



TÍTULO: **HIDROCARBUROS (HC) EN AGUAS POR EXTRACCION SOXHLET O LÍQUIDO – LÍQUIDO Y GRAVIMETRIA.**

CÓDIGO: **TP0155**

VERSIÓN: **02**

COPIA N°: \_\_\_\_\_

ELABORADO POR: \_\_\_\_\_

ROCIO DEL PILAR BOJACA BARRERO  
Química

REVISADO Y  
ACTUALIZADO 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:
--------------------------	-------------------------	---------------------------



## HIDROCARBUROS (HC) EN AGUAS POR EXTRACCION SOXHLET Ó LIQUIDO-LIQUIDO Y GRAVIMETRIA

### 1. INTRODUCCIÓN

En ausencia de productos industriales especialmente modificados, el aceite y la grasa están compuestos fundamentalmente de materia grasa de origen animal, vegetal y de hidrocarburos de petróleo.

El petróleo y los gases naturales a él asociados constituyen en la actualidad la principal fuente de hidrocarburos, El término hidrocarburo (HC) incluye hidrocarburos alifáticos, formados por cadenas de átomos de carbono en las que no hay estructuras cíclicas, hidrocarburos alicíclicos o simplemente cíclicos, compuestos por átomos de carbono encadenados formando uno o varios anillos e hidrocarburos aromáticos, que constituyen un grupo especial de compuestos cíclicos que contienen en general anillos de seis eslabones en los cuales alternan enlaces sencillos y dobles.

En el ensayo de laboratorio se extraen en conjunto con las grasas y aceites, por lo tanto su análisis implica separación y determinación de la porción correspondiente a los HC. Para determinar los hidrocarburos se emplea el gel de sílice que tiene la capacidad de absorber los materiales polares como los ácidos grasos. Si se mezcla una solución de hidrocarburos y materiales grasos en n-hexano con gel de sílice, los ácidos grasos son extraídos de forma selectiva de la solución. Los materiales no eliminados por absorción al gel de sílice son considerados hidrocarburos en esta prueba

Conocer el porcentaje de cada uno de estos constituyentes en el aceite y la grasa total reduce la dificultad de determinar el origen principal del material, y simplifica la corrección de los problemas causados por el aceite y la grasa en el funcionamiento de las centrales de tratamiento de las aguas residuales, y la disminución de los recursos de agua.

Para el análisis de HC es necesario inicialmente llevar acabo la extracción de la grasa y aceite total (AYG). El tratamiento consiste en la disolución del extracto de GYA en solvente (n-hexano) y la adsorción de los ácidos grasos en la silica gel mediante agitación. Los HC son separados por filtración y/o extracción líquido – líquido y concentrados mediante extracción Soxhlet o destilación del solvente de análisis.

### 2. DEFINICIONES

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

Elaborado por:	Revisado por:	Autorizado por:
Fecha:	Fecha:	Fecha:



### 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.

### 4. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

- Los hidrocarburos más polares, tales como los compuestos aromáticos complejos y los derivados de cloro, azufre y nitrógeno pueden ser adsorbidos por el gel de sílice.
- Cualquier compuesto distinto de los hidrocarburos y la materia grasa recuperada por los procedimientos para determinación de grasas y aceites también interfiere.
- La eliminación del disolvente tiene como resultado la pérdida de los hidrocarburos de cadena corta y aromáticos sencillos por volatilización.
- En el proceso de extracción de la grasa y el aceite se pierden cantidades significativas de destilado de petróleo desde la gasolina hasta el aceite combustible.
- Los residuos más pesados del petróleo pueden contener una porción significativa de materiales que no son extraíbles con el solvente.

Las sustancias que interfieren en la determinación de HC, hacen parte en la cuantificación ya que no pueden remover de la muestra.

### 5. RESULTADOS DE LA ESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO

Para la validación de los HC se tuvo en cuenta los resultados obtenidos en la validación del parámetro de grasas y aceites, ya que este es el paso inicial en la determinación de los HC. La validación indicó que el método es exacto y preciso bajo los lineamientos de calidad del laboratorio, con un límite de detección del método en 3,0 mg/L (cuando se determina grasas y aceites por extracción soxhlet) y de 2,0 mg/L (cuando se determina grasas y aceites por extracción líquido - líquido) y un rango de trabajo hasta 2.500 mg/L.

Elaborado por:	Revisado por:	Autorizado por:
Fecha:	Fecha:	Fecha:



La manipulación inexacta del analito no permite emplear un estándar de control de concentración constante. Para el control del método se debe realizar el tratamiento de dos (2) estándares (preparados como indica en el numeral 9.2 de este procedimiento), uno de aceite mineral que permita determinar la recuperación del método y otro de aceite vegetal para determinar la eficiencia de remoción de la sílica gel. El porcentaje de recuperación debe oscilar entre 74 y 126% y el de remoción entre 96.4 y 103.6%.

Los ensayos realizados durante la estandarización se encuentran consignados en las carpetas CV0272 y CV0309.

## 6. TOMA Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

La muestra de hidrocarburos es la misma para grasas y aceites, realizar la toma de muestra según se indica a continuación:

- La toma de muestra se debe ser de tipo puntual, directamente del vertimiento y evitando llenar totalmente el frasco.
- Tome una muestra representativa directamente en una botella de vidrio de boca ancha de un litro previamente enjuagada con el solvente para remover cualquier película de detergente.
- La tapa debe estar provista de una lámina de papel aluminio que impida el contacto de la muestra con la parte interna de la tapa.
- La muestra se debe tomar en frasco de vidrio de boca ancha con capacidad máxima de un litro y evitando subdividir la muestra en el laboratorio, marque el nivel en el frasco para posterior determinación del volumen de muestra.
- Preserve las muestras con HCl o H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado a pH < 2, con el fin de romper las emulsiones e hidrolizar los jabones y detergentes, los cuales pierden su componente polar y revirtiéndose a una estructura hidrocarbonada que es incluida en la determinación.
- Cuando se requiere información acerca del promedio de concentración de hidrocarburos 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

- Equipo extractor BÜCHI B-810, consultar manual del equipo.
- Desecador grande.
- Agitador magnético

Elaborado por:	Revisado por:	Autorizado por:
Fecha:	Fecha:	Fecha:



- Balanza analítica clase III (cuatro cifras decimales)
- Rotavapor

## 7.2 Reactivos

- n-Hexano,  $C_6H_{12}$ , punto de ebullición  $69^{\circ}C$ , libre de residuos. **(NO EMPLEAR MEZCLA DE SOLVENTES)**
- Acido clorhídrico, HCl ó Acido sulfúrico,  $H_2SO_4$  concentrado.
- Aceite de origen vegetal y/o mineral
- Silica gel 60. Secar a  $110^{\circ}C$  durante 24 horas y guardar en envase sellado herméticamente, en el desecador.

## 7.3 Materiales

- Barra agitadora magnética, recubierta en TFE.
- Embudos de vidrio.
- Papel de filtro, de 11 cm de diámetro cuantitativo (Whatman N° 40 o equivalente)
- Papel aluminio.
- Vaso de precipitado de 50 mL
- Varilla 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 procedimiento de lavado de material TP0125.

## 9. PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES Y BLANCO

### 9.1 Blanco

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

### 9.2 Estándares de control

Pese y tare un vaso de precipitado de 50 mL, adicione dos (2) gotas de aceite mineral medido con pipeta Pasteur, registre el peso en el formato TF 0067 de captura de datos. Adicione aproximadamente 20 mL de agua y 2 gotas de ácido  $H_2SO_4$  o HCl a  $pH < 2$ .

Elaborado por:  
Fecha:

Revisado por:  
Fecha:

Autorizado por:  
Fecha:



## 10. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Solicite las muestras a analizar diligenciando el formato FT0061 y realice la extracción de Grasas y Aceites por algunos de los métodos estandarizados del laboratorio (TP0150 o TP0322).

Si solo se requiere el análisis de hidrocarburos, extraer la grasa y el aceite sin cuantificar.

## 11. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

### 11.1 Procesamiento de la muestra

Si en la determinación de grasas y aceites se determina que el resultado es inferior al límite de cuantificación del método, no continuar con la determinación de hidrocarburos y reportar como “menor de”

- Redissolver el extracto obtenido en GYA en 100 mL de n-hexano
- Adicione 3,0 g de silica gel por cada 100 mg de material graso.
- Tape el recipiente con papel aluminio.
- Agite con barra magnética durante 5 minutos.
- Filtre la solución a través de un papel filtro pre-humedecido con solvente, el filtrado se recolecta en los vasos extractores de grasas y aceites previamente desecados por 30 minutos y pesados. Anote este valor en el formato de captura de datos FT0067, en la casilla correspondiente al PESO 1ª TARA.
- Lave la silica gel y el papel con 10 mL de solvente, y combine con el filtrado.
- Destile el solvente hasta sequedad total del vaso.
- Deje enfriar el vaso de extracción.
- Lleve al desecador durante una y pese.
- Registre el peso final del analito en el formato de captura de datos en la casilla PESO FINAL 1.

## 12. PROCESAMIENTO DE DATOS Y CÁLCULO DE RESULTADOS

Si el solvente orgánico está libre de residuos, el aumento en peso del vaso de extracción tarado es debido principalmente a los hidrocarburos (HC), siendo el contenido de estos:

$$HC, mg / L = \frac{(Pf - Pi)}{V}$$

Elaborado por:	Revisado por:	Autorizado por:
Fecha:	Fecha:	Fecha:



Donde;

Pf = peso final del matraz de extracción, mg.

Pi = peso inicial del matraz de extracción, mg.

V = Volumen de muestra, L

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

Donde:

PTotal = peso vaso con grasa obtenido después de la extracción

Pvaso= Peso del vaso de extracción vacío.

Paini = peso de aceite para la preparación del estándar.

### 13. 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 y vegetal, preparados como está descrito en el numeral 9.2 de éste PSO. Si los resultados de estos controles están dentro del NIVEL DE CONTROL, Registre los porcentajes de recuperación y remoción en la CARTA DE CONTROL del método. Grafique el resultado obtenido para cada estándar contra la fecha en que se corrió.

Los porcentajes de remoción de los estándares de aceite vegetal deben ser bajos ya que son absorbidos por la silica gel.

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

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.

Dos veces al año se analizan muestras ciegas, de muestras certificadas internacionalmente que permiten evaluar la reproducibilidad, precisión y exactitud interlaboratorios.

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

Elaborado por:	Revisado por:	Autorizado por:
Fecha:	Fecha:	Fecha:



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 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.

#### 14. 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 CV0272), Hidrocarburos (HC) totales, método soxhlet / gravimétrico.
- Carpeta de Validación del Método (Código CV0309), Hidrocarburos (HC) totales, método liquido-liquido / gravimétrico.
- Carpeta de Validación del Método (Código CV0270), Grasas y aceites método soxhlet gravimétrico.
- Carpeta de Validación del Método (Código CV0271), Grasas y aceites por extracción liquido-liquido.

Elaborado por: Fecha:	Revisado por: Fecha:	Autorizado por: Fecha:
--------------------------	-------------------------	---------------------------