

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ACEITES Y GRASAS EN EL LABOTARIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

Contenido

1.	OBJETIVO	2
2.	ALCANCE	2
3.	RESPONSABLES	2
4.	TÉRMINOS Y DEFINICIONES	2
5.	REFERENCIA NORMATIVA	2
6.	CONDICIONES GENERALES/ POLITICAS DE OPERACIÓN	2
6.1	ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL.....	2
6.2	MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS	3
6.2.1	MATERIALES	3
6.2.2	EQUIPOS	3
6.2.3	REACTIVOS.....	3
6.2.4	PREPARACIÓN DE REACTIVOS.....	3
6.3	PATRON DE REFERENCIA	3
6.5	LIMITACIONES E INTERFERENCIAS	4
6.6	CONTROLES Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD	4
7	DESARROLLO	5
7.1	FUNDAMENTO TECNICO	5
7.2	DESCRIPCION DE LA METODOLOGIA ANALITICA	5
7.2.1	TOMA, PRESERVACIÓN, TRANSPORTE Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRA	5
7.2.2	PROCEDIMIENTO DE ANALISIS	5
7.3	CALCULOS	7
8	CRITERIOS DE ACEPTACION Y RECHAZO	7
9	FORMATOS PARA REGISTRO DEL PROCESO ANALITICO Y DE LOS RESULTADOS.....	7

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ACEITES Y GRASAS EN EL LABOTARIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDIO

1. OBJETIVO

Determinar la cantidad de grasas y aceites por el método gravimétrico SM 5520D, presente en una muestra de agua.

2. ALCANCE

Este método de análisis aplica a muestras de aguas superficiales, residuales e industriales, lluvias y subterráneas.

3. RESPONSABLES

La ejecución del presente procedimiento es responsabilidad en orden decreciente de la dirección técnica, los analistas de laboratorio y los auxiliares técnicos.

4. TÉRMINOS Y DEFINICIONES

Grasas y aceites: Son de origen vegetal o animal, son triglicéridos o también llamados ésteres de la glicerina, con ácidos grasos de larga cadena de hidrocarburos que generalmente varían en longitud. De forma general, cuando un triglicérido es sólido a temperatura ambiente se le conoce como grasa, y si se presenta como líquido se dice que es un aceite

Solvente: Nombre genérico de un líquido capaz de disolver o dispersar otras sustancias. Sustancias orgánicas en estado líquido, utilizadas para disolver sólidos, gases u otros líquidos. La mayoría de ellos son derivados del petróleo o sintéticos.

Extracción soxhet: La extracción Soxhlet es la técnica de separación sólido-líquido comúnmente usada para la determinación del contenido graso en muestras de diferente naturaleza. De igual modo, puede ser usada como técnica preparativa de muestra como paso previo al análisis mediante otra técnica instrumental.

5. REFERENCIA NORMATIVA

Determinación de Grasas y Aceites por el método extracción Soxhlet SM 5520 D. Métodos estándar para el análisis de agua y aguas residuales. - APHA-AWWA-WEF. Edición 23 (2017). p 5-41 a p 5-46.

NTC-ISO/IEC 17025:2005, Requisitos Generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración

6. CONDICIONES GENERALES/ POLITICAS DE OPERACIÓN

6.1 ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

Antes de iniciar el análisis revisar instructivo para el aseguramiento de la calidad de los ensayos en el laboratorio de aguas de la Universidad del Quindío M.EDS-04.LA.INT.14. Utilizar como protección personal

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ACEITES Y GRASAS EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

delantal de laboratorio, guantes de nitrilo, monogafas, pinzas. Adicionalmente conocer las Hojas de seguridad de los productos Químicos manejados, y mantenerlas al alcance de todo el personal del Laboratorio de Aguas.

6.2 MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

6.2.1 Materiales

- Papel Filtro Cualitativo de 11cm de diámetro
- Transferpipetas (Vol. 100-1000 μ L)
- Probeta de vidrio 100 y 1000 mL
- Balones aforados (Vol. 50 y 1000 mL)
- Embudo Buchner 12cm
- Muselina mayor a 11cm de diámetro
- Desecador
- Erlenmeyer con desprendimiento lateral
- Pinza metálica para manipular filtro
- Dedales
- Soporte para dedales
- Pinza para extracción de vasos
- Vasos de Aluminio
- Gradilla de portavasos
- Varilla de agitación de vidrio
- Sistema de filtración al vacío

6.2.2 Equipos

- Balanza Analítica
- Horno
- Refrigerador
- Bomba de vacío
- Extractor –Recuperador (Aparato soxhlet)

6.2.3 Reactivos

- Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) concentrado (95-98%)
- Tierras diatomáceas
- Hexano, C_6H_{12} , punto de ebullición 69°C, libre de residuos
- Agua desionizada
- Aceite Mineral

6.2.4 Preparación de Reactivos

Tierra de diatomáceas 10g/L: Suspensión para ayuda de filtración, pesar 10 g de la tierra de diatomácea y aforar en un balón de 1000 mL con agua desionizada. Registrar en el formato M.EDS-04. LA.F.03 Preparación de reactivos.

6.3 PATRON DE REFERENCIA

- **Solución estándar de Aceite mineral 100.000 mg/L:**

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ACEITES Y GRASAS EN EL LABOTARIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDIO

Pesar 5,0 g de aceite mineral en un balón aforado de 50 mL y aforar con hexano para obtener una concentración de 100.000 mg/L. Almacenar inmediatamente en un frasco tapa rosca y refrigerar.

- **Estándar de 50 mg/L:**

Tomar una alícuota de 500 µL de la solución estándar en un frasco de un litro boca ancha. Llevar a la cabina de extracción y dejar evaporar el solvente. Adicionar 1000 mL agua desionizada y preservar con H₂SO₄ a pH < 2.

6.4 CONDICIONES AMBIENTALES REQUERIDAS

Las condiciones ambientales no son críticas para la ejecución de este ensayo, ni tienen influencia sobre el resultado obtenido.

6.5 LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

a) Los solventes orgánicos pueden disolver no solo el aceite y la grasa sino también otras sustancias orgánicas. Cualquier sustancia filtrable soluble en el solvente (azufre elemental, aromáticos complejos, derivados de hidrocarburos con cloro, azufre y nitrógeno, y ciertos pigmentos orgánicos) son extraídos y recuperados como aceite y grasa. No existe un solvente que disuelva selectivamente solo aceites y grasas.

b) Para el método Soxhlet respetar los tiempos de extracción por la solubilidad variable de las grasas.

c) Se debe garantizar la acidificación de la muestra ya que si no se realiza este paso no se obtienen buenos porcentajes de recuperación.

6.6 CONTROLES Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Las prácticas de control de calidad se consideran parte integrante de cada método, para este método se incluye la siguiente tabla.

Calibración o Estandarización	Muestra Control (QCS)	Blanco del Método (MB)	Blanco Fortificado (LFB)	Duplicado
-	X	X	X	X

Tomados del SM Tabla 2020: II

Para aquellos valores que sean inferiores al Límite de cuantificación de método se informara “<LCM mg/L” (valor a definir después de haber realizado análisis estadístico). La dirección técnica del laboratorio revisa la información consignada en los registros y autoriza para el procesamiento de informes.

- Agua desionizada para preparación de estándar y soluciones de trabajo con una conductividad eléctrica menor a 1 µS/cm a 25°C.
- Refrigerar la muestra a 6°C hasta el momento del análisis

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ACEITES Y GRASAS EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

7 DESARROLLO

7.1 FUNDAMENTO TECNICO

En la determinación de aceite y grasa no se mide una cantidad absoluta de una sustancia específica, se determinan cuantitativamente grupos de sustancias con características físicas similares sobre la base de su solubilidad común en extracción con solventes orgánicos (Hexano). Incluye otros materiales extraídos por el disolvente de una muestra acidificada y no volatilizados durante la prueba. Los aceites y las grasas se definen por el método utilizado para su determinación. El método no es aplicable para medir fracciones de bajo punto de ebullición que volatilizan a temperaturas por debajo de 85°C.

Ciertos componentes medidos por análisis de aceite y grasa pueden influir en los sistemas de tratamiento de aguas residuales. Si se presentan en cantidades excesivas, pueden interferir con los procesos biológicos aerobios y anaerobios y llevan a reducir la eficiencia del tratamiento de las aguas residuales.

Los jabones metálicos solubles son hidrolizados por acidificación. Sólo los aceites y las grasas sólidas o viscosas presentes son separadas de la muestra líquida por filtración. Después de la extracción en un equipo Soxhlet con Solvente en este caso (Hexano), el residuo que queda después de la evaporación del disolvente se pesa para determinar el contenido en aceite y grasa. Los compuestos que volatilizan en o por debajo de 103°C se perderán cuando se seque el filtro.

7.2 DESCRIPCION DE LA METODOLOGIA ANALITICA

7.2.1 TOMA, PRESERVACIÓN, TRANSPORTE Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRA

Tomar una muestra representativa (aproximadamente 1000mL) en un frasco de vidrio de boca ancha (con tapa de PTFE), lavada previamente con jabón neutro, enjuagado con agua, y con acetona u otro solvente para remover cualquier residuo que pueda interferir con el análisis. No rebosar el frasco, y no subdividir la muestra en el laboratorio. Recoger además dos réplicas de la muestra, estas deben ser colectadas en paralelo. Si el análisis se va a realizar después de pasadas 2 horas, acidificar a pH 2 o menos con) o ácido sulfúrico 1:1 (H₂SO₄) concentrado y refrigerar, para garantizar la preservación de la muestra. Cuando se requiera la concentración en un periodo extendido, examinar porciones individuales recogidas a intervalos prescritos de tiempo para eliminar las pérdidas de grasa en el equipo de muestreo durante la recolección de una muestra compuesta.

Las muestras se rotulan en el M.EDS-04. LA.F.05 Rótulo de Muestras, mediante un código único el cual será su identificación durante su permanencia en el laboratorio, de acuerdo a la información registrada en el M.EDS-04. LA.F.06 Registro de Ingreso de muestras

7.2.2 PROCEDIMIENTO DE ANALISIS

Si previamente la muestra no ha sido acidificada disminuir el pH < 2 con ácido sulfúrico 1:1 H₂SO₄ o ácido clorhídrico HCl (1:1), generalmente 5 mL son suficientes.

Macar el nivel de la botella hasta donde se encuentra el menisco de agua (si no se encuentra llena), para medir posteriormente el volumen.

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ACEITES Y GRASAS EN EL LABOTARIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDIO

Preparación del lecho filtrante (Tierra Silíceas)

- Cortar la muselina en círculos de diámetro mayor en un centímetro al del embudo buchner a utilizar.
- Poner en el fondo del embudo buchner el disco de muselina y sobre esta un papel de filtro.
- Adherir el papel filtro y la muselina al fondo del embudo humedeciéndolo con agua desionizada y presionando las orillas del papel con un agitador de vidrio limpio.
- Aplicar vacío y filtrar 100 mL del lecho filtrante (tierra silíceas) y lavar con abundante agua destilada (1000 mL)
- Aplicar vacío hasta sequedad.

Filtración y Extracción

- Con la ayuda de la varilla de vidrio adicionar poco a poco y cuantitativamente la muestra a través del lecho filtrante evitando pérdidas por el borde del papel.
- Filtrar el blanco, estándar o muestra, utilizando varilla de vidrio. Aplicar vacío hasta sequedad.
- No permitir que el nivel de la muestra supere el borde del medio filtrante.
- Usando pinzas transferir el filtro al dedal
- Empleando trozos de papel filtro impregnados del solvente de extracción limpiar el residuo del sistema de filtración y colocarlos en el dedal
- Secar los dedales con las muestras empleando la gradilla (soporte dedales) en un horno a 103°C durante 30 minutos.
- Llevar los dedales al extractor Soxhlet.
- Pesar los vasos de extracción vacíos
- Enjuagar con solvente el recipiente que contenía la muestra y la varilla de filtración, transferir el enjuague al vaso de extracción para recuperar el material graso adherido a las paredes del recipiente y completar aproximadamente 50 mL (90% del volumen total de extracción).
- Cerrar el equipo verificando que haya sellado correctamente (ajustar el vaso al sello del Soxhlet).
- Conectar el baño de aceite, verificar que la temperatura de calentamiento es de 132 °C y abrir inmediatamente el suministro de agua de refrigeración.
- Realizar la extracción durante 4 horas a partir del primer sifón que realice el equipo.
- Acabada la etapa de extracción abrir la válvula de drenaje (posiciones open) para la recuperación del solvente y dejar secar los vasos de extracción.
- Apagar y desconectar el baño de aceite, dejar el flujo de agua hasta que el equipo se enfríe (aprox. media hora).
- Retirar los vasos con la grasa obtenida en la extracción, no tocar el vaso con los guantes, emplear pinzas.
- Llevar los vasos a la cabina extractora para eliminar el solvente residual.
- Llevar al desecador los vasos fríos durante 30 minutos.
- Determinar el peso final.
- Consignar los datos de peso inicial y final por duplicado en las casillas del M.EDS-04.LA.F.01 Registro datos primarios ensayos fisicoquímicos.

NOTA: Según el uso del equipo se recomienda limpiarlo periódicamente realizando media hora de reflujo con solvente y lavando los sellos inferiores de cada uno de los extractores Soxhlet, limpiándolos con papel absorbente impregnado de solvente.

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ACEITES Y GRASAS EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

7.3 CALCULOS GRASAS Y ACEITES (G y A)

$$G Y A \frac{mg}{L} = \frac{(Pf2 - Pi2) \times 10^6}{V(mL)}$$

Donde:

- P_f** : peso final 2 del vaso de Aluminio,
P_i : peso inicial 2 del vaso de Aluminio g.
V : volumen de muestra en mL
10⁶ : factor de conversión de gramo a miligramo y de mililitro a litro

Toda la información referente a la prueba se registra en el M.EDS-04.LA.F.01 Registro datos primarios ensayos fisicoquímicos

8 CRITERIOS DE ACEPTACION Y RECHAZO

Para aquellos valores que sean inferiores al Límite de cuantificación de método se informará “<LCM mg/L” (valor a definir después de haber realizado análisis estadístico). La dirección técnica del laboratorio revisa la información consignada en los registros y autoriza para el procesamiento de informes.

Por cada lote de 8 muestras o menos se deben realizar los siguientes controles:

- Blanco con agua desionizada
- Cartas de control, Estándar de 50 mg/L (Estos estándares se grafican en las cartas de control del método (M.EDS-04.LA.F.02)
- Muestra escogida aleatoriamente adicionada con estándar de 40 mg/L
- Analizar un duplicado de la muestra adicionada para evaluar la diferencia porcentual relativa (RPD).

El analista encargado del ensayo evaluará los resultados y tendencias de las cartas de control, patrones, duplicados y blancos. Cuando se encuentre alguna situación que lo amerite el analista comunicará a la dirección técnica quien documentará y tomará las medidas que sean necesarias tal como se establece en el instructivo de Aseguramiento de la calidad (M.EDS-04.LA.INT.14)

9 FORMATOS PARA REGISTRO DEL PROCESO ANALITICO Y DE LOS RESULTADOS

M.EDS-04.LA.F.01 Registro datos primarios ensayos fisicoquímicos

M.EDS-04.LA.F.02 Carta de control del método

M.EDS-04.LA.F.03 Preparación de reactivos

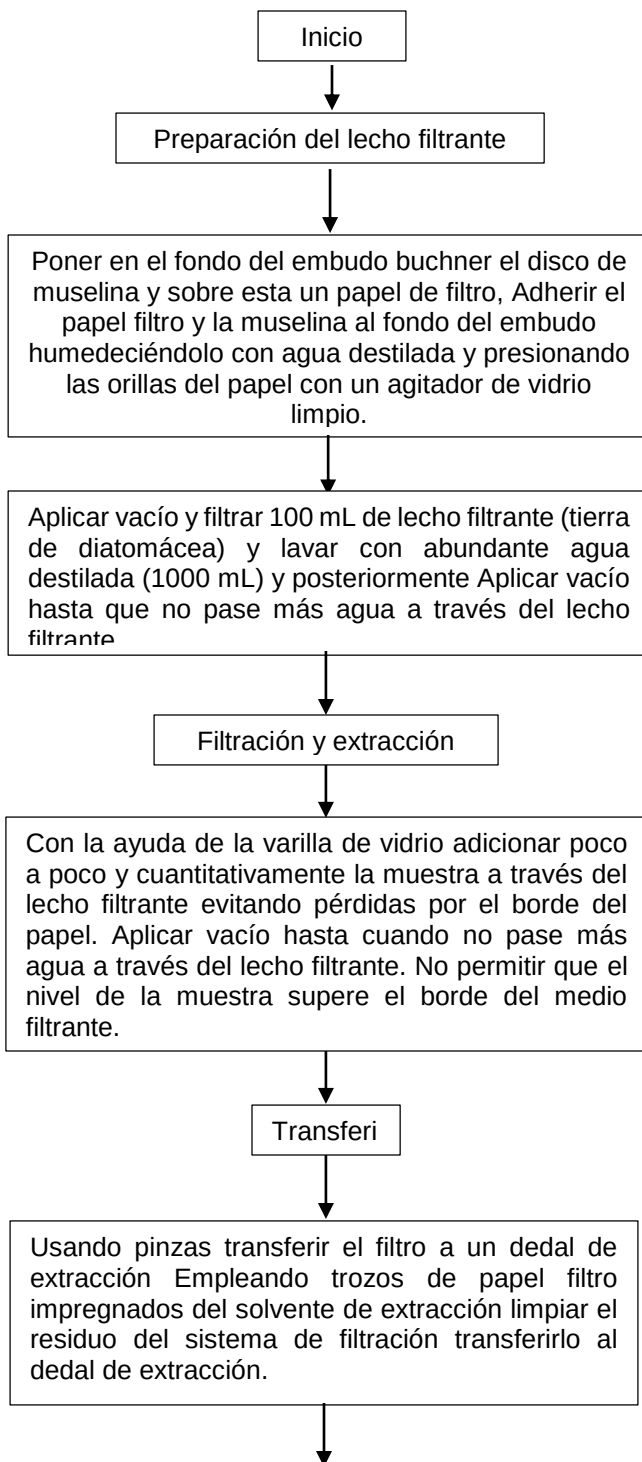
M.EDS-04.LA.F.05 Rótulo de Muestras

M.EDS-04.LA.F.06 Registro de Ingreso de muestras

Elaboró: Luis Alfonso Salazar Guerrero - Analista	Revisó: Lina Marcela León Gallón Dirección técnica laboratorio aguas. Diana Milena Cardona L Profesional Apoyo Acreditación laboratorios	Aprobó: Luis Fernando Polanía Obando – Vicerrector de Extensión y desarrollo Social
Fecha: 2019/10/24	Fecha: 2020/02/14	Fecha: 2020/02/20

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ACEITES Y GRASAS EN EL LABOTARIO DE AGUAS DE
LA UNIVERSIDAD DEL QUINDIO

10 FLUJOGRAMA



INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ACEITES Y GRASAS EN EL LABOTARIO DE AGUAS DE
LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

