



UNIVERSIDAD DEL MAR

CAMPUS PUERTO ÁNGEL

“MÉTODOS ANALÍTICOS CONFIABLES EN LAS CIENCIAS AMBIENTALES: DETERMINACIÓN ESPECTROFOTOMÉTRICA DE HEXAZINONA EN AGUA Y SUELO”

TESIS

Que para obtener el título de
INGENIERO AMBIENTAL presenta:

JULIA MARIANA MÁRQUEZ REYES

Directora de Tesis: Dra. Judith Amador Hernández
Asesora: M. en C. María del Rocío Gutiérrez Ortiz

Puerto Ángel, Oaxaca, Marzo de 2006

A la Universidad del Mar por abrirme las puertas al conocimiento y la oportunidad para conocer nuevos amigos.

A la Dra. Judith Amador Hernández, por ser una persona admirable, por brindarme su tiempo, conocimientos, enseñanzas y su confianza a lo largo de la realización de este trabajo.

A la M. en C. María del Rocío Gutiérrez Ortiz, por su colaboración brindada en la elaboración de la tesis.

Al Dr. Eustacio Remires Fuentes, por el suministro del suelo de La Ventanilla y apoyo en la caracterización del suelo.

A la Dra. Beatriz Hernández Carlos, por sus recomendaciones en la purificación de DIU.

Al Dr. Aitor Aizpuru, por sus sugerencias y el tiempo para la revisión de esta tesis.

Al Dr. Miguel Velásquez, por las facilidades otorgadas en la realización de este trabajo.

Al Dr. Julián Gamboa Delgado, por las facilidades brindadas en la obtención de bibliografía.

Al M. en C. Héctor López Arjona, por su apoyo a lo largo de mi estancia en la UMAR, pero sobre todo por su amistad y confianza.

A la Dra. Ma. del Rosario Enríquez Rosado, por su amistad y sus palabras de aliento en todo momento.

ÍNDICE

ÍNDICE

1. RESUMEN	Pag.
2. INTRODUCCION	4
2.1. Herbicidas: Hexazinona	5
2.1.1. Triazinas	6
2.1.2. Hexazinona, la triazina de interés	7
2.2. Comportamiento de HEXA en el ambiente	9
2.3. Métodos de determinación de hexazinona en agua y suelo	11
2.4. Justificación y objetivos	13
2.4.1. Justificación	13
2.4.2. Objetivo General	14
2.4.3. Objetivos Particulares	14
3. MARCO TEÓRICO	15
3.1. Preparación de muestras	16
3.1.1. Extracción en Fase Sólida	16
3.1.2. Extracción por sonicación	20
3.1.3. Inyección en Flujo	21
3.2. Tratamiento de datos: Técnicas Quimiométricas	23
3.2.1. Definición de Quimiometría	23
3.2.2. Regresión por Mínimos Cuadrados Parciales	23
3.2.3. Cálculo de las propiedades analíticas	28
3.3. Diseño de Experimentos	30
3.3.1. Superficie de Respuesta	30
3.3.2. Diseño central compuesto	32
3.4. Estudio de contaminantes en el suelo	33
3.4.1. El suelo	33
3.4.2. Fenómenos de adsorción y difusión de plaguicidas en el suelo	34

3.4.3. Lisímetros	35
3.4.4. Algunas propiedades fisicoquímicas del suelo más importantes en la lixiviación de contaminantes	36
3.4.4.1. El pH	36
3.4.4.2. La densidad aparente y la densidad real	36
3.4.4.3. La textura	37
4. DESARROLLO EXPERIMENTAL	39
4.1. Equipo	40
4.2. Reactivos	41
4.3. Procedimiento	42
4.3.1. Determinación espectrofotométrica en batch de HEXA en agua por SPE y PLS-1	43
4.3.1.1. Calibración univariante y su validación	43
4.3.1.2. Calibración multivariante por PLS-1 y su validación	44
4.3.1.3. Análisis de muestras reales, sin preconcentración	46
4.3.1.4. Optimización de SPE en "batch"	47
4.3.1.5. Preconcentración de HEXA en agua por SPE	49
4.3.2. Determinación en continuo de HEXA en agua, por espectrofotometría UV-Visible y quimiometría	49
4.3.2.1. Sistema FI	49
4.3.2.2. Funcionamiento del sistema en continuo	50
4.3.2.3. Preparación de muestras de calibración y muestras reales	53
4.3.3. Determinación de HEXA en lixiviados y suelo, para evaluar su comportamiento a través de distintos tipos de suelo	55
4.3.3.1. Calibración multivariante y su validación	55
4.3.3.2. Caracterización del suelo	57
Muestreo	57
Determinación de la textura del suelo por el método de Bouyucos	58

Determinación de pH del suelo con una relación suelo/agua de 1/2.5	59
Determinación de materia orgánica por el método de Walkley y Black	59
Determinación de la densidad real, densidad aparente y espacio poroso	59
4.3.3.4. Lisímetros	60
Construcción y llenado de lisímetros	60
Determinación del volumen de poro	61
Acondicionamiento de lisímetros y aplicación del herbicida	61
Irrigación del suelo y tratamiento de lixiviados	61
5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	62
5.1. Determinación espectrofotométrica de HEXA en agua por SPE y PLS-1	63
5.1.1 Influencia del pH y determinación del pK_a	63
5.1.2. Interferencias: materia orgánica	68
5.1.3. Calibración univariante: curva convencional	69
5.1.4. Calibración multivariante por PLS-1	72
5.1.4.1. Matriz y modelos de calibración: validación interna	72
5.1.4.2. Validación externa de los modelos de calibración	75
5.1.5. Determinación de HEXA en agua y lixiviados	78
5.1.6. Preconcentración de HEXA en agua por SPE	80
5.1.6.1. Calculo del volumen de infiltración en C18	80
5.1.6.2. Optimización de SPE en batch	81
5.1.6.3. Preconcentración de HEXA en agua de distinta naturales por SPE	91
5.2 Optimización de variables que afectan el sistema FI	92
5.2.1. Calibración univariante vs multivariante	100
5.2.2. Muestras reales: Agua de pozo y mar	107

5.3 Determinación de HEXA en lixiviados y suelo, por espectrofotometría UV-Visible, SPE y PLS-1	110
5.3.1. Calibración multivariante por PLS-1	111
5.3.1. Matriz y modelos de calibración: validación interna	111
5.3.1.2. Validación externa de los modelo	114
5.3.2. Algunas propiedades fisicoquímicas del suelo	117
Granulometría	117
Determinación de pH	118
Determinación de materia orgánica	118
Determinación de densidad real, densidad aparente y porosidad	119
Determinación de volumen de poro	120
5.3.3. Lisímetros	122
5.3.3.1 Diseño y acondicionamiento	122
5.3.4. Análisis de lixiviados	123
5.3.5. Determinación de HEXA remanente en los lisímetros	128
6. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	133
6.1 Conclusiones	134
6.2 Recomendaciones	136
7. GLOSARIO Y ACRÓNIMOS	137
7.1 Glosario	138
7.2 Acrónimos	140
8. BIBLIOGRAFÍA	142