



TÍTULO: DETERMINACIÓN DE GRASAS Y ACEITES EN AGUAS POR
EL METODO SOXHLET

CÓDIGO: TP0150

VERSIÓN: 02

COPIA N°: _____

ELABORADO POR:

ROCIO DEL PILAR BOJACA B.
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.



1. INTRODUCCIÓN

El método de extracción Soxhlet para la determinación de grasas y aceites es aplicable para determinar lípidos biológicos, hidrocarburos ya sea fracciones pesadas o relativamente polares del petróleo y cuando los niveles de grasas no volátiles pueden alterar el límite de solubilidad del solvente. El método es aplicable en aguas residuales o afluentes tratados que contengan estos materiales, aunque la complejidad de la muestra puede producir resultados desviados a causa de la falta de especificidad

Los jabones metálicos solubles son hidrolizados por acidificación. Sólo los aceites y las grasas sólidas o viscosas presentes se separan de la muestra líquida por filtración sobre una matriz sólida absorbente. Después de la extracción en un aparato soxhlet con solvente orgánico, se pesa el residuo que queda de la evaporación del solvente para determinar el contenido en grasa y aceite.

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. Así, el término "grasas y aceites" comprende cualquier material recuperado como una sustancia soluble en el solvente (n-hexano). 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.



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 filtrable soluble en 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.
- El método es completamente empírico y solo se pueden obtener resultados duplicados si se siguen de manera estricta todos los detalles.
- La velocidad y el tiempo de extracción en el aparato Soxhlet deben ser exactamente los especificados debido a la solubilidad variable de las diferentes grasas.
- 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.
- El método no es aplicable para la determinación de fracciones de bajo punto de ebullición que se volatilicen a menos de 85°C. Los compuestos que se volatilizan a/ o por debajo de 103°C se pierden cuando se seca el filtro.
- 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.
- 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.



DETERMINACIÓN DE GRASAS Y ACEITES EN AGUAS POR EL METODO SOXHLET

- 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.
- Bomba de vacío.
- Cabina extractora de vapores orgánicos
- Balanza analítica de cuatro cifras decimales
- Horno de secado
- Rotavapor (para la recuperación del solvente)
- Desecador grande

7.2 Reactivos

- Ácido clorhídrico, HCl concentrado o Acido sulfúrico, H₂SO₄ concentrado
- Hexano, C₆H₁₂, punto de ebullición 69°C, libre de residuos.
- Suspensión para ayuda de filtración, tierra de diatomáceas, 10g/L. Suspender 10 g de la tierra de diatomácea en 1 L de agua destilada.
- Aceite de origen vegetal o mineral.

7.3 Materiales

- Embudo Buchner, de 12 cm de diámetro.
- Dedal de extracción de vidrio.
- Papel de filtro, de 11 cm de diámetro cuantitativo (Whatman N° 40 o equivalente)
- Discos de muselina.



- Pinzas, metálicas.
- Frasco lavador.
- 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. Ver procedimiento 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°C).

Estándar de 50 mg/L: Dispense de este stock 500 μ L 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 de este 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

10.1 Preparación del lecho filtrante

- Corte la muselina en círculos de diámetro mayor en un centímetro al del embudo buchner a utilizar.



DETERMINACIÓN DE GRASAS Y ACEITES EN AGUAS POR EL METODO SOXHLET

- Ponga en el fondo del embudo buchner el disco de muselina y sobre esta un papel de filtro cuantitativo.
- Adhiera el papel filtro y la muselina al fondo del embudo humedeciéndolo y presionando las orillas del papel con un agitador de vidrio limpio.
- Aplique vacío y filtre 100 mL de suspensión de ayuda (tierra de diatomácea) y lave con abundante (100 mL) agua destilada.
- Suspenda la filtración hasta cuando no pase más agua a través del lecho filtrante. Garantizar la simetría del papel y la homogeneidad de la capa de tierra de diatomácea.

10.2 Filtración y Extracción

- Consigne los datos en las casillas superiores del formato de captura de datos TF 0067.
- Afore la botella demarcando el nivel de la muestra.
- Con la ayuda de la varilla de vidrio adicione poco a poco y cuantitativamente la muestra a través del lecho filtrante evitando pérdidas por el borde del papel.
- Filtre el blanco, estándar o muestra cuantitativamente, utilizando varilla de vidrio para cada uno. Aplique vacío hasta cuando no pase más agua a través del lecho filtrante.
- No permita que el nivel de la muestra supere el borde del medio filtrante.
- Doble el filtro y transféralo al dedal de extracción.
- Seque el dedal con las muestras, el recipiente de la muestra y la varilla empleada en la filtración en el horno a 103°C durante 30 minutos.
- Lleve los dedales al extractor Soxhlet.
- Pese los vasos de extracción.
- Enjuague con solvente el recipiente que contenía la muestra y la varilla de filtración, transfiera el enjuague al vaso de extracción para recuperar el material graso adherido a las paredes del recipiente.
- Adicione el solvente al vaso de extracción hasta 180 mL para la extracción (aproximadamente el 90% del volumen total del vaso de extracción) y llévelo a la plancha de calentamiento del equipo extractor.
- Cierre el equipo verificando que haya sellado correctamente (el vaso no gira, ajuste el vaso al sello del soxhlet) Compruebe que la palanca situada en la parte superior derecha del equipo está en la posición “closed”.



DETERMINACIÓN DE GRASAS Y ACEITES EN AGUAS POR EL METODO SOXHLET

- Conecte el baño de aceite, verifique que la temperatura de calentamiento es de 110 °C y abra inmediatamente el suministro de agua de refrigeración
- Realice la extracción durante 4 horas a partir del primer sifón que realice el equipo.
- Acabada la etapa de extracción abra la válvula de drenaje (posición open) para la recuperación del solvente y deje secar los vasos de extracción.
- Apague y desconecte el baño de aceite, deje el flujo de agua hasta que el equipo se enfríe (aprox. una hora).
- Retire los vasos con la grasa obtenida en la extracción, no toque el vaso con los guantes, emplee pinzas.
- Lleve los vasos a la cabina extractora para eliminar el solvente residual.
- Lleve al desecador los vasos fríos durante 30 minutos.
- Determine el peso final.

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.

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:

$$GYA, mg / L = \frac{(Pf - Pi)}{V} * 10^6$$

Donde;

Pf = peso final del matraz de extracción, g.

Pi = peso inicial del matraz de extracción, g.

V = Volumen de muestra, mL

$$\%RECUPERACION = \frac{(Pafin - Pvaso) * 100}{Pesoaini}$$

Donde:

Pafin = peso vaso con grasa obtenido después de la extracción

Pvaso= Peso del vaso de extracción vacío.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código TP0150	Fecha de elaboración: 28/12/2007	Versión: 02
DETERMINACIÓN DE GRASAS Y ACEITES EN AGUAS POR EL METODO SOXHLET			

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 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).