



TÍTULO: **GRASAS Y ACEITES EN AGUA EXTRACCIÓN LIQUIDO-LIQUIDO Y GRAVIMETRÍA**

CÓDIGO: **TP 0322**

VERSIÓN: **02**

COPIA N°:

ELABORADO POR:

ROCIO DEL PILAR BOJACA BARRERO
Química

REVISADO POR:

ANA MARIA HERNANDEZ
Ingeniera Química

APROBADO POR:

MARTA ELENA DUQUE SOLANO,
Coordinadora Grupo Laboratorio de
Calidad Ambiental

* Este documento debe ser revisado por lo menos cada **dos** años.

Elaborado por:
Fecha:

Revisado por:
Fecha:

Autorizado por:
Fecha:



1. INTRODUCCIÓN

En este método la grasa y el aceite son extraídos del agua por intimo contacto con el solvente (n-hexano) y su determinación se realiza gravimétricamente mediante recuperación del solvente en un equipo de destilación.

Se aplica para aguas residuales superficiales, domésticas e industriales. Algunas grasas y ácidos grasos especialmente no saturados extraíbles se oxidan con rapidez; en consecuencia, se incluyen precauciones especiales con respecto a la temperatura y desplazamiento de vapor del disolvente para reducir este efecto.

En la determinación de grasas y aceites no se mide una cantidad absoluta de una sustancia específica; se determinan grupos de sustancias con características físicas similares con base en su solubilidad en el solvente (n-hexano). Así, el término "grasas y aceites" comprende cualquier material recuperado como una sustancia soluble en el solvente. Esto incluye otros materiales extraídos por el solvente de la muestra acidificada, tales como compuestos azufrados, algunos colorantes orgánicos y clorofila, no volatilizados durante el ensayo.

2. DEFINICIONES

mg AYG/L = miligramos de grasas y aceites por litro.
LDM = Límite de Detección del Método
s = Desviación estándar

3. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

Revise antes de iniciar la práctica el Manual de Higiene Seguridad y las Hojas de Seguridad números: 23, 44, 160 que reposan en los AZ, en el mueble de la entrada en el Área de recepción de muestras. Estas hojas de seguridad también puede encontrarlas, en el PSO en el puesto de trabajo

Además se debe trabajar con todos los implementos de seguridad adecuados, guantes de nitrilo, gafas, bata y careta con cartuchos para vapores orgánicos.

Se debe tener precaución en la manipulación del solvente (n-hexano) debido a la alta presión de vapor generada por la agitación de la mezcla de solvente y muestra dentro del embudo de separación.

4. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

- Los solventes orgánicos tienen la habilidad de disolver no solo las grasas y los aceites sino también otras sustancias orgánicas. Cualquier material soluble en

Elaborado por:
Fecha:

Revisado por:
Fecha:

Autorizado por:
Fecha:



el solvente se reporta como grasa y aceite, por ejemplo el azufre elemental, compuestos aromáticos complejos, hidrocarburos derivados de cloro, nitrógeno y azufre, ciertos tintes orgánicos y la clorofila.

- Utilizar la extracción líquido - líquido para aguas superficiales no contaminadas o con bajo contenido de sólidos suspendidos, factores que aumentan la formación de emulsiones y pérdida del analito.
- Algunas matrices de las muestras pueden formar emulsiones, incrementando la cantidad de agua a separar dentro del extracto. Cuando el extracto del solvente es tratado con sulfato de sodio, este se disuelve en el agua y pasa al frasco tarado. Esto se manifiesta cuando después de secado el solvente se hace visible sal dentro del vaso de extracción. Si se observan cristales en el frasco tarado después del secado, redissolver la grasa y aceite con 30 mL de solvente de extracción y un poco de agua en un embudo de separación, retirar la capa acuosa y drenar el solvente a través de un embudo con papel filtro empapado con solvente a un vaso de extracción limpio y tarado. Tratar este como un extracto de muestra.
- La eliminación del solvente tiene como resultado la pérdida de los hidrocarburos de cadena corta y aromática sencillos por volatilización.
- En este proceso se pierden cantidades significativas de destilado de petróleo desde la gasolina hasta el aceite combustible.
- El método es completamente empírico y solo se pueden obtener resultados duplicados si se siguen de manera estricta todos los detalles.
- El tiempo requerido para secar y enfriar el material extraído no puede ser alterada.
- Puede que haya un incremento gradual en el peso, debido presumiblemente a la absorción de oxígeno, y/o una pérdida gradual de peso debida a la volatilización.
- Los residuos más pesados del petróleo pueden contener una porción significativa de materiales que no son extraíbles con el solvente

5. RESULTADO DE LA VALIDACIÓN DEL MÉTODO

- Validación en proceso

6. TOMA Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

- Para aguas de tipo industrial la toma de muestra se debe realizar puntual.
- Tome la muestra de forma directa del vertimiento y evitando llenar totalmente el frasco.

Elaborado por:
Fecha:

Revisado por:
Fecha:

Autorizado por:
Fecha:



- La tapa debe estar provista de una lámina de papel aluminio que impida el contacto de la muestra con el interior de la tapa.
- La muestra se debe tomar en frasco de vidrio claro de boca ancha con capacidad máxima de un litro, previamente calibrado y evitando subdividir la muestra en el laboratorio. Si la botella no está calibrada, demarque el nivel en el frasco para posterior determinación del volumen de muestra.
- El frasco debe estar previamente enjuagado con el solvente para remover cualquier película de detergente.
- Adicione a las muestras HCl o H₂SO₄ concentrado hasta pH < 2, con el fin de romper las emulsiones e hidrolizar los jabones y detergentes, los cuales pierden su componente polar y revierten a una estructura hidrocarbonada que es incluida en la determinación. Verifique el pH con papel indicador y acidifique la muestra en la botella.
- Cuando se requiere información acerca del promedio de concentración de grasas y aceites sobre un periodo de tiempo extenso, analizar porciones individuales tomadas a intervalos de tiempo predeterminados, esta muestra no se puede componer..
- La muestra preservada se puede almacenar durante un periodo máximo de 28 días a una temperatura de 4°C.

7. APARATOS, REACTIVOS Y MATERIALES

7.1 Aparatos

- Extractor Soxhlet BÜCHI B-810 empleado en la posición para recuperación de solventes como indica el manual del equipo.
- Cabina extractora de vapores orgánicos
- Balanza analítica de cuatro cifras decimales
- Desecador Grande

7.2 Reactivos

- Ácido clorhídrico, HCl concentrado.
- Acido sulfúrico, H₂SO₄ concentrado
- Hexano, C₆H₁₂, punto de ebullición 69°C, libre de residuos.
- Aceite de origen vegetal o mineral.
- Sulfato de sodio, Na₂SO₄, cristal anhidro R.A..

7.3 Materiales

- Embudos de separación de (1) o (2) litros con llave de paso de PTEF.
- Embudo de vidrio de vástago largo.
- Papel filtro cuantitativo de 11 cm de diámetro.(Whatman No. 40 o equivalente)

Elaborado por:
Fecha:

Revisado por:
Fecha:

Autorizado por:
Fecha:



- Soporte para embudo
- Frasco lavador.
- Vasos de precipitado de 50 mL
- Varillas de vidrio.

8. PROCEDIMIENTO DE LIMPIEZA DE VIDRIERÍA

El material debe estar libre de grasa. Lavar con detergente y enjuagar con abundante agua caliente. Si el material lo requiere, realizar un enjuague con solvente. Consultar el procedimiento de lavado de material TP0125

9. PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES

9.1 Blanco

Tome 1 litro de agua destilada y acidifíquela con H_2SO_4 o HCl a $pH < 2$ (aproximadamente 2 gotas). Verificar con papel indicador.

9.2 Estándares de control

Pese 5,0 g de aceite mineral en un vaso de precipitados y disuelva con hexano. Transfiera cuantitativamente a un balón de 50 mL y lleve a volumen con hexano, para obtener una concentración de 100.000 mg/L. Almacene inmediatamente en un frasco tapa rosca y refrigere en la nevera de cromatografía ($- 18^{\circ}C$).

Estándar de 50 mg/L: Dispense del stock 500 μL en un frasco de un litro boca ancha utilizado para el muestreo de grasas. Lleve a la campana de orgánicos y permita que se evapore el solvente. Adicione agua destilada hasta el cuello y preserve con H_2SO_4 a $pH < 2$.

Estándar de 500 mg/L: Dispense del stock 5 mL en un frasco de un litro boca ancha utilizado para el muestreo de grasas. Lleve a la campana de orgánicos y permita que se evapore el solvente. Adicione agua destilada hasta el cuello y preserve con H_2SO_4 a $pH < 2$.

10. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

- Consigne los datos de las casillas superiores del formato de captura de datos FT0067.
- Afore la botella demarcando el nivel de la muestra.
- Transfiera cuantitativamente el blanco, los estándares y las muestras a embudos de separación.

Elaborado por:
Fecha:

Revisado por:
Fecha:

Autorizado por:
Fecha:



- Enjuague cuidadosamente las paredes del vaso con aproximadamente 30 mL de solvente y adicione el enjuague al embudo de separación.
- Agite vigorosamente el embudo de separación durante 2 minutos. Durante la agitación libere presión constantemente invirtiendo el embudo y abriendo la llave.
- Si se sospecha que se formará una emulsión estable (si la muestra posee sólidos suspendidos o sólidos sedimentables), agitar con suavidad durante 5 a 10 minutos.
- Si se presenta la formación de emulsiones adicione 10 g de Na_2SO_4 anhidro al filtro y drene el extracto emulsionado. Adicione mayor cantidad de sulfato de sodio anhidro para romper la emulsión.
- Deje separar las fases. Drene el extracto orgánico a través de un embudo de filtración con papel de filtro humedecido en el solvente de análisis y sulfato de sodio anhidro en el fondo del papel (3 - 5 gramos)
- Retorne la capa acuosa nuevamente al recipiente de origen.
- Recoja el filtrado en el vaso de extracción limpio y seco, desecado una hora y pesado previamente.
- Retorne la muestra al embudo de separación inicial y repita el proceso de extracción 2 veces más.
- Drene el extracto final a través de un embudo de filtración con papel filtro y recoja el filtrado en el vaso de extracción limpio y tarado.
- Si se presenta la formación de emulsiones en el extracto final adicione 10 g de Na_2SO_4 al filtro y drene el extracto y la emulsión. Adicione más Na_2SO_4 si es necesario para romper las emulsiones.
- Lave el papel filtro con 10 a 20 mL de solvente.
- Recupere el solvente destilando el extracto contenido en el vaso con la ayuda del equipo de extracción BÜCHI B-810 abriendo la válvula de drenaje solvente. Destilar hasta secado total. (Consulte el instructivo de manejo del equipo)
- Deje enfriar el vaso en la cabina de extracción para eliminar el solvente residual. Lleve el vaso al desecador durante 30 minutos.
- Pese el vaso con el residuo seco.
- Mida el volumen de muestra marcado en la botella inicialmente y consigne en el formato de captura de datos TF 0067. Los volúmenes para el blanco y estándar son de 1000 mL.

Elaborado por:
Fecha:

Revisado por:
Fecha:

Autorizado por:
Fecha:



11. PROCESAMIENTO DE DATOS Y CÁLCULO DE RESULTADOS

El aumento en peso del vaso de extracción tarado es debido principalmente a la grasa y el aceite, siendo el contenido de estos:

$$GYA, mg / L = \frac{(P_f - P_i)}{V}$$

Donde;

Pf = peso final del matraz de extracción, mg.

Pi = peso inicial del matraz de extracción, mg.

V = Volumen de muestra, L

$$\%RECUPERACION = \frac{(P_{afin} - P_{vaso}) * 100}{Pesoaini}$$

Pafin = peso vaso con grasa obtenido después de la extracción

Pvaso= Peso del vaso de extracción vacío.

Pesoaini = peso de aceite para la preparación del estándar.

12. SECCIÓN DE CONTROL DE CALIDAD (CC) Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

En forma paralela, con cada grupo o lote de muestras que se procese en un mismo día, extraer un estándar de aceite mineral o vegetal, preparados como está descrito en el numeral 9.2 de éste PSO. Verifique los estándares de control, si el resultado analítico cae fuera de los límites de control normales, deben revisarse el procedimiento de filtración, análisis o el analito de control. Registre los porcentajes de recuperación en la CARTA DE CONTROL del método. Grafique el resultado obtenido para cada estándar contra la fecha en que se corrió.

Lleve los registros de los porcentajes de recuperación de los estándares en la carta de control para la determinación de grasas y aceites. Registre las iniciales del analista y la fecha de análisis en las casillas correspondientes y grafique el valor de cada estándar.

Los blancos se analizan para determinar si la calidad del material y de los reactivos es óptima. Estos deben registrar pesos menores al límite de detección. Si el valor de los blancos supera el límite del método se recomienda lavar el material, el equipo de extracción y verificar el solvente. Si el solvente se ha destilado realizar la nuevamente este procedimiento.

Cuando los resultados se encuentren entre el límite de alarma y control, revise todo el procedimiento para determinar que ocurre. Si cualquier dato cae fuera de

Elaborado por:
Fecha:

Revisado por:
Fecha:

Autorizado por:
Fecha:



los límites de control debe ser reexaminado. No realice más análisis hasta verificar que sucede, comuníquelo la anomalía al líder de análisis y revise, inicie nuevamente la marcha analítica cuando el líder de análisis lo ordene.

13. REFERENCIAS

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 21 ed., New York. 2005
- Instructivo AI0174.
- Carpeta de Validación del Método (Código CV0270),

Elaborado por:
Fecha:

Revisado por:
Fecha:

Autorizado por:
Fecha: