

2001UY

Determinación de aceites y grasas en aguas naturales y en efluentes líquidos industriales.



Método gravimétrico, con extracción por Soxhlet

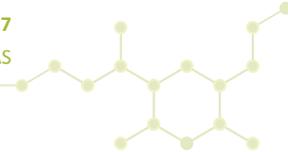
Elaborado - M. Menéndez

Modificado - R. Gálvez

Revisado - S. Azambuya, Jefe Sección Físicoquímico

Aprobado - N. Barboza, Director División Laboratorio Ambiental





1. APLICACIÓN

- 1.1. Esta normativa técnica se utiliza para la determinación de aceites y grasas en efluentes líquidos industriales y domésticos.

Es posible la determinación de aceites y grasas entre 16 mg y 1000 mg de grasas y aceites por litro. El límite de detección es de 5,4 mg/L.

No es aplicable para medir fracciones de baja ebullición, que se volatilizan por debajo de 85 °C.

En la determinación de aceites y grasas no se mide una cantidad absoluta de una sustancia específica. Los aceites y grasas son definidos de acuerdo al método usado para su determinación.

2. REFERENCIAS

- 2.1. Manual de Calidad – Laboratorio Ambiental DINAMA.
- 2.2. Manual de Gestión de Calidad – Laboratorio Ambiental DINAMA.
- 2.3. Manual de Control de Calidad Analítico – Laboratorio Ambiental DINAMA.
- 2.4. Carpeta de mantenimiento y control de equipos – Laboratorio Ambiental DINAMA
- 2.5. Instructivo de uso de la planchas Soxhlet 4 y 6 posiciones (INE 31)
- 2.6. Instructivo de uso de la bomba de vacío (INE 01)
- 2.7. Instructivo de uso del destilador Branstead (INE 36)
- 2.8. Ruta de análisis (RFQ 01)
- 2.9. Instructivos de uso de balanza (INE 94)

3. RESUMEN DEL MÉTODO

- 3.1. Aceites y grasas se considera cualquier material recuperado de la muestra acidificada, como una sustancia soluble en hexano y no volatilizable durante el ensayo. Incluye además de aceites y grasas, otros materiales extraíbles por el solvente.
- 3.2. Los aceites y grasas quedan definidos por el método de análisis utilizado.
- 3.3. Los aceites y las grasas viscosas presentes, así como los sólidos, son separados por filtración de la muestra líquida acidificada, mientras que los jabones metálicos son hidrolizados por la acidificación. Los aceites y grasas que quedan retenidos en el filtro, se extraen con hexano en un equipo Soxhlet, durante 4 horas con una frecuencia de reflujo de 20 ciclos por hora. La ganancia de peso en el frasco de extracción luego de evaporado el solvente corresponde al contenido de aceites y grasas presentes en la muestra.
- 3.4. El tiempo y la velocidad de extracción son puntos críticos en la determinación.

4. PRECAUCIONES DE SEGURIDAD

- 4.1. El hexano es volátil e inflamable por lo que se debe tener especial cuidado en la manipulación, evitar derrames y trabajar dentro de la campana de extracción.
- 4.2. Debido a la toxicidad inherente del hexano, evitar contacto directo e inhalación por parte del operario, utilizar túnica; lentes de seguridad y máscara con filtro para solventes orgánicos (3M 6006 Multi acid gas/ organic vapor cartridge o similar).
- 4.3. Evitar pérdidas en las mangueras de agua del refrigerante del equipo Soxhlet, para no dañar las planchas y evitar entrada de agua en los balones.
- 4.4. Asegurar que el equipo posea el aislamiento adecuado para evitar incendios frente a posibles derrames de solvente o agua sobre las planchas calefactoras.

5. INTERFERENCIAS

- 5.1. Los solventes orgánicos tienen la habilidad de disolver no solamente aceites y grasas sino también toda otra sustancia orgánica. Cualquier sustancia que sea soluble en el solvente y filtrable (ej: sulfuro elemental, compuestos aromáticos, hidrocarburos derivados de cloro, sulfuro y nitrógeno, así como ciertas tintas orgánicas) que son extraídas y recuperadas, son definidas como aceites y grasas. No se conoce un solvente que disuelva selectivamente aceites y grasas.

- 5.2. Todo material de origen orgánico como insectos, hojas puede falsear el resultado. Retirarlos previo a la determinación.
- 5.3. La remoción de solvente resulta en la pérdida de hidrocarburos de cadenas cortas y aromáticos simples por volatilización.
- 5.4. Llevar adelante en forma exacta el tiempo de secado, de lo contrario se corre el riesgo de tener pérdida en el peso debido a volatilización.
- 5.5. Durante la etapa de enfriamiento se debe usar desecador, para evitar incremento en el peso debido a higroscopicidad.

6. MUESTREO Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

- 6.1. La preparación de los materiales a ser empleados se realiza de acuerdo al Manual de Gestión de Calidad; Procedimiento 16 (PR 16) "Limpieza de materiales". Brevemente: lavar el frasco de vidrio de boca ancha con jabón, enjuagar con agua de grifo y finalizar con un último enjuague con hexano.
- 6.2. Recolectar aproximadamente 1000 mL de muestra en un frasco de vidrio de boca ancha. Si se estiman concentraciones altas de grasas, muestrear un volumen menor.
- 6.3. Acidificar a $\text{pH} < 2$ con HCl (1 + 1) o H_2SO_4 (1 + 1) en el mismo recipiente en el cual fue extraída la muestra en el momento del muestreo, para evitar degradación si el análisis no puede ser llevado a cabo dentro de las 2 horas de extracción de la muestra.

Refrigerar a ≤ 6 °C (> 0 °C). Analizar antes de los 28 días.

7. INSTRUMENTAL Y MATERIALES

- 7.1. Equipo de extracción Soxhlet compuesto por balón de extracción de 300 mL de fondo chato, embudo Soxhlet y refrigerante.
- 7.2. Equipo de filtración compuesto por bomba de vacío, embudo Buchner de 11 cm de diámetro, kitasato recolector de filtrado y trampa de agua.
- 7.3. Plancha eléctrica de calentamiento.
- 7.4. Pinza: una de más de 10 cm de largo metálica y otra con punta chata para tomar los cartuchos y el filtro, respectivamente.
- 7.5. Cono de extracción de celulosa tipo Whatman 30 mm x 80 mm (D x h) o similar de acuerdo al tamaño del componente de extracción perteneciente al equipo.
- 7.6. Papel de filtro de 11 cm de diámetro, Whatman Nro. 40 o equivalente.
- 7.7. Piedras porosas, de ebullición y/o cerámicas.
- 7.8. Probeta de 1000 y 500 mL de vidrio o de plástico, vaso de Bohemia de 250 mL de vidrio.
- 7.9. Balanza de resolución 0,0001 g.
- 7.10. Equipo de evaporación de solvente (rotavapor compuesto por baño de agua, ajuste de temperatura variable (entre 60 - 80 °C), condensador, balón recolector de solvente y trampa de agua para vacío y refrigeración del condensador o equipo similar).
- 7.11. Baño de hielo.
- 7.12. Desecador.
- 7.13. Estufa de secado para ser empleada a 103 °C.
- 7.14. Vidrio reloj empleado para sostén de los filtros o similar.
- 7.15. Cápsula de porcelana o material similar donde alojar los cartuchos dentro de la estufa.
- 7.16. Receptáculos para el almacenamiento del hexano ya utilizado.

8. REACTIVOS

- 8.1. n – Hexano, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$ Nro. CAS 110-54-3, 85 % mínima pureza, 99 % mínimo saturado en isómeros C6, residuo menor a 1mg/L; destilar si es necesario.
- 8.2. Ácido clorhídrico (HCl Nro. CAS 7647-01-0) (1+1) o Ácido Sulfúrico (H_2SO_4 Nro. CAS 7664-93-9) (1+1).
- 8.3. Tierra diatomeas (tipo Super-Cel, Manville Corp, o equivalente), en suspensión 1 g/100 mL en agua destilada.
- 8.4. Agua destilada (grado 3, según ISO 3696 en su versión vigente)



Nota 1: Salvo que se especifique, se debe emplear reactivos para análisis (PA), que son aquellos cuyo contenido en impurezas no rebasa el número mínimo de sustancias determinables por el método que se utilice.

9. PRECAUCIONES PARA LA OPERACIÓN

9.1. La muestra debe estar homogeneizada ya a temperatura ambiente para la realización del análisis.

10. CALIBRACIÓN DEL MÉTODO

10.1. No aplica.

11. ANÁLISIS DE LA MUESTRA

11.1. Numerar y colocar los balones limpios con las piedras de ebullición en un desecador, dejar estabilizar hasta obtener peso constante, pesar con balanza de precisión 0,1 mg (p1). Registrar el peso en la ruta de análisis.

11.2. Marcar el nivel de muestra en el frasco de muestreo.

11.3. Colocar un papel de filtro en el embudo Buchner y humedecerlo con agua destilada. Haciendo vacío pasar 100 mL de suspensión de tierra diatomeas de 10 g/L a través del filtro y lavar con 1 L de agua destilada.

11.4. Agitar la muestra previo a la filtración. Filtrar la misma directamente desde el frasco de muestreo. En caso de que no sea posible filtrar la totalidad de la muestra por saturación del filtro, determinar el volumen remanente trasvasando la muestra que quedó a una probeta registrando así el volumen sin filtrar (v2).

11.5. Realizar la medida de volumen total de muestra colocando agua hasta la marca realizada inicialmente en el envase y midiendo este volumen de agua (v1). El volumen de muestra filtrado surge a partir de la diferencia entre v1 y v2.

11.6. Usando pinzas colocar el filtro ubicado en el Büchner sobre otro filtro seco contenido en un vidrio reloj. Pasar un tercer papel de filtro embebido en hexano por el embudo y por el frasco de muestreo, asegurándose de remover las películas de grasas y material sólido presente. Juntar los filtros en el vidrio reloj, envolverlos y colocarlos en el cono de extracción.

11.7. Secar el cono de extracción en estufa a 103 °C por 30 minutos.

11.8. Colocar el cono en el embudo Soxhlet. Agregar la cantidad necesaria de hexano al balón de extracción de forma tal de poder asegurar las condiciones de reflujo (en el caso de destilador con volumen de 100 mL emplear 180 mL de hexano para cada balón).

11.9. Conectar el equipo de extracción y el agua para la refrigeración. Primero abrir la canilla de agua para que circule por el refrigerante, que se encuentra atrás de las planchas, de color rojo. Colocarla en posición intermedia.

11.10. Verificar que los refrigerantes no tengan pérdidas de agua.

11.11. Encender la plancha. Ajustar la potencia para lograr una velocidad de extracción de 20 ciclos de evaporación-condensación por hora, durante 4 horas, tiempo tomado a partir del primer ciclo.

Nota 2: Verificar a partir del RCE 45 de la Carpeta de Mantenimiento y Control de Equipos (FRE 19), donde se encuentra registrado el número de posición donde ubicar cada plancha a los efectos de cumplir con los requerimientos de los ciclos.

11.12. Una vez completados los ciclos, apagar la plancha, dejando circular agua por el refrigerante hasta que la plancha y las muestras lleguen a temperatura ambiente, evitando así las pérdidas de hexano.

11.13. Evaporar el solvente del balón de extracción en el rotavapor con el baño de agua entre 60 - 80 °C. Cuando se observa que la condensación del solvente finaliza y el balón queda totalmente sin solvente, sacar el balón de extracción del rotavapor. Colocar el balón en baño de hielo (shock térmico) para detectar presencia de solvente; si existe condensación del solvente continuar la evaporación.

11.14. Colocar el balón de extracción en un desecador hasta peso constante, pesar con precisión de 0,1 mg. (p2)

12. ANÁLISIS DE DATOS

$$\text{aceites y grasas mg/L} = \frac{(p2 - p1) \times 1000}{V}$$

donde:

p1: peso del balón de extracción con perlas de ebullición y cerámicas previo a la extracción (mg).

p2: peso del balón de extracción con perlas de ebullición y cerámicas luego de la extracción (mg).

V: volumen de muestra filtrado en mL.

13. CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

13.1. **Control de exactitud:** Se controla en cada serie de muestras el porcentaje de recuperación de una solución control, según lo establecido en el Manual de Control de Calidad Analítico; se verifica que el valor obtenido se encuentre dentro de los límites establecidos por el gráfico de control.

13.2. **Control de blancos:** Cada día de análisis se analiza un blanco de muestra; tomando como criterio de aceptación que el valor obtenido sea menor o igual a la mitad del límite de detección de la técnica.

13.3. **Utilización de material de referencia certificado:** Por lo menos una vez al año, en la medida de lo posible, se deberá analizar material de referencia certificado, o la participación en ejercicio interlaboratorio.

14. BIBLIOGRAFÍA

14.1. American Public Health Association (APHA) (2012). Standard Methods for the Examination of Water Wastewater. 22nd. edition. APHA, AWWA, WEF, Washington, DC. Método 5520 A Oil and grease Introduction y 5520 D Soxhlet Extraction Method pp. 5-38 a 5-39 y 5-42 a 5-43.