# Análisis de AOX rápido y seguro en el agua potable con el multi X® 2500

Dr. Christian Koch, Analytik Jena. Jena, Alemania.
©2015 Analytik Jena AG.

## Introducción

Desde hace ya más de 20 años, el parámetro de AOX (compuestos organohalogenados adsorbibles) es parte integrante de la analítica del agua en su función de parámetro total. Es un parámetro convencional que, por definición, describe la determinación de los halógenos que, en determinadas circunstancias, pueden ser adsorbidos en carbón activo. Nos referimos a compuestos de cloro, bromo y yodo (¡no de flúor!) que pueden estar contenidos tanto en líquidos (aguas potables, superficiales, residuales, etc.) como en sólidos (lodos de clarificación, suelos, etc.). Por ello, el AOX es un importante parámetro ambiental.

Según el reglamento alemán relativo a las aguas potables, no es necesario controlar el parámetro AOX. Por ello no se han establecido límites en el contenido de AOX en el agua potable. Sin embargo, en las muestras de agua potable reales pueden alcanzarse valores de hasta 50 µg/L. Según la norma DIN EN ISO 9562, el blanco de la analítica AOX puede alcanzar valores de hasta 30 µg/L. Dado que el contenido de AOX en las muestras reales de agua potable pocas veces alcanza este valor tan elevado (50 µg/L), sino que más bien presenta valores mucho más bajos, en la técnica de medición analítica se exige una capacidad de precisión y detección especialmente alta.

## Preparación de muestras

Para determinar el AOX, primero es necesario que la muestra acuosa sea adsorbida en carbón activo. Para ello existen dos métodos: el de columnas y el de agitación. El método de agitación exige un gran esfuerzo personal. Si se utilizan sistemas de preparación de muestras totalmente automáticos de la serie APU 28 (Figura 1), se pueden preparar hasta 28 muestras de AOX aplicando el método de columnas. Para poder determinar si la adsorción es completa o no, en el método de columnas se conduce la muestra acuosa a través de dos tubos de carbón activo conectados en serie. Cada uno de estos tubos está relleno con 50 mg de carbón activo. Se considera que la adsorción es completa si se detecta la mayor parte del contenido en AOX de la muestra en el primer tubo de carbón activo. Dado que tan solo se utilizan 50 mg de carbón activo, el método de agitación no puede llevar a cabo una comprobación semejante en la preparación de muestras. Esto puede suponer una desventaja en la corrección analítica de esta última forma de preparación.

Si fuera necesario, las muestras que contienen abundancia de partículas pueden homogeneizarse mediante un baño de ultrasonidos o la Ultraturax. Tanto en el método de agitación como en el método de columnas, se ajustan 100 mL de la muestra acuosa con ácido nítrico concentrado a un pH de 2. También es necesario añadir 5 mL de una solución patrón de nitrato a modo de fundente polar por cada 100 mL de muestra. De esta forma se posibilita la separación de las especies inorgánicas polares y los compuestos halogenados orgánicos no polares.

*Figura 1. Cargador de muestras APU 28 S.*

Para que se produzca la adsorción mediante el método de columnas, se conduce la muestra a través del carbón activo a una tasa de 3 mL/minuto. Si se aplica el método de agitación, la muestra se agita durante una hora mediante un aparato de agitación apropiado y posteriormente se filtra. Para lavar la matriz de impurezas, se enjuaga con 25 mL de una solución de lavado de nitrato.

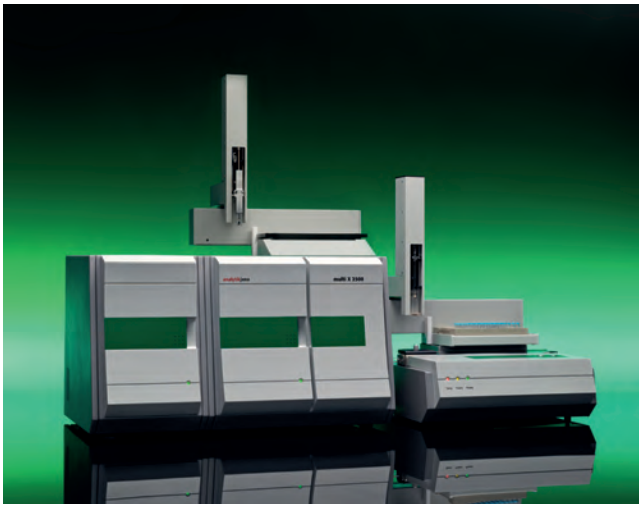

***Figura 2. multi X® 2500.***

## Ejecución y detección

La determinación del contenido de AOX se efectuó con el analizador multi X® 2500 (Figura 2). La mineralización cuantitativa (Ecuación 1) de los compuestos orgánicos en halogenuros de hidrógeno se produce en una corriente de oxígeno a como mínimo 950 °C. El secado del gas de medición se realiza mediante ácido sulfúrico concentrado. La determinación del contenido absoluto en halógenos, que se indica como cloruro, se produce mediante microculombimetría.

$R–X + O_2 \longrightarrow CO_2 + H_2O + HX$ (*X: Cl, Br, I, no F*) Ecuación 1

La inyección o alimentación de muestras puede efectuarse manualmente o bien de manera automática mediante el cargador de muestras de la serie autoX. Este dispositivo ofrece un mínimo de 36 posiciones y un máximo de 112 posiciones según el número de muestras y el método de adsorción.

Las curvas que se muestran en la Figura 3 visualizan claramente la ventaja analítica del método de columnas con respecto al método de agitación. Las dos curvas describen el contenido absoluto en AOX que ha sido adsorbido en la superficie del carbón activo. Gracias a la relación entre ambos contenidos absolutos, puede valorarse el nivel de adsorción. Normalmente, el primer tubo contiene un múltiplo del segundo tubo. Esto significa que la primera curva es conside-

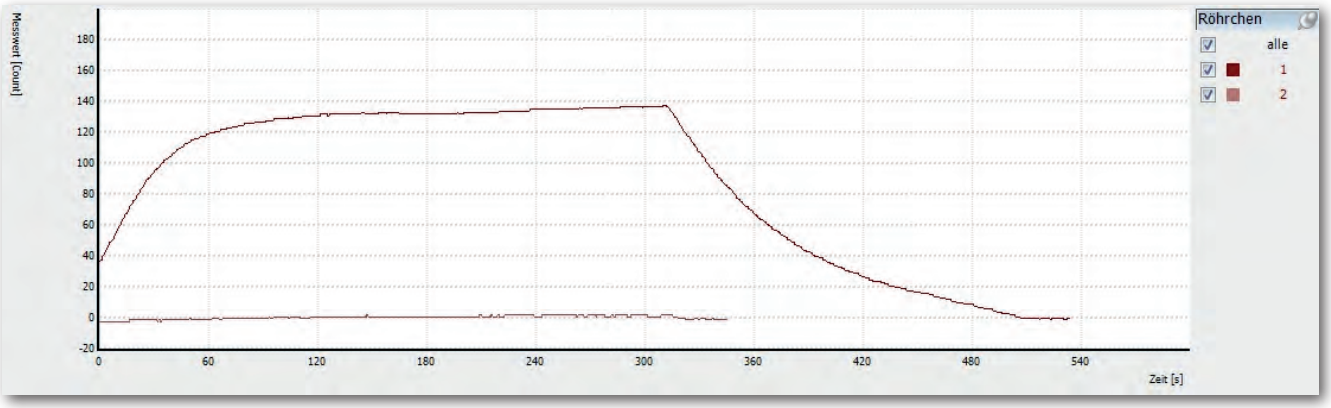


***Figura 3. Curvas de una determinación de AOX típica siguiendo el método de columnas (dos tubos).***

rablemente mayor que la segunda. En ese caso, se dice que se ha producido una adsorción completa. En el caso ideal, el contenido absoluto del segundo tubo se halla en el rango del blanco del carbón activo. Según el tipo de muestra acuosa, las impurezas pueden alterar el proceso de adsorción. Por ejemplo: los cloruros inorgánicos, como la sal de cocina (NaCl), pueden mostrar un contenido incorrecto en AOX, en concreto un contenido demasiado elevado. Las propiedades químicas de estas sales les permiten quedar atrapadas en la superficie del carbón activo con la misma facilidad que el AOX. En ese caso, los contenidos absolutos de los dos tubos pueden ser iguales, o bien el contenido del segundo puede ser mayor que el del primero. Esto se denomina "rotura" del AOX en el carbón activo.

Gracias a esta posibilidad de resultados individuales, se pueden adoptar las medidas adecuadas para determinar el contenido correcto de AOX. Para ello, es necesario realizar nuevas mediciones de la muestra, diluida apropiadamente, o bien aplicar el procedimiento SPE-AOX.

Si se utiliza el método de agitación, no es posible extraer conclusiones acerca de la calidad de la adsorción (por ejemplo, rotura).
La posibilidad de automatizar el proceso no solo permite aumentar el flujo de muestras. También reduce al mínimo los potenciales errores que se dan al trabajar manualmente. Por todo ello, el método de columnas posibilita la consecución de resultados cualitativamente seguros en pequeñas concentraciones de AOX, como en el agua potable o aguas superficiales.

La Tabla 1 contiene resultados de las determinaciones AOX de agua potable municipal de diversos hogares. Las diferencias en el contenido se deben al hecho de que existen distintas fuentes de producción de agua potable. No obstante, se aprecia claramente que los valores calculados están muy por debajo del valor empírico de los 50 µg/L. El blanco calculado mediante el procedimiento alcanza los 5 µg/L. Los resultados se han corregido según el blanco y se muestran como el promedio de dos determinaciones distintas.

| Nombre de la muestra | Resultado [µg/l] | SD ± [µg/l] |
|---|---|---|
| p-clorofenol estándar 20 µg/L | 20,05 | 1,13 |
| A | 21,45 | 2,12 |
| B | 7,93 | 0,32 |
| C | 18,55 | 1,27 |
| D | 3,45 | 0,28 |
| E | 20,40 | 0,35 |
| F | 27,80 | 0,92 |
| G | 20,44 | 0,72 |

***Tabla 1. Resultados de medición de AOX en el agua potable en diversos hogares municipales.***

## Resumen

En la analítica del agua potable, el papel que desempeña el AOX como parámetro ambiental es más bien secundario. No obstante, los resultados que se han presentado en este documento muestran claramente la idoneidad del sistema de medición para la determinación de concentraciones muy pequeñas. La combinación de un sistema de preparación de muestras completamente automatizado con un dispositivo de análisis altamente automático permite efectuar un análisis rápido y limpio de todo tipo de muestras acuosas siguiendo el método de columnas.

***www.analytik-jena.com***