneal | Agua para inyectables |
| | Soluciones para irrigación | Agua para inyectables |
| | Preparados nasales y ópticos | Agua purificada |
| | Preparaciones cutáneas | Agua purificada |
| Productos medicinales no estériles | Preparaciones orales | Agua purificada |
| | Soluciones para nebulizadores | Agua purificada |
| | | Agua para inyectables (fibrosis quística) |
| | Preparaciones cutáneas | Agua purificada |
| | | Agua potable para preparados veterinarios |
| | Preparaciones nasales y ópticos | Agua purificada |
| | Preparaciones de uso rectal o vaginal | Agua purificada |

A este respecto, y para garantizar la buena calidad de los medicamentos, las distintas farmacopeas vigilan, entre otros aspectos, la calidad de sus materias primas (entre las que se encuentra el agua) para obtener un buen resultado en la producción, fabricación, seguridad, análisis...

En la Tabla 12 se muestran diferentes parámetros de calidad para los distintos tipos de agua de uso farmacéutico (purificada, para inyectables y altamente purificada) haciendo un resumen comparativo entre las especificaciones fijadas por las Farmacopeas Europea (Ph. Eu) y Americana (USP) (Eupati, 2015; EDQM, 2018; USP, 2018). En ella se pueden

observar semejanzas y diferencias y, lo que resulta más llamativo, un mayor número de parámetros controlados en el agua por parte de la Farmacopea Europea.

Tabla 12.- Comparación de especificaciones de calidad del agua de la Ph Eur y la USP.

| Parámetros | Agua purificada | | Agua para inyección | | Agua altamente purificada* | |
|------------------------------|------------------|------------------|---------------------|------------------|----------------------------|------------------|
| | USP 30 | Ph Eur 7a. Ed. | USP | Ph Eur | USP | Ph Eur |
| Conductividad | ≤ 1,3 μS/cm 25°C | ≤ 5,1 μS/cm 25°C | ≤ 1,3 μS/cm 25°C | ≤ 1,3 μS/cm 25°C | --- | ≤ 1,3 μS/cm 25°C |
| Carbono orgánico total (TOC) | ≤ 0,5 ppm | ≤ 0,5 ppm | ≤ 0,5 ppm | ≤ 0,5 ppm | --- | ≤ 0,5 ppm |
| Endotoxinas (LAL) | --- | < 0,25 EU/ml** | < 0,25 EU/ml | < 0,25 EU/ml** | --- | < 0,25 EU/ml** |
| Microbiología | < 100 cfu/ml | < 100 cfu/ml | < 10 cfu/100 ml | < 10 cfu/100ml | --- | < 10 cfu/100ml |
| Nitratos | --- | ≤ 0,2 ppm | --- | ≤ 0,2 ppm | --- | ≤ 0,2 ppm |
| Aluminio | --- | ≤ 10 ppb* | --- | ≤ 10 ppb** | --- | ≤ 10 ppb** |
| Metales pesados | --- | ≤ 0,1 ppm | --- | ≤ 0,1 ppm | --- | ≤ 0,1 ppm |

Como se ha mencionado el agua altamente purificada definida por la Ph Eur presenta valores específicos mostrados anteriormente (Tabla 12). Esto resulta llamativo frente a que la USP no muestra ningún tipo de especificación para este tipo de agua a pesar de requerir siempre unas características muy restrictivas debido a su específica calidad.

En cuanto al agua para inyección cabe destacar que, al contrario que lo mencionado, presentan valores muy similares bajo la normativa de ambas Farmacopeas.

Sin embargo en el agua purificada, la conductividad difiere en varias unidades mientras que valores como el COT o el contenido microbiológico se muestran análogos.

5. CONCLUSIONES

- Es necesario que los laboratorios incluyan en sus Sistemas de Gestión de Calidad el control de la pureza y calidad del agua usada con fines analíticos por la gran repercusión de la misma en la fiabilidad y exactitud de los resultados analíticos.
- Obtener agua con la calidad correcta para los laboratorios, depende de la selección de la tecnología de purificación correcta y de un diseño del sistema que mida y controle de forma precisa las impurezas.
- Es necesario, generalmente, combinar diferentes tecnologías en el tratamiento de purificación del agua para obtener un agua con un nivel de calidad y pureza adecuado a la finalidad requerida.
- Diferentes organismos internacionales, como la ISO y la ASTM, se preocupan y se ocupan de definir y especificar los distintos estándares de calidad del agua usada en los laboratorios analíticos; del mismo modo que las farmacopeas fijan las especificaciones para los distintos tipos de agua de uso farmacéutico.
- El agua purificada debe conservarse y almacenarse el menor tiempo posible y debe someterse a controles periódicos para determinar los tres parámetros más significativos: conductividad, COT y u.f.c. que miden, respectivamente, la cantidad de materia inorgánica, orgánica o microbiológica presente en la misma.
- El agua procedente de la planta de tratamiento de la Facultad de Farmacia se correspondería con calidad entre Tipo III – II ASTM y alcanzaría la calidad Tipo I ASTM después de un tratamiento posterior realizado en el Departamento de Química Analítica.

6. BIBLIOGRAFÍA

- AENOR, 2015. UNE-EN ISO/IEC 17025, Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración, 2015. [Consultado en mayo 2018]. Disponible en: <http://www.aenor.es/aenor/normas/normas/fichanorma.asp?tipo=N&codigo=N0059467#.WxBILUIFPIU> .
- Agencia estatal boletín oficial del Estado, 1987. BOE núm.163 [Consultado en abril de 2018]. Disponible en: <https://www.boe.es/boe/dias/1987/07/09/pdfs/A20911-20919.pdf> .
- ASTM (American Society for Testing and Materials), 2011. Standard Specification for Reagent Water.[Consultado en mayo 2018]. Disponible en: <https://infostore.saiglobal.com/en-gb/Standards/ASTM-D1193-06-2011--1475053/> .
- Bernard Legube JR, Merlet N et al. Análisis del agua. 9ªed.Barcelona: Omega; 2011.
- Cámara C, Fernández P, Martín-Esteban A, Pérez-Conde C, Vidal M. Toma y tratamiento de muestras.1ªed. Madrid: Síntesis S.A; 2004.
- Campañó Beltrán R, Ríos Castro A. Garantía de la calidad en los laboratorios analíticos. 1ªed.Madrid: Síntesis S.A; 2002.
- Carbajal Azcona A, González Fdez. M. Agua para la salud. Pasado, presente y futuro. Vaquero y Toxqui, eds. CSIC; 2012: 33-45.
- Cela R, Lorenzo R.A, Casáis Mc. Técnicas de separación en química analítica. 1ªed.Madrid; Síntesis S.A; 2002.
- Christian Gary D. Química analítica. 6ªed., University of Washington: McGraw-Hill; 2009.
- Cienytec (ciencia y técnica), 1991. Libro de purificación de agua de Barnstead. Edición 1991, Bogotá (Colombia), Revisado en Enero 2011. [Consultado en abril de 2018]. Disponible en: http://www.cienytec.com/PDFS/Agua_Pura_laboratorio_Barnstead.pdf .
- Condorchem envitech, 2018. Desmineralización del agua. [Consultado en abril 2018]. Disponible en: <https://condorchem.com/es/desmineralizacion-agua/> .
- Dharan Murali. Control de calidad en los laboratorios clínicos. 2ªed.Barcelona; Reverté S.A; 2002
- EDQM (European Directorate for the Quality of Medicines & HealthCare), 2018 [Cpsultado en junio 2018]. Disponible en: <https://www.edqm.eu/>
- Ermer J, Miller J. Method validation in pharmaceutical analysis. 1ªed.Weinheim: Wiley-VCH; 2005.
- EUPATI (Academia europea de pacientes), 2015. Farmacopea Europea: normas de calidad para medicamentos. [Consultado en abril 2018]. Disponible en: <https://www.eupati.eu/es/seguridad-de-los-farmacos/farmacopea-europea-normas-de-calidad-para-medicamentos/> .
- FarmaEspaña Industrial, 2007. Sistema de producción de agua en la industria farmacéutica. [Consultado en mayo 2018]. Disponible en: <http://mondese-ecotec.es/wp-content/uploads/2017/03/NORMATIVAS-AGUA-PURIFICADA.pdf> .
- Garcés Giraldo LF, Mejía Franco E, Santamaria Arango J. La fotocatalisis como alternativa para el tratamiento de aguas residuales. Revista Lasallista de investigación, Vol. I ,2004 [Consultado en

mayo 2018]. Disponible en: <http://www.lasallista.edu.co/fxcu/media/pdf/Revista/Vol1n1/083-92%20La%20fotocat%C3%A1lisis%20como%20alternativa%20para%20el%20tratamiento.pdf> .

·Giannini C. Roani R. Diccionario de restauración y diagnóstico. 1ªed.San Sebastián: Ed. Nerea S.A; 2008.

·González de Buitrago JM. Técnicas y métodos de laboratorio clínico. 2ªed.Barcelona; Masson S.A:2005.

·Hach, 2017. Aplicación: Análisis para agua potable. Informe COT [Consultado en mayo 2018]. Disponible en: file:///C:/Users/Usuario/Downloads/DOC040.61.10062.Jun15_ES.pdf .

·Hernández A, Tejerina F, Arribas J. I, Martínez L, Martínez F. Microfiltración, ultrafiltración y osmosis inversa. 1ªed.Murcia; universidad de Murcia; 1990.

·HUESA, Planta de tratamiento de aguas (informe de seguimiento y control), 2017. [Consultado en mayo 2018].

·ISO 3696 (International Organization for Standardization), 1987. Water for analytical laboratory use. [Consultado en mayo 2018]. Disponible en: <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:3696:ed-1:v1:en> .

·León Dr. A., Andueza Dr. F. Análisis fisicoquímico y microbiológico del agua. Universidad de los Andes. Mérida. Venezuela. Prometeo SENESCYT.2014. [Consultado en mayo 2018]. Disponible en: <http://www.cff.org.br/> .

·Lozano-Rivas, William Antonio. Calidad fisicoquímica del agua. Métodos simplificados para su muestreo y análisis. 1st ed., Universidad piloto, 2013.

·Manahan S.E. Introducción a la química ambiental. 1ªed.Mexico/España; Reverté ediciones; 2007.

·Melgar Melgar A. UF1671. Mantenimiento del entorno de plantas de tratamiento de agua y plantas depuradoras. 5ªed.Madrid; E-learning S.L; 2015.

·Merck Millipore, 2013. Sistema de purificación de agua. Milli-Q® Advantage A10. Agua ultrapura a la medida de sus aplicaciones. [Consultado en junio 2018]. Disponible en: <file:///C:/Users/Usuario/Downloads/Merck%20SISTEMA%20DE%20PURIFICACION%20DE%20AGUA%20%20TIPO%20I%20MILLI-Q%20ADVANTAGE.pdf>

·Miñana Aznar A. González Ferradas E. Pérez Ballesta P. Muestreo de contaminantes en aire por captación pasiva.1ªed. Murcia. Ed: Universidad de Murcia; 1993.

·Nollet L.M.L. Handbook of water analysis. 2ªed.EEUU; CRC Press; 2007.

·OMS, 1998.Guías para la calidad del agua potable. 2ªed.Vol. 3: Vigilancia y control de los abastecimientos de agua a la comunidad. Ginebra; Organización Mundial de la Salud, 1998.

·OMS, 2016. Sistema de gestión de la calidad en el laboratorio. Manual (LQSM). Informe grupo científico de la OMS y centro estadounidense de preparación para la detección y control de enfermedades infecciosas(CDC). Lyon: OMS, Atlanta: 2016. [Consultado en mayo 2018]. Disponible en:<http://apps.who.int/iris/bitstream/handle/10665/252631/9789243548272spa.pdf;jsessionid=CADC1290CFABCE2BB520F72B57497F32?sequence=1> .

·Ortega Ramos A. 1005. Agua calidad farmacéutica (FA8) Disponible en: <http://docplayer.es/5925724-1005-agua-calidad-farmaceutica-fa8.html> .

·Pérez Almiñara V. Muestreo y preparación de la muestra.1ªed. Madrid: Síntesis S.A; 2014.

- Pradeau D. Análisis químicos farmacéuticos de medicamentos.1ªed. México D.F. Ed: Uteha noriega editores; 1998.
- Ravagnan, 2018. Sistema de ionización mediante procesos edi. [Consultado en mayo 2018]. Disponible en: <https://www.ravagnan.com/es/divisi%C3%B3n-de-plantas/plantas-para-el-tratamiento-del-agua/electro-deionisation-edi-systems.html> .
- Rodier J, Legube B, Merlet N y Co. Análisis del agua. 9ªed.Barcelona; Omega; 2011.
- Rodríguez Alonso Juan José. Operaciones básicas de laboratorio de química. 1ªed.Murcia Ediciones Ceysa: Cano pina S.L; 2005.
- Roldan Pérez G. Bioindicación de la calidad del agua en Colombia. 1ªed. Medellín (Colombia); Editorial universidad de Antioquia; 2003.
- Sagrado S, Bonet E, Medina M, Martin Y. Manuela practico de calidad en los laboratorios. Enfoque ISO 17025. 2ªed.Madrid: AENOR ediciones; 2005.
- Sierra Ramírez Carlos Alberto. Calidad del agua: evaluación y diagnóstico. 1ªed.Medellin, Colombia: Editoriales de la U; 2011.
- Skoog D. A, West D.M, Holler F.J, Crouch S.R. Química Analítica.7ªed.Atlanta/Mexico; McGraw-Hill; 2000.
- USP 2018, Official Monographs, Purified Water Vol. 24 p. 1753 y <1231> Water for Pharmaceutical Purposes. [Consultado en junio 2018]. Disponible en: <http://www.usp.org/>
- Valcárcel M, Gómez A. Técnicas analíticas de separación. 1ªed.Barcelona; Reverté S.A; 1988.
- Valdivia-Medina, RY, Pedro-Valdés, S, Laurel-Gómez, M. Agua para uso en laboratorios. Boletín Científico Técnico INIMET [Internet]. 2010;(1):3-10.
- Walter J. Weber JR. Control de la calidad del agua. Procesos fisicoquímicos. 1ªed.Barcelona. Ed. Reverté S.A; 1979.
- Wasserlab, 2018. Generalidades sobre agua purificada. Barbatayn, España. [Consultado en Abril 2018].Disponible en: <http://www.wasserlab.com/gestor/recursos/uploads/02.3%20Generalidades%20sobre%20al%20Aguas%20purificada.pdf> .
- Waterlogic España, 2018. Factores calidad del agua y ablandamiento. [Consultado en abril 2018]. Disponible en: <https://www.waterlogic.es/blog/que-factores-determinan-la-calidad-del-agua/>.