

infoANALÍTICA

infoANALÍTICA

ISSN: 2602-8344

ISSN: 2477-8788

revistainfoanalitica@gmail.com

Pontificia Universidad Católica del Ecuador
Ecuador

Chacha P, Salomón; Tapia C, Iván; Narváez C, Wilmer; Alcívar L, Christian
DESARROLLO DE UN MÉTODO ANALÍTICO POR ESPECTROMETRÍA VISIBLE PARA
DETERMINAR DETERGENTES ANIÓNICOS EN AGUAS LIMPIAS Y RESIDUALES

infoANALÍTICA, vol. 11, núm. 1, 2022, Julio-Enero, pp. 53-71

Pontificia Universidad Católica del Ecuador
Ecuador

DOI: <https://doi.org/10.26807/ia.v11i1.241>

- ▶ Número completo
- ▶ Más información del artículo
- ▶ Página de la revista en redalyc.org



DESARROLLO DE UN MÉTODO ANALÍTICO POR ESPECTROMETRÍA VISIBLE PARA DETERMINAR DETERGENTES ANIÓNICOS EN AGUAS LIMPIAS Y RESIDUALES

DEVELOPMENT OF AN ANALYTICAL METHOD
BY VISIBLE SPECTROPHOTOMETRY FOR
DETERMINE ANIONIC DETERGENTS
IN CLEAN AND WASTEWATER

Salomón Chacha P.¹, Iván Tapia C.¹,
Wilmer Narváez C.¹, Christian Alcívar L.^{1*}

Recibido: 19 de mayo 2022 / Aceptado: 13 de enero 2023

DOI: 10.26807/ia.v11i1.241

Palabras clave: detergentes aniónicos, fuerza iónica, limoneno,
mapa de potencial electrostático, parámetros de calidad

Keywords: anionic detergents, electrostatic potential map,
ionic strength, limonene, quality parameters

¹ Universidad Central del Ecuador, Facultad de Ciencias Químicas y Farmacéuticas, Quito, Ecuador (schacha@uce.edu.ec; wanarvaez@uce.edu.ec; imtapia@uce.edu.ec; *correspondencia: cdalcivar@uce.edu.ec)

RESUMEN

Esta investigación desarrolló un nuevo método alternativo para la determinación de detergentes aniónicos en aguas limpias y residuales mediante la técnica de Espectrometría de absorción molecular visible, a una longitud de onda de 605 nm utilizando reactivos estandar lauril sulfato de sodio, cloruro de sodio, cristal violeta, limoneno y xileno. Este método evita el uso de solventes peligrosos como benceno y cloroformo que se emplean en los métodos tradicionales. Para garantizar la validez del método se determinaron los parámetros de calidad, obteniéndose los siguientes resultados: valores de desviación estándar relativa para la repetibilidad y reproducibilidad menores al 5 %, para la exactitud se obtuvo una media de porcentaje de recuperación de 98 %, mientras que la prueba de *t-student* dio un valor *t* experimental de -0,558 y el *t* crítico de 3,18, el límite de detección fue de 0,03 ppm y de cuantificación de 0,11 ppm, para el intervalo lineal se obtuvo un coeficiente de correlación $r = 0,99$. Los parámetros de calidad determinados y tratados estadísticamente permiten garantizar que este método pueda ser usado para cuantificar la cantidad de detergentes aniónicos en agua limpias y residuales. Asimismo, se calculó el mapa de potencial electrostático de cristal violeta y lauril sulfato de sodio, para racionalizar las interacciones intermoleculares, en función de la distribución electrónica de cada estructura molecular.

ABSTRACT

This research developed a new alternative method for the determination of anionic detergents in clean and wastewater, by means of the Visible Molecular Absorption Spectrometry technique, at a wavelength of 605 nm using standard reagents Sodium Lauryl Sulfate, Sodium Chloride, Crystal violet, Limonene and Xylene, this alternative avoids the use of dangerous solvents such as benzene and chloroform that are used in traditional methods. To guarantee the validity

of the method, the quality parameters were determined, obtaining the following results: relative standard deviation values for the repeatability and reproducibility of less than 5 %, for accuracy an average recovery percentage of 98 % was obtained, while the t-student test gave an experimental t value of -0.558 and the critical t of 3.18, the limit of detection is equal to 0.03 ppm and of quantification of 0.11 ppm, the linearity was determined by a correlation coefficient $r = 0.99$. The quality parameters determined and treated statistically allow to guarantee that this method can be used to quantify the amount of anionic detergents in clean and residual water. Likewise, the electrostatic potential map of crystal violet and lauryl sulfate of sodium, to rationalize intermolecular interactions, based on the electronic distribution of each molecular structure.

INTRODUCCIÓN

Los detergentes aniónicos son los tensioactivos más usados a escala mundial, se producen y consumen millones de toneladas de tensioactivos como productos de limpieza en el hogar y a nivel industrial, y forma parte de los parámetros controlados por las normativas ambientales en las descargas líquidas (Jiménez, 2009). El control de la cantidad de detergentes aniónicos es función del laboratorio Químico. El Laboratorio de servicio al Público de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Central del Ecuador cuantifica los detergentes aniónicos en aguas limpias y resi-

duales mediante dos métodos, en el primero se utiliza benceno como disolvente de extracción de la especie analizada y en el otro cloroformo, ambos altamente tóxicos para la salud.

El benceno es muy tóxico para el ser humano y puede causar graves daños hepáticos (Hart, 1995). Está reconocido por la International Agency for Research on Cancer (IARC) como sustancia carcinógena (Barreno, García, & Gutierrez, 2008), de igual manera la IARC ha clasificado al cloroformo como cancerígeno poten-

cial (Mosquera, Hidalgo, & Forjan, 2015). Por estas razones surgió la necesidad de buscar un método menos tóxico para la cuantificación de detergentes en agua limpias y residuales.

En esta investigación se desarrolló un nuevo método para la cuantificación de detergentes aniónicos en agua limpias y residuales, basado en el uso de un solvente de extracción del analito no tóxico como el d-limoneno, el cual es un hidrocarburo monoterpeno, el principal componente del aceite esencial de la cáscara de cítricos. La industria de zumo de naranja representa una fuente importante de d-limoneno, se lo considera un producto GRAS (generalmente reconocido como seguro) por la Administración de Alimentos y Fármacos de Estados Unidos (Uri, 2015) y ha estado jugando un papel importante en sabores y fragancias, así como agentes de limpieza/desengrasantes en las industrias y aplicaciones domésticas. Los residuos del procesamiento de cítricos, como la cáscara de limón, aun contienen sustancias de valor comercial, como el d-limoneno, que puede ser liberado con mayor facilidad al utilizar la hidrólisis enzimática (Ramos, 2015). d-limoneno se des-

taca como un sustituto valioso para los disolventes tradicionales, muchos de los cuales contienen hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAPS) o vapores de compuestos orgánicos volátiles. La identificación y cuantificación de detergentes aniónicos en aguas limpias y residuales propuesta en esta investigación se basa en el hecho de que un detergente aniónico frente a un colorante catiónico, como el cristal de violeta, forma un par-iónico (ver Figura 1) soluble en solventes apolares como el d-limoneno (Esquivel & Leal, 2004).

En este sentido, se realizó un cálculo teórico para obtener los mapas de potencial electrostático (MPE) de cristal violeta (CV) y lauril sulfato de sodio (LSS) utilizando el nivel de teoría PM6/ZDO. Los MPE evidencian la distribución de densidad electrónica con una barra de color (Figura 2), donde el color rojo indica acumulación de densidad electrónica y el color azul muestra deficiencia de densidad electrónica. Las superficies de CV y LSS mostraron zonas de acumulación de densidad electrónica de color rojo, en la cola alifática del LSS y en los anillos aromáticos que pueden deslocalizar la carga.

Se puede inferir a través de las superficies de los MPE, la probable afinidad electrónica en las interacciones intermoleculares de CV y LSS, que ayudan a entender las interacciones en la determinación de detergentes aniónicos en aguas limpias y residuales. Las interacciones CV y LSS se han estudiado por técnicas de conductividad eléctrica y espectrofotometría UV-Vis, evidenciando el efecto de CV en la micelización de LSS en fase acuosa, donde los resultados de la constante de enlazamiento ($K_b = 432,77 \text{ M}^{-1}$) y energía libre de Gibbs ($\Delta G^\circ = -15,03 \text{ kJ/mol}$) evidencian que la interacción de CV y micelas es espontánea (Khaled Edbey, 2015).

Asimismo, la concentración micelar crítica (*cmc*), se ha estudiado en sistemas LSS/CTAB en presencia de CV. Se evidencia que la *cmc* disminuye en presencia de CV favoreciendo la micelización de micelas puras y mixtas (Rahman, 2021). Resultados de interacción similar, se han observado en el diseño de sondas de CV y LSS,

donde las interacciones de naturaleza electrostática evidenciadas con técnicas de dispersión hiper-Rayleigh, evidencian que la porción catiónica de las moléculas de CV interacciona con las negativas de LSS, cuando se encuentran presentes en exceso (Revillod, 2005).

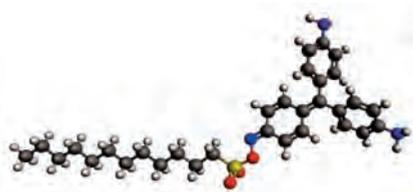


Figura 1. Cristal violeta-detergente aniónico

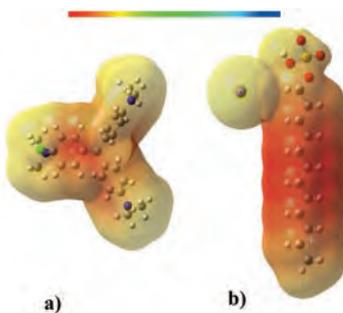


Figura 2. Mapa de potencial electrostático de (a) cristal violeta y (b) lauril sulfato de sodio

MATERIALES Y MÉTODOS

Materiales y reactivos

El estudio utilizó solución tampón tipo sulfato pH 2, solución de cristal violeta (Fisher Chemical) en cloruro de sodio 0,5 %, limoneno 85 % de pureza, solución madre patrón de detergente lauril sulfato de sodio(SDS Fisher Chemical) de 0,1 g/L, detergente aniónico 85 %, agua destilada, material de vidrio: embudos de separación de 500 mL, pipetas, matraces aforados de 25, 50, 100, 1000 mL de capacidad, embudo simple para líquidos, probeta de 10, 25 y 500 mL, matraz Erlenmeyer y vasos de precipitación.

Equipos

Espectrofotómetro UV-visible HACH DR/4000, celda de cuarzo, de vidrio de 25 mL o plástico, balanza analítica.

Método

Para optimizar el método analítico, se ajustaron y afinaron las distintas variables del método propuesto, como la longitud de onda, la concentración

del colorante empleado, el disolvente (mezcla) de extracción, el efecto de la fuerza iónica, el efecto del pH, el tiempo de extracción de la especie formada, el tiempo de estabilidad del par iónico e intervalo lineal.

Determinación de las condiciones óptimas del método

Determinación de la longitud de onda

El ensayo fue realizado con una solución estándar de detergente aniónico de concentración 1 ppm, 0,14 g de cristal violeta 0,5 %, en medio ácido y la extracción de la especie formada por iónico con 25 mL de d-limoneno, el barrido se realizó en un intervalo de longitud de onda de 580 a 650 nm.

Efecto de la mezcla de solventes

Se realizaron ensayos de extracción del analito con mezclas de d-limoneno y diversos solventes en una relación 4:1 respectivamente, los disolventes utilizados fueron: alcohol amílico, metanol, etanol, hexano, etileno, tolueno y xileno. Luego se midió la absorbancia a 605 nm en el Espectrofotómetro UV/VIS, paralelamente se

realizó ensayos con 8 blancos para determinar la capacidad de extracción. Como resultado de este ensayo se determinó que la mezcla d-limono-xileno 24:1 es la que da mejores resultados de absorbancia.

Efecto del pH en la formación y extracción del par iónico

Para evaluar el efecto de pH y definir las condiciones óptimas, a la mezcla de detergente aniónico, cristal violeta y xileno como solvente en proporciones determinadas en los ensayos precedentes, se varió el pH desde 1 hasta 6, luego se procedió a medir la absorbancia y se determinó el pH más adecuado.

Efecto de la fuerza iónica (μ) en la formación de la especie química

En este caso, se preparó una mezcla de detergente aniónico, cristal violeta y xileno en las condiciones óptimas obtenidas con anterioridad y se añadió diferentes concentraciones de solución de NaCl (0,05, 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, 0,5, 0,6, 0,7, 0,9 y 1,0 %), posteriormente se midió la absorbancia de cada una de las soluciones y por último se determinó el rango de concentraciones en las cuales se logra las mejores lecturas de absorbancia (Gagnon, 1979).

Determinación de la concentración óptima del colorante CV

De igual manera para este parámetro se prepararon varias mezclas analíticas en las cuales se añadió diferentes concentraciones de colorante cristal violeta: (1,4; 2,86; 5,72; 11,4; 22,28) $\times 10^{-6}$ M, luego se midieron las absorbancias y se determinó las mejores absorbancias (Skoog, 2008).

Determinación del intervalo dinámico

En este caso se varió la cantidad de detergente aniónico en concentraciones que van en el orden de: 0,05, 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, 0,5, 0,6, 0,7, 0,9 y 1,0 ppm, De igual manera se midieron las absorbancias. Se analizó el gráfico absorbancia-concentración y se determinó el intervalo dinámico eliminando los datos más dispersos (Duffau, 2010).

Parámetros de Calidad

Límite de detección y límite de cuantificación

Se preparó 20 muestras de blanco, la misma que fue analizado individualmente según el método propuesto y se determinó la desviación estándar de 20 lecturas. El límite de detección

(LD), se determinó mediante la ecuación (1). El límite de cuantificación (LQ), se determinó mediante la ecuación (2) (Sierra, Perez, Gomez, & Morante, 2010).

$$LD = \frac{3S_{bl}}{m} \quad (1)$$

$$LQ = \frac{10S_{bl}}{m} \quad (2)$$

Donde: S_{bl} es la desviación estándar de las lecturas del blanco.

Determinación de la linealidad

Se realizó 3 curvas de calibración con 6 estándares de diferentes concentraciones de detergente: 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50 y 0,60 ppm. Se trazó una gráfica absorbancia vs concentración de detergente y luego se calculó la pendiente, (b), la intersección (u), ordenada al origen (a) y el coeficiente de correlación (r). El coeficiente de correlación fue analizado por medio de una prueba "t de student", para determinar si la correlación es significativa o no, se planteó la hipótesis nula, H_0 : no existe corre-

lación entre y/x y la hipótesis alternativa, H_a : existe correlación entre y/x (Sierra, Perez, Gomez, & Morante, 2010).

Sensibilidad

La sensibilidad del método se determinó por medio de la pendiente de las curvas de calibración, incluyendo la pendiente de la curva de calibración global.

Precisión

El estudio de la precisión se realizó a través del análisis simple de varianza (ANOVA de factores totalmente anidados y homogéneos), las desviaciones estándar de repetibilidad (S_r) y de reproducibilidad (SR), considerado como precisión intermedia; para cada uno de los niveles de ensayo. También se planteó como criterio de aceptación menor al 10 % CV.

Repetibilidad y Reproducibilidad

Se realizó las mediciones de la concentración para los 3 niveles: bajo, medio y alto; cuatro tratamientos para cada nivel y cinco días.

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F
Entre los grupos	Sb	p-1	Mb=Sb/(p-1)	F _{Mb/Mw}
Dentro de los grupos	Sw	p(n-1)	Mw=Sw/p(n-1)	
Total	S _{total} =Sb+S _w	pn-1		

Para determinar la desviación estándar de la Repetibilidad y de Reproducibilidad se empleó las siguientes expresiones matemáticas.

$$Sr = \sqrt{M_w} \quad (3)$$

$$Sb = \sqrt{\frac{Mb - Mw}{n}} \quad Sb^2 > 0 \quad (4)$$

$$SR = \sqrt{Sr^2 + Sb^2} \quad (5)$$

(Ellison, Barwich, & Duguid Farrant, 2009)

Exactitud

$$t = \frac{(\bar{x} - \mu)\sqrt{n}}{s} \quad (6)$$

H₀ $\bar{x} = \mu$

H₁: $\bar{x} \neq \mu$

Este parámetro de calidad se determinó calculando el porcentaje de recuperación en seis niveles más un material de referencia certificado de

control de calidad QC (Gallegos, Garcinuño, & Morcillo, 2013). Para este parámetro de calidad se tomó como referencia el método estandarizado del APHA y validado por el Laboratorio OSP de la Facultad de Ciencias Químicas que consideran un rango de aceptación como porcentaje de recuperación [80 %-120 %].

Cálculo teórico

Se desarrolló un mapa de potencial electrostático (MPE) con el nivel de teoría PM6/ZDO, de cristal violeta y lauril sulfato de sodio. El MPE ilustra de manera intuitiva la distribución de carga en una superficie tridimensional, que permite visualizar a través de una barra de colores la acumulación de carga (color rojo) y la depleción de carga (color azul). En este sentido, el MPE permite reconocer zonas Coulombicas de potencial de atracción intermolecular, que dependen del sistema en solución y de las moléculas interactuantes.

RESULTADOS

Determinación de la longitud de onda

La máxima absorbancia para el par

iónico cristal violeta-detergente se determinó a 605 nm (Figura 3).

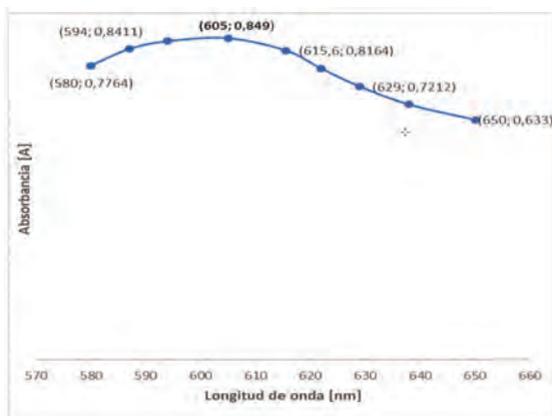


Figura 3. Espectro de barrido de la especie detergente - cristal violeta

Efecto de la mezcla de solventes

Como resultado de este ensayo se determinó que la mezcla d-limoneno-xileno 24:1 es la que da mejores resultados de absorbancia (Figura 4).

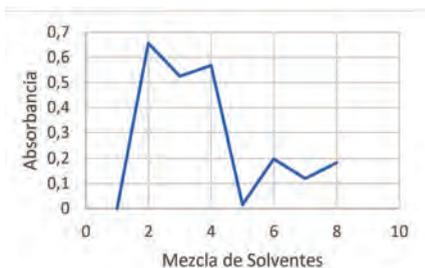


Figura 4. Efecto de la mezcla de d-limoneno- xileno para la extracción del par iónico

Efecto del pH en la formación y extracción del par iónico

Se identificó como pH óptimo 2 para la formación y extracción del par iónico (Figura 5).

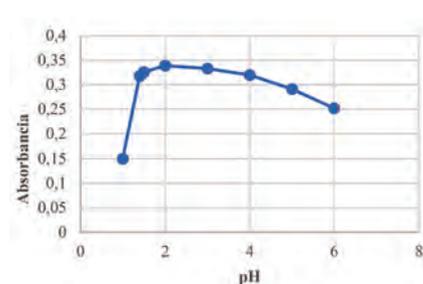


Figura 5. Efecto del pH en la extracción del par iónico

Efecto de la fuerza iónica en la formación de la especie química

En este ensayo se encontró un rango de concentración de cloruro de sodio que favorece la formación del par iónico, va de 0,3-1 %, se escogió la concentración de 0,3 % NaCl (Figura 6).

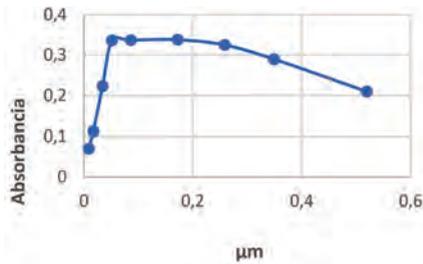


Figura 6. Efecto de la fuerza iónica [μM] en la extracción del par iónico

Determinación de la concentración óptima del colorante CV

La concentración óptima de cristal violeta (CV) que se debe agregar a cada muestra para el análisis es de $5,72 \times 10^{-6}$ M (Figura 7).

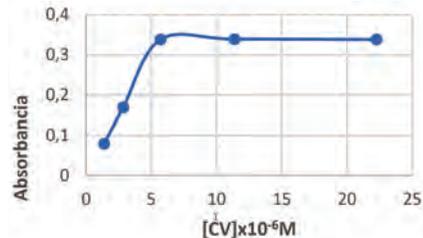


Figura 7. Concentración óptima del colorante cristal violeta

Determinación del intervalo dinámico

Tabla 1. Datos seleccionados para el intervalo dinámico

Estándar (ppm)	Absorbancia
0,1	0,06
0,2	0,13
0,3	0,195
0,4	0,26
0,5	0,332
0,6	0,397

Para determinar este parámetro se preparó la curva de calibración con 7 estándares de detergente aniónico, obteniendo una linealidad hasta el sexto estándar de 0,6 ppm y descartando el séptimo ya que este punto disminuía la correlación (x/y). Como se puede apreciar en la Tabla 1 y la Figura 8.

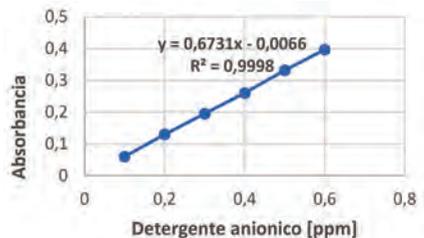


Figura 8. Intervalo dinámico

Parámetros de calidad

Determinación de límite de detección y límite cuantificación

LD= 0,03

LQ=0,11

Los parámetros de calidad que se determinaron son: Límite de detección 0,03 mg/L, límite de cuantificación 0,11 mg/L.

Determinación de la linealidad

Tabla 2. Resultados en absorbancia de tres días de seis estándares, para determinar la linealidad del método

NIVEL	C[mg/L]	D ₁ [A]	D ₂ [A]	D ₃ [A] promedio	[A]
1	0,1	0,054	0,058	0,057	0,067
2	0,2	0,109	0,106	0,100	0,129
3	0,3	0,200	0,198	0,202	0,225
4	0,4	0,252	0,249	0,254	0,289
5	0,5	0,328	0,326	0,334	0,372
6	0,6	0,382	0,379	0,386	0,437

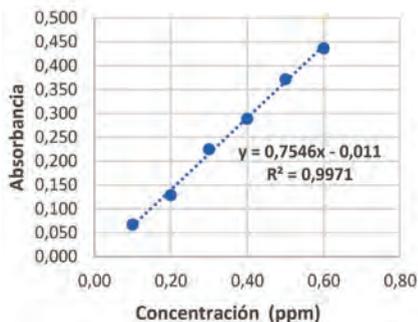


Figura 9. Curva de calibración global de tres días y seis estándares

A continuación, se detalla en la Tabla 3 la pendiente, el coeficiente de correlación, la ordenada al origen y sus respectivas desviaciones estándar que se obtienen de la Figura 9, construida a través de los datos de la Tabla 2.

Tabla 3. Función respuesta de la Curva global

	Pendiente	Ordenada	
m	0,7545714	-0,0110167	b
Sm	0,0202503	0,0078863	Sb
r²	0,9971274	0,0084713	Sr
r	0,9985627		

En la evaluación de la linealidad se calculó el coeficiente de correlación de la curva global $r = 0,999$ y un coeficiente de determinación $r^2 > 0,99$.

Sensibilidad

Tabla 4. Resultados del cálculo de la sensibilidad analítica

C[mg/L]	D₁[A]	D₂[A] Estand	D₃[A] analítica	Desv.	Sensibilidad
0,1	0,054	0,058	0,057	0,0021	362
0,2	0,109	0,106	0,100	0,0046	165
0,3	0,200	0,198	0,202	0,0020	377
0,4	0,252	0,249	0,254	0,0025	300
0,5	0,328	0,326	0,334	0,0042	181
0,6	0,382	0,379	0,386	0,0035	215

Para determinar la sensibilidad analítica se tomó la pendiente de la curva y la desviación estándar de las respectivas lecturas (Tabla 4).

Sensibilidad de Calibrado

Para determinar la sensibilidad de calibrado de este método se debe comparar con otro método que determine el mismo analito, por tanto, el mé-

todo que tenga mayor pendiente será de mayor sensibilidad de calibrado. $m = 0,7546 \pm 0,0203$.

Precisión

Las lecturas obtenidas para la repetibilidad y reproducibilidad (precisión intermedia) se realizó en 5 días por un analista, se estableció el número de réplicas de $n=4$ en tres niveles de

concentración: bajo de 0,10 mg/L de detergente aniónico, medio de 0,30 mg/L y alto de 0,60 mg/L de la solución estándar del analito en estudio.

Se obtuvieron los resultados del análisis de varianza ANOVA, que se presentan en la Tabla 5.

Tabla 5. Resultados de repetibilidad (r) y precisión intermedia (R), obtenidos del ANOVA

Rango	Prueba F calculado	Prueba F crítico	%Cvr	%CvR
Rango bajo 0,1 ppm	0,1875	3,0556	5,26	5,26
Rango medio 0,3 ppm	0,9333	3,478	2,92	2,92
Rango alto 0,6 ppm	0,585	3,05568	2,78	2,78

Se obtuvo para todos los rangos una F calculada menor a F crítico, por lo que los resultados no difieren entre sí. El coeficiente de variación (% CV), se obtuvo un valor para el rango bajo del 5,26 % mientras que para el rango medio y alto los resultados son los mejores. Consecuentemente el método es preciso.

Exactitud

Se determinó la exactitud midiendo varias veces las soluciones estándares en los 6 niveles y un material de referencia certificado, los resultados se detallan en la Tabla 6.

Tabla 6. Resultados de exactitud

NIVEL	C ppm	x1 ppm	x2 ppm	x3 ppm	\bar{x} ppm	% R	S ppm
1	0,10	0,099	0,12	0,11	0,10	104,5	0,008
2	0,20	0,22	0,24	0,19	0,19	108,3	0,025
3	0,30	0,288	0,34	0,36	0,36	106,4	0,037
4	0,40	0,39	0,45	0,4	0,4	106,3	0,035
5	0,50	0,52	0,47	0,54	0,54	102,0	0,036
6	0,60	0,57	0,61	0,65	0,65	101,7	0,040
MR	3,41	3,22	3,15	3,61	3,33	97,6	0,248

Además, se planteó las hipótesis nula y alternativa

$$H_0: \bar{x} = \mu$$

$$H_1: \bar{x} \neq \mu$$

$$\mu = 3,41 \text{ ppm} \quad n = 3$$

$$s = +0,119 \text{ ppm} \quad t_{0,05} = 4,30265273$$

$$t_{\text{cal}} = -0,582341$$

Para la exactitud se determinó el porcentaje de recuperación obteniéndose en todos los niveles más el material de referencia (QC1144-20ML) resultados de % R=97,6, que

está dentro del rango establecido por el método analítico de referencia.

La hipótesis planteada H_0 el método no está sujeto a errores sistemáticos, se determina a partir de la media $\mu = 3,41$, el valor de referencia $\mu = 3,41$, número de mediciones $n = 3$, la desviación estándar $s = 0,248$, da un valor de $t_{\text{cal}} = -0,58$, comparada con $t_{0,05} = 4,30$, por lo que se observa que no hay diferencia significativa, es decir que no hay evidencia de errores sistemáticos.

DISCUSIÓN

El estudio fue realizado para reemplazar los solventes orgánicos tóxicos como el cloroformo y benceno utilizados para la determinación de detergentes aniónicos en diferentes ma-

trices de aguas. Se puede comparar los parámetros obtenidos con otros métodos utilizando nuevos solventes (Yoon, Shin, & Kirkham, 2022) como se observa en la siguiente Tabla 7.

Tabla 7. QA/QC datos por el método d- limoneno-xileno y el método MIBK- DCE

QA/QC Criterio		Método d- limoneno-xileno	Método del cloroformo
Curva de calibración	Pendiente	0,7546	0,5252
	r ²	0,9971274	0,9995
Límite de Detección	MDL	0,03	0,0041
	LOQ	0,11	0,0137
Exactitud (%)	Rango bajo	104,5	96,5
	Rango medio	106,4	83,3
Precisión(%RSD)	Rango bajo	5,26	7,1
	Rango medio	2,92	13,9

MDL= Límite de detección del método. LOQ = Límite de cuantificación. Baja concentración 0,10 mg SDS/L. Concentración media 0,30 mg SDS/L. SDS = Dodecil sulfato de sodio reactivo estándar. RSD: desviación estándar relativa.

El método d-limoneno-xileno reveló que el MDL y LOQ fueron de 0,03 mg/L y 0,11 mg/L, respectivamente. La exactitud representada como porcentaje de recuperación fue de 104,5 % para el rango bajo y para el rango medio de 106,4 %. La precisión representada como el porcentaje de la desviación estándar relativa;

para el rango bajo de 5,26 % y para el rango medio de 2,92 %. Los criterios de exactitud y precisión fueron superiores al método del cloroformo (American Public Health Association (APHA), 2005) excepto los límites de MLD y LOQ. Sin embargo, se cumplió con los criterios de QC/QA planteados como objetivos del presente estudio. La sensibilidad de calibrado del método d-limoneno-xileno según la Tabla 7 Figura 9 y Tabla 3, es mayor que la sensibilidad del método del cloroformo. Los resultados indican que el método d-limoneno-xileno es sensible, preciso y exacto.

CONCLUSIONES

Este método analítico para detergentes aniónicos en agua utilizando como solvente de extracción d-limoneno-xileno, fue desarrollado para aguas dulces y aguas residuales. El proceso de extracción reduce las interferencias de aniones inorgánicos y orgánicos. El solvente d-Limoneno-xileno grado reactivo puede reemplazar el uso del cloroformo en el análisis de surfactantes aniónicos (AS), no solo mejorando la extractabilidad de SDS (dodecíl sulfato de sodio) sino también las propiedades fisicoquímicas que proporcionen condiciones favorables para la operación analítica.

El método propuesto es preciso, exacto y consta de tres pasos: pretratamiento de la muestra, extracción, filtración y medición en absorbancia. En el método d-limoneno-xileno, se ha eliminado el retrolavado, por tanto, redujo el uso excesivo del solvente disminuyendo la contaminación del medio ambiente y uso de material de vidrio y se acortó el tiempo de análisis. MDL, LOD, RSD: %, y la recuperación (%) del método

d-limoneno-xileno fueron 0,03 mg/L, 0,11 mg/L, rango bajo 5,26 %, rango medio 2,92 %, rango bajo 104,5 % y rango medio 106,4 %, respectivamente. Todos los criterios fueron superiores a los del método del cloroformo excepto los límites de MDL y LOQ. La correlación es altamente significativa para las concentraciones de SDS analizadas por el método d-limoneno-xileno.

El solvente de extracción, d-limoneno-xileno se presenta en esta investigación como una alternativa en lugar de cloroformo o benceno, que son altamente tóxicos y contaminantes del ambiente.

Los mapas de potencial electrostático mostraron las zonas de densidad electrónica de CV y LSS que participan en las interacciones intermoleculares en los detergentes aniónicos en aguas limpias y residuales, CV evidencia acumulación de densidad electrónica a lo largo del sistema de anillos aromáticos, mientras que LSS localiza densidad electrónica a lo largo de la cadena alquílica.

LISTA DE REFERENCIAS

- American Public Health Association (APHA). (2005). *Standard Method for the Examination of Water and Wasterwater*. Washington, DC. USA: American Water Works Association and Water Environmental Federation.
- Barreno, A., García, O., & Gutierrez, A. (2008). *Exposición laboral a disolventes*. Obtenido de http://www.cancerceroeneltrabajo.ccoo.es/comunes/recursos/99924/pub44957_Exposicion_laboral_a_disolventes.pdf
- Duffau, B. (2010). *Validación de métodos y determinación de la incertidumbre de Medición: "Aspectos generales sobre la validación de Métodos"*. Chile: Instituto de salud pública.
- Edbey, K. B. (2015). Conductometric and Spectrophotometric study of the interaction of methyl violet with sodium dodecyl sulfate. *International Research Journal of Pure & Applied Chemistry*, 9(4), 1-7.
- Ellison, S. L., Barwich, V. J., & Duguid Farrant, T. J. (2009). *Practical Statistics for Analytical Scientist*. Cambridge : Published by The Royal Society of Chemistry,.
- Esquivel, E., & Leal, L. (2004). *Cromatografía en Fase Reversa. Métodos Físico químicos en Biotecnología*. .
- Gagnon, M. J. (1979). *Note on a rapid and sensitive method for the determination of anionic detergents in natural waters at ppb nivel* . Water Research.
- Gallegos, A., Garcinuño, R., & Morcillo, M. (2013). *Experimentación en Química Analítica* . Madrid.
- Hart, H. (1995). *Química Orgánica*. México: Mcgraw-hill.
- Haynes, W. (2014). *Hadbook of Chemistry and Physycs*. New York: Taylor y Francis Group.
- Jiménez, I. (2009). *Desarrollo de metodologías analíticas para la determinación de tensioactivos y sus productos de degradación mediante diferentes técnicas separativas*. Granada, España: Editorial de la Universidad de Granada.

- Mosquera, M., Hidalgo, J., & Forjan, E. (5 de enero de 2015). *Evaluación del contenido en trihalometanos en agua de consumo de municipios pertenecientes a una misma zona de abastecimiento, Higiene y Sanidad Ambiental*. Obtenido de nievesmos@yahoo: [http://www.salud publica.es/secciones/revista/revistaspdf/bc51018f3a0cffd_Hig.Sanid.Ambient.9.404-411\(2009\).pdf](http://www.salud publica.es/secciones/revista/revistaspdf/bc51018f3a0cffd_Hig.Sanid.Ambient.9.404-411(2009).pdf)
- Rahman, M. L. (2021). Investigation of aggregation behavior of ionic surfactant mixture in crystal violet dye solution at different temperatures and solvent compositions: Conductivity and theoretical approach. *Journal of Molecular Liquids*, 336, 116402.
- Ramos, J. C. (26 de junio de 2015). *Extracción enzimática de limoneno en cáscara de limón, XVI Congreso Nacional de Biotecnología y Bioingeniería*. . Obtenido de <https://smbb.mx/congresos%20smbb/guadalajara15/PDF/XVI/trab>
- Revillod, G. R.-A. (2005). Investigating the interaction of crystal violet probe molecules on sodium dodecyl sulfate micelles with hyper-Rayleigh scattering. *The Journal of Physical Chemistry B*, 109(11), 5383-5387.
- Sierra, I., Perez, D., Gomez, S., & Morante, S. (2010). *Análisis Instrumental*. Coruña: Gesbobo S.L.
- Skoog, D. H. (2008). *Principio de Análisis Instrumental*. México: Cengage Learning Editores S. A.
- Uri, Z. G. (2015). *HANDBOOK OF DETERGENTS (Vol. 82)*. Obtenido de <http://www.dekker.com>
- Yoon, J.-H., Shin, Y.-G., & Kirkham, M. B. (2022). A Simplified Method for Anionic Surfactant Analysis in Water Using a New Solvent. *Toxics*, 4-15.