



**Propuesta de un método alternativo para la determinación de grasas y/o aceites en matriz de agua residual doméstica y no doméstica para la empresa HidroQuímica Laboratorio Ambiental S.A.S.**

Claudia Patricia Toro Henao

Informe de práctica para optar al título de Ingeniera Química

Asesoras

Aída Luz Villa Holguín Doctor (PhD) en Ciencias Biológicas Aplicadas

Nathalia Muñoz Lozano Especialista (Esp) en Química Analítica

Universidad de Antioquia

Facultad de Ingeniería

Ingeniería Química

Medellín, Antioquia, Colombia

2022

Cita	Toro Henao [1]
<b>Referencia</b>	[1] C. P. Toro Henao, "Propuesta de un método alternativo para la determinación de grasas y/o aceites en matriz de agua residual doméstica y no doméstica para la empresa HidroQuímica Laboratorio Ambiental S.A.S.", Trabajo de grado profesional, Ingeniería Química, Universidad de Antioquia, Medellín, Antioquia, Colombia, 2022.
Estilo IEEE (2020)	



Centro de Documentación Ingeniería (CENDOI)

**Repositorio Institucional:** <http://bibliotecadigital.udea.edu.co>

Universidad de Antioquia - [www.udea.edu.co](http://www.udea.edu.co)

**Rector:** John Jairo Arboleda Céspedes.

**Decano/Director:** Jesús Francisco Vargas Bonilla.

**Jefa departamento:** Lina María González Rodríguez.

El contenido de esta obra corresponde al derecho de expresión de los autores y no compromete el pensamiento institucional de la Universidad de Antioquia ni desata su responsabilidad frente a terceros. Los autores asumen la responsabilidad por los derechos de autor y conexos.

## TABLA DE CONTENIDO

RESUMEN.....	7
ABSTRACT.....	8
I. INTRODUCCIÓN.....	9
II. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	11
III. JUSTIFICACIÓN.....	12
IV. OBJETIVOS.....	14
V. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN.....	15
VI. HIPÓTESIS.....	16
VII. MARCO TEÓRICO.....	17
A. Recurso hídrico.....	17
B. Grasas y aceites.....	17
C. Calidad analítica de datos ambientales.....	17
D. Métodos de análisis de grasas y aceites en agua.....	19
VIII. METODOLOGÍA.....	21
A. Revisión documental y definición del método a implementar.....	21
B. Adquisición de insumos.....	22
C. Elaboración de documentación.....	23
D. Preestandarización del método.....	23
E. Estandarización del método.....	28
IX RESULTADOS.....	38
X. DISCUSIÓN.....	47
XI. CONCLUSIONES.....	50
XII. RECOMENDACIONES.....	53
REFERENCIAS.....	55
ANEXOS.....	57

## LISTA DE TABLAS

TABLA I MÉTODOS UTILIZADOS PARA DETERMINAR GRASAS Y ACEITES .....	20
TABLA II RESULTADOS PARAMÉTROS DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO EXPERIMENTO 1 GRASAS Y ACEITES.....	38
TABLA III RESULTADOS PARAMÉTROS DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO EXPERIMENTO 2 GRASAS Y ACEITES.....	38
TABLA IV DETERMINACIÓN DEL LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO .....	39
TABLA V DETERMINACIÓN DEL LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO .....	40
TABLA VI DETERMINACIÓN DE LA PRECISIÓN INTERMEDIA DEL MÉTODO .....	41
TABLA VII DETERMINACIÓN DE LA EXACTITUD DEL MÉTODO .....	42
TABLA VIII ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DE GRASAS Y ACEITES- MÉTODO SM 5520B .....	43
TABLA IX DATOS RECUPERACIÓN GRASAS Y ACEITES- MÉTODO SM 5520B .....	45
TABLA X DATOS OBTENIDOS EXPERIMENTO 1 GRASAS Y ACEITES.....	53
TABLA XI DATOS OBTENIDOS EXPERIMENTO 2 GRASAS Y ACEITES .....	55
TABLA XII DATOS OBTENIDOS PARA LA DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS DE DESEMPEÑO DEL MÉTODO .....	56

## LISTA DE FIGURAS

Fig. 1. Muestras adicionadas con aceite de cocina y preservadas con ácido sulfúrico .....	24
Fig. 2. Muestras patrón con solvente <i>n</i> -hexano.....	24
Fig. 3. Diagrama procedimiento preparación vidriería, reactivos y muestras patrón .....	25
Fig. 4. Muestra en embudo de separación fase orgánica y acuosa.....	26
Fig. 5. Filtro separador con sulfato de sodio (Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ).....	26
Fig. 6. Muestra filtrada en balón de destilación .....	27
Fig. 7. Equipo para recuperación del solvente .....	26
Fig. 8. Muestra de grasas y aceites pesada en balanza analítica .....	27

## SIGLAS, ACRÓNIMOS Y ABREVIATURAS

<b>NTC</b>	Norma Técnica Colombiana
<b>SM</b>	Standard Methods
<b>LDM</b>	Límite de detección del método
<b>LQM</b>	Límite de cuantificación del método
<b>LLE</b>	Extracción líquido – líquido
<b>IDEAM</b>	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales
<b>EPA</b>	Environmental Protection Agency
<b>FDA</b>	Food and Drugs Administration
<b>UdeA</b>	Universidad de Antioquia
<b>APHA</b>	American Public Health Association
<b>AWWA</b>	American Water Works Association
<b>WPCF</b>	Water Pollution Control Federation

## RESUMEN

Este trabajo se desarrolló con el fin de mejorar la capacidad de análisis de la variable grasas y aceites en la empresa HidroQuímica Laboratorio Ambiental S.A.S. En la actualidad el método utilizado es Extracción Soxhlet SM 5520D, el cual es un proceso lento que ocasiona que la capacidad de análisis sea menor a la cantidad de muestras que ingresan al laboratorio. Para ello, se estandarizó un método alternativo para la cuantificación de esta variable en muestras de agua residual doméstica y no doméstica. Inicialmente se realizó la búsqueda de toda la información referente a los métodos usados actualmente en el país y se tuvo en cuenta que estos fueran avalados por el Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales-IDEAM. A partir de la información recolectada y teniendo en cuenta la disponibilidad de insumos, equipos, reactivos y locación dentro del laboratorio se determinó que el método a implementar sería el de Partición Gravimétrica Extracción líquido - líquido SM 5520B. Se desarrolló un método para análisis en el rango de concentración entre 5 mg/L y 500 mg/L de grasas y aceites y se determinaron parámetros de desempeño como: límite de detección (1.7 mg/L), límite de cuantificación (5 mg/L) e incertidumbre (10.8%). El método puede ser implementado para mejorar el proceso actual en la empresa, dado que presenta un menor consumo de reactivos, requiere menor tiempo para el procesamiento de las muestras y los resultados hallados satisfacen los criterios de exactitud y precisión requeridos para su posterior validación.

***Palabras clave*** — Grasas y aceites, análisis gravimétrico, agua residual, extracción, estandarización.

## ABSTRACT

This work was developed for improving the analysis capacity of the fat and oil variable in the HidroQuímica Laboratorio Ambiental S.A.S company. Currently, the method used is Soxhlet SM 5520D Extraction, which is a slow process causing that the analysis capacity is lower than the number of samples that the laboratory must process. For this, an alternative method was standardized for the quantification of this variable in domestic and non-domestic wastewater samples. Initially, information regarding the methods currently used in the country was searched, taking into account the methods approved by the Institute of Hydrology, Meteorology and Environmental Studies-IDEAM. From the information collected and taking into account the availability of supplies, equipment, reagents and location of the laboratory, it was determined that the method to be implemented would be Gravimetric Partition Extraction liquid - liquid SM 5520B. A method was developed for analysis in the concentration range between 5 mg / L and 500 mg / L and performance parameters were determined such as: detection limit (1.7 mg / L), quantification limit (5 mg / L) and uncertainty. (10.8%). The method can be implemented to improve the current process in the company, since it presents a lower consumption of reagents, requires less time for processing the samples and the results found satisfy the accuracy and precision criteria required for subsequent validation.

***Keywords* — Fats and oils, gravimetric analysis, wastewater, extraction, standardization.**

## I. INTRODUCCIÓN

HidroQuímica Laboratorio Ambiental S.A.S es una empresa con más de 10 años de experiencia en el análisis de aguas y consultoría química y ambiental. Actualmente se encuentra acreditada por el IDEAM bajo la norma NTC-ISO/IEC 17025. Su actividad principal es la toma de muestras y análisis físico, químico, microbiológico y biológico en matrices ambientales, principalmente en aguas, sedimentos y biota [1].

Uno de los parámetros que se analizan en el laboratorio es el contenido de grasas y aceites en agua. Las grasas representan una de las principales fuentes de contaminación del recurso hídrico. Estas dan lugar a la formación de natas y espumas que generan acidificación del agua, disminución de la concentración de oxígeno y bloquean el paso de luz solar [2]; por tal motivo, surge la necesidad de poder cuantificar la cantidad de grasas y aceites en muestras de agua residual doméstica y no doméstica a través de un método que asegure la entrega de resultados válidos y confiables en forma oportuna e imparcial a los clientes.

El presente trabajo tiene como propósito el desarrollo y estandarización del método analítico para la determinación de grasas y aceites denominado Partición Gravimétrica Extracción líquido – líquido SM 5520B [3]. Este se aplica para aguas residuales superficiales, domésticas e industriales. En este método la grasa y el aceite son extraídos del agua por íntimo contacto con el solvente (*n*-hexano) y su determinación se realiza gravimétricamente mediante recuperación del solvente en un equipo de destilación.

Adicionalmente se tiene como principal inconveniente que los solventes orgánicos tienen la capacidad de disolver no solo las grasas y aceites sino otros compuestos orgánicos. No se conocen solventes que disuelven selectivamente solo la grasa y el aceite. 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 [4].

Para el desarrollo del método, inicialmente se realizó la compra de todos los materiales, reactivos y equipos necesarios, así como la adecuación de un espacio en el laboratorio para la realización de los experimentos. Adicionalmente se elaboraron los procedimientos, formatos, instructivos y toda la documentación pertinente de acuerdo a los lineamientos establecidos en el Sistema de Gestión de calidad de HidroQuímica y su estado de acreditación ante el IDEAM, según la norma NTC-ISO/IEC 17025 “Requisitos Generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración”. Luego se llevó a cabo la preestandarización del método y finalmente, la estandarización donde se determinaron los parámetros de desempeño: límite de detección, límite de cuantificación, selectividad, incertidumbre, exactitud, precisión, y se elaboró el informe pertinente en el cual se demuestre la idoneidad de la técnica para los fines previstos [5], [6].

## II. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La contaminación del recurso hídrico es uno de los principales problemas que afectan el ambiente actualmente. Las grasas y aceites representan una de las principales fuentes de contaminación ya que al ser inmiscibles son difíciles de tratar, estas forman una capa oleosa que reduce la concentración de oxígeno del agua y destruye los ecosistemas acuáticos [7].

Es muy importante que las empresas tengan conocimiento de la cantidad de grasas y/o aceites presentes en sus vertimientos de agua, lo cual les permite realizar el tratamiento adecuado antes de realizar su disposición final. También tener conocimiento de la cantidad de este contaminante en el agua permite a las entidades de regulación ambiental ejercer un mejor control sobre las industrias evitando que estas realicen sus vertimientos aumentando la contaminación del recurso hídrico.

En la empresa HidroQuímica Laboratorio Ambiental S.A.S actualmente se utiliza el método de extracción Soxhlet -Gravimetría para la determinación de este analito; sin embargo, la capacidad de análisis no es suficiente debido a la gran cantidad de muestras que ingresan a la empresa. En este trabajo se presentará la propuesta de un método alterno que permitirá cuantificar de forma oportuna la cantidad de grasas y/o aceites presentes en el agua, lo cual brindará a la empresa una mayor capacidad de análisis de esta variable.

### III. JUSTIFICACIÓN

Las aguas residuales industriales o efluentes industriales constituyen uno de los mayores focos de contaminación para el medioambiente, una fuente de contaminación para las personas y un peligro para los ecosistemas acuáticos [7]. Las grasas y aceites son sustancias constituidas por compuestos biogénicos tales como aceites vegetales, grasas animales, material vegetativo y una gran variedad de sustancias que pertenecen al grupo de los hidrocarburos de petróleo con alto y bajo peso molecular; estas se clasifican como residuos peligrosos que presentan una gran estabilidad a la descomposición por bacterias y representan una de las principales fuentes de contaminación del recurso hídrico.

Poder cuantificar la cantidad de grasas y aceites presentes en el agua es fundamental para que las plantas de tratamiento de agua residual puedan tratar en forma adecuada la presencia de estas sustancias en el agua; en el caso de tratamiento de aguas residuales industriales, tener información oportuna respecto a este parámetro es importante ya que permite conocer el impacto que tendría sobre la calidad del efluente final los distintos afluentes de agua residual generados en los procesos de manufactura y, de esta manera considerar una potencial segregación de corrientes. Adicionalmente, la cuantificación de esta variable tiene otro propósito y es medir el impacto ambiental que tendría el agua y/o saber si cumple normas sobre vertimientos.

Actualmente los laboratorios ambientales que realizan análisis de aguas requieren la implementación de métodos rápidos, precisos y económicos. Adicionalmente la realización de estas mediciones está regulada por entidades gubernamentales de control, como el Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales IDEAM y el instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación ICONTEC que se encargan de acreditar los laboratorios asegurando a los clientes la emisión de resultados válidos y confiables en forma oportuna e imparcial [8].

Debido a la alta demanda de muestras de agua que requieren el análisis de la variable grasas y aceites, este trabajo tiene como principal objetivo encontrar un método alternativo al usado actualmente en la empresa HidroQuímica que permita mejorar la capacidad actual de análisis de esta variable. Adicionalmente, deberá cumplir con todos los requerimientos necesarios para ser

acreditado bajo una norma técnica NTC-ISO/IEC 17025 y deberá garantizar una mejora del proceso de análisis en cuanto a la disminución en el tiempo de entrega de los resultados a los clientes.

## IV. OBJETIVOS

### *A. Objetivo general*

Estandarización de un método alternativo para aumentar la capacidad de análisis en la variable grasas y/o aceites en HidroQuímica.

### *B. Objetivos específicos*

- Identificar las técnicas para determinación de grasas y aceites que son susceptibles de acreditación ante el IDEAM.
- Evaluar la disponibilidad en el mercado de equipos para análisis de grasas y aceites que estén avalados por algún método normalizado.
- Seleccionar el método más adecuado para determinar la concentración de grasas y/o aceites en HidroQuímica.
- Para el método seleccionado, determinar los parámetros de desempeño: límite de detección, límite de cuantificación, selectividad, incertidumbre, exactitud y precisión.
- Verificar el desempeño del método seleccionado realizando pruebas de precisión y exactitud utilizando patrones de concentración conocida.

## V. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

En la empresa HidroQuímica Laboratorio Ambiental S.A.S se ha evidenciado que en la actualidad la capacidad de análisis de la variable grasas y aceites en muestras de agua residual doméstica y no doméstica no satisface los requerimientos actuales, lo cual ocasiona que haya demora en la entrega de resultados a los clientes. Esta situación se debe a que el método usado (extracción Soxhlet- Gravimetría SM 5520 D) es un proceso lento que conlleva a que el número de muestras que pueden ser analizadas sea menor a las muestras ingresadas al laboratorio. Esta problemática se evidencia al momento de la entrega de reportes de resultados a los clientes, en donde generalmente los informes quedan pendientes por este resultado.

De acuerdo con información reportada por el IDEAM sobre el listado de laboratorios acreditados para el análisis de muestras de agua, se concluye que existen otros métodos alternos para la determinación de grasas y aceites; razón por la cual se decide realizar una investigación respecto a estos métodos con el fin de encontrar uno alternativo que permita mejorar la determinación de grasas y aceites en la empresa HidroQuímica Laboratorio Ambiental S.A.S.

## VI. HIPÓTESIS

### *A. Hipótesis de trabajo*

La implementación del método alternativo “Extracción líquido líquido partición gravimétrica SM 5520 B” para determinar la cantidad de grasas y aceites presente en las muestras de agua que ingresan a la empresa HidroQuímica Laboratorio Ambiental S.A.S permitirá mejorar el proceso en cuanto a la disminución en los tiempos de entrega de resultados.

### *B. Hipótesis estadística*

Con el método para determinar grasas y aceites SM 5520 B se obtendrá un porcentaje (%) de recuperación entre 80 y 120.

*Hipótesis nula:* el límite de cuantificación LQM para el método SM 5520 B es  $> 5$  mg/L

*Hipótesis alterna:* el límite de cuantificación LQM para el método SM 5520 B es 5 mg/L.

## VII. MARCO TEÓRICO

### *A. Recurso hídrico*

El agua es un elemento natural indispensable para el desarrollo de la vida y de las actividades humanas. En las industrias el agua es un recurso muy importante, requiriéndose para hacer parte de un producto terminado hasta para la limpieza en general, siendo imprescindible en cantidad y calidad. Uno de los contaminantes que más problemas causan al medio ambiente son las grasas y aceites, las cuales son altamente estables e inmiscibles con el agua, provocan daños como el agotamiento del oxígeno, acidificación y eutrofización [7].

### *B. Grasas y aceites*

Los aceites y grasas son cualquier material recuperado como sustancia soluble en un solvente. Incluye otros materiales extraídos por el solvente (tales como compuestos azufrados, ciertos pigmentos orgánicos y clorofila) y no volatilizados durante la prueba [7]. Generalmente los aceites y grasas se encuentran en cuerpos de agua en forma de emulsiones o saponificados por la acción de productos químicos detergentes, estos contaminantes provienen de actividades humanas, derivadas principalmente de las industrias y refinerías de petróleo, mataderos y fábricas procesadoras de alimentos [8].

### *C. Calidad analítica de datos ambientales*

El conocimiento de la cantidad de grasas y aceites presentes en el agua es fundamental ya que estas natas y espumas entorpecen cualquier tipo de tratamiento físico o químico, por lo que deben eliminarse en los primeros pasos del tratamiento de un agua residual [7].

El proceso de análisis de grasas y aceites en agua consta de los siguientes pasos: muestreo, pretratamiento de la muestra, mediciones y tratamiento estadístico de datos obtenidos [8].

El aseguramiento de la calidad analítica es fundamental en los laboratorios de análisis ambiental ya que demuestra a los clientes y a los organismos de control que las evaluaciones se hacen de manera transparente, objetiva, documentada y que los procedimientos realizados en los laboratorios son válidos y confiables. Para garantizar la confiabilidad de las medidas se deben cumplir con una serie de actividades sistemáticas y planificadas, entre las cuales se encuentra la estandarización de las metodologías analíticas siendo este proceso un requisito de la norma NTC-ISO-IEC 17025 “Requisitos Generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración” [9]; por lo tanto, los laboratorios deben estandarizar todos los métodos que utilicen a través de la demostración formal de algunas las siguientes figuras analíticas, según aplique para cada método:

- 1) **Intervalo de respuesta lineal:** Resultados entre la menor y la mayor concentración de analito en la muestra (incluyendo estas concentraciones) para las cuales se ha demostrado que el procedimiento analítico tiene el nivel adecuado de precisión, exactitud y linealidad [10].
- 2) **Linealidad:** Es la capacidad del método analítico para obtener resultados directamente proporcionales a la concentración o cantidad del analito en un rango definido.
- 3) **Sensibilidad:** El cambio en la respuesta de un instrumento de medición dividido por el correspondiente cambio del estímulo.
- 4) **Límites de detección (LDM):** Valor por encima del cual se puede afirmar con un nivel de confianza establecido, generalmente del 95%, que una muestra es diferente que la muestra que contiene el blanco sin el analito de interés.
- 5) **Límites de cuantificación del método (LQM):** Estrictamente es la concentración más baja del analito que puede ser determinada con un nivel aceptable de precisión y exactitud.

- 6) **Precisión:** *Proximidad entre las indicaciones o los valores medidos obtenidos en mediciones repetidas de un mismo objeto, o de objetos similares, bajo condiciones especificadas.*
- 7) **Exactitud:** *Proximidad entre un valor medido y el valor verdadero de una medida. El concepto “exactitud de medida” no es una magnitud y no se expresa numéricamente. Se dice que una medición es más exacta cuanto más pequeño es el error de medida.*
- 8) **Incertidumbre:** *Parámetro asociado con el resultado de la medición que caracteriza la dispersión de los valores resultantes que podrían razonablemente atribuirse al error aleatorio de la medición [11].*

#### *D. Métodos de análisis de grasas y aceites en agua*

La determinación de grasas y aceites en muestras de agua se desarrolla a través de dos etapas: una de extracción de los analitos y, otra de cuantificación. Se han implementado diversas técnicas para cada una de estas etapas teniendo en cuenta factores como costo, tiempo, propiedades de los analitos y sensibilidad requerida.

Las técnicas de extracción sólido líquido (soxhlet) y extracción líquido líquido (LLE) son las más usadas para la extracción de aceites y grasas en agua, puesto que, muchos métodos de la EPA (Environmental Protection Agency) y de la FDA (Food and Drugs Administration) utiliza estas técnicas ya que no requiere instrumentación costosa [8]. Sin embargo, de acuerdo con lo reportado por el IDEAM, actualmente existen otros métodos para determinar grasas y aceites entre estos se encuentra el de partición infrarroja [12].

La American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWA) y Water Pollution Control Federation (WPCF) han propuesto para el análisis de aguas y aguas residuales los métodos estándares de partición gravimétrica (5520B), de partición infrarrojo (5520C) y extracción Soxhlet gravimétrico (5520D). Los métodos gravimétricos son los que presentan la menor sensibilidad ya que por lo general suele ser mayor que 10 mg/L, mientras que

los métodos basados en espectroscopia IR son altamente sensibles proporcionando en la mayoría de casos LMD cercanos o menores a 0.2 mg/L [8].

En la tabla I se muestran las principales técnicas para la determinación de grasas y aceites en aguas.

TABLA I.  
MÉTODOS UTILIZADOS PARA DETERMINAR GRASAS Y ACEITES

MÉTODO	VENTAJAS	DESVENTAJAS
Extracción Líquido-Líquido, Partición Gravimétrica SM 5520 B	<ul style="list-style-type: none"> <li>-No requiere instrumentación costosa.</li> <li>-El solvente puede ser recuperado.</li> <li>-Requiere menor tiempo para el proceso de extracción.</li> <li>-El solvente y el analito siempre están en contacto, lo cual favorece la extracción.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Puede presentarse formación de emulsiones que dificultan el proceso [9].</li> <li>- Cualquier material 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 [4].</li> </ul>
Partición Infrarrojo SM 5520 C.	<ul style="list-style-type: none"> <li>-La eliminación de la etapa de evaporación permite relativamente la detección de cualquier hidrocarburo volátil. Así pues, los destilados de petróleo más livianos, con la excepción de la gasolina, se pueden medir con exactitud [9].</li> <li>-La instrumentación adecuada permite la medición de una cantidad tan pequeña como 0,2 mg/L de aceite y grasa [8].</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Utiliza un solvente no permitido en Colombia (triclorotrifluoroetano) por ser perjudicial para la capa de ozono [9].</li> <li>-Es difícil de tratar los residuos.</li> <li>-Requiere equipo costoso y de difícil consecución [13].</li> </ul>
Extracción Soxhlet. SM 5520 D	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Gran capacidad de recuperación. Instrumentación simple.</li> <li>-No se requiere filtración posterior, el solvente orgánico se evapora quedando solo el analito.</li> <li>-El solvente y la muestra están en contacto íntimo y repetido, de manera que se mejora muchísimo la extracción porque siempre se emplea solvente limpio. El solvente proviene de condensación por tanto es líquido y está caliente lo que favorece la solubilidad del analito [14].</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Es un proceso lento e imposible de acelerar.</li> <li>-Se requiere gran cantidad de solvente.</li> <li>-Los compuestos volatilizados a 103 °C, o por debajo de esta temperatura, se perderán cuando el filtro esté seco.</li> <li>-El tiempo requerido para la extracción normalmente está entre 6-24 horas.</li> <li>-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.</li> </ul>
Partición infrarrojo NTC 3362-2005	<ul style="list-style-type: none"> <li>-La eliminación de la etapa de evaporación permite relativamente la detección de cualquier hidrocarburo volátil. Así pues, los destilados de petróleo más livianos, con la excepción de la gasolina, se pueden medir con exactitud.</li> <li>-La instrumentación adecuada permite la medición de una cantidad tan pequeña como 0.2 mg/L de aceite y grasa [9].</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Utiliza reactivos costosos de difícil consecución.</li> <li>- Requiere equipos costosos.</li> </ul>

## VIII. METODOLOGÍA

### A. *Revisión documental y definición del método a implementar*

Se realizó revisión bibliográfica de los métodos actualmente usados para la determinación de grasas y/o aceites donde se incluyen las ventajas y desventajas que tienen cada uno de ellos, así como los costos asociados al montaje y operación de cada técnica. Para ello se tiene en cuenta que estos métodos deben ser avalados por el IDEAM. Adicionalmente se realiza visita a proveedores para conocer algunos equipos existentes en el mercado, entre los cuales se encuentra el FAT extractor E-500 [15] el equipo de Goldfish, modelo TE-044-8/50 ó TE-044-5/50; el equipo de Soxhlet, modelo TE-188/6 [16], y para técnica de infrarrojo el equipo usado es Nicolet Summit FTIR Spectrometer | Thermo Fisher Scientific - CO [17]

Para la elaboración de la revisión documental y definición del método a implementar, inicialmente se procede a consultar cuales son los métodos usados actualmente para la determinación de grasas y aceites teniendo en cuenta que estos deben estar avalados por el IDEAM. Para ello se consultó el listado de laboratorios acreditados ante IDEAM en donde se encontraron los siguientes métodos:

- Extracción líquido – líquido Partición Gravimétrica SM 5520B
- Partición Infrarrojo SM 5520C
- Extracción Soxhlet SM 5520D
- Método Infrarrojo de Partición NTC 3362 c (2011-11-30) [12]

Luego se realizó la búsqueda de información de cada uno de los métodos con el fin de determinar cuáles son los reactivos, equipos, materiales e insumos requeridos por cada uno, así como su funcionamiento para determinar ventajas y desventajas de cada uno. Adicionalmente, se realizó la búsqueda de los equipos que actualmente se encuentran en el mercado para la determinación de grasas y aceites, se tuvo en cuenta que tales equipos debían estar avalados por una norma técnica. Como principales equipos se encontró el extractor Goldfish de 8 puestos [18] cuyo proveedor es la empresa KASALAB a la cual se realizó una visita con el fin de conocer el equipo; allí se pudo evidenciar que el equipo actualmente no se encuentra certificado. Otro de los

equipos encontrados es el Thermo scientific Nicolet Summit FTIR espectrofotometer [19], el cual permite determinar grasas y aceites mediante técnica de infrarrojo la cual es avalada por IDEAM; sin embargo, debido al alto costo de dicho equipo y a las posibles demoras para su adquisición no fue posible tomarlo como una opción válida para el desarrollo de este proyecto.

De acuerdo con la información mostrada en la tabla 1 y teniendo en cuenta la disponibilidad de equipos, reactivos y locación dentro del laboratorio se decidió que el método a implementar como proceso alternativo para determinación de grasas y aceites será Extracción líquido-líquido, Partición Gravimétrica, SM 5520 B Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 23rd Edition [3].

### *B. Adquisición de insumos*

Luego de tener definido el método objeto del presente proyecto, se realizó la compra de los reactivos, material, vidriería, equipos, e insumos en general para el montaje de la técnica. A continuación, se muestra el listado de los reactivos, materiales, vidriería, equipos, e insumos que fueron comprados para el montaje de la técnica seleccionada.

- Materiales

#### Equipos y vidriería

- Embudo de separación de 2 L con llave de paso de politetrafluoroetileno PTFE (teflón o equivalente)
- Matraz de destilación 125 mL
- Embudo de vidrio para líquidos
- Papel filtro de 11 cm de diámetro (Whatmann N°40 ó equivalente)
- Centrífuga capaz de rotar al menos cuatro tubos de centrífuga de 100 mL a 2400 rpm o más
- Tubos de centrífuga, de vidrio, de 100 mL
- Baño de agua, capaz de mantener una temperatura de 85°C
- Bomba de vacío u otra fuente de vacío
- Adaptador de destilación con punta de goteo. Aparato con sistema de recuperación de destilado.
- Baño de hielo
- Receptáculo de residuos, para el solvente usado
- Desecador

- Balanza

## Reactivos

- Ácido clorhídrico o ácido sulfúrico 1:1 mezcla de volúmenes iguales de ácido y agua grado reactivo
- Solvente de extracción *n*-hexano, de mínimo 85% de pureza, mínimo 99% de isómeros C6 saturados, residuo menor de 1 mg/L; se debe destilar si es necesario. No usar ninguna manguera de plástico para transferir solventes entre los recipientes
- Sulfato de sodio cristal anhidro Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> secado entre 200°C y 250°C durante 24 horas
- Acetona con residuo menor de 1 mg/L
- Hexadecano pureza mínima de 98%
- Ácido esteárico pureza mínima 98%
- Mezcla estándar de ácido esteárico/hexadecano proporción 1:1 fracción másica en acetona en cada 2 mg/L; usar la mezcla patrón preparada comercialmente o prepararla.

*C. Elaboración de documentación*

Se elaboran los procedimientos, formatos, instructivos y toda documentación pertinente del método para determinar grasas y aceites extracción líquido – líquido partición gravimétrica SM 5520 B de acuerdo con los lineamientos establecidos en el Sistema de Gestión de calidad de HidroQuímica y su estado de acreditación ante el IDEAM, según la norma NTC-ISO/IEC 17025 “Requisitos Generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración”., entre los cuales se tienen los siguientes:

PCC-017 V 02 Procedimiento validación de método para determinación de grasas y aceites

PCC-032 V02 Procedimiento confirmación e implementación de métodos

PGL-012 Grasas y aceites procedimiento interno

*D. Preestandarización del método*

Para esta etapa de la metodología se realizaron pruebas iniciales en el laboratorio que permitieron determinar la precisión y exactitud del método, estas pruebas fueron desarrolladas mediante el uso de patrones de concentración conocida, lo cual permitió evaluar la exactitud del método al comparar los resultados del contenido de grasas y aceites reportados por el método y el

valor del patrón. También se utilizaron muestras de agua del laboratorio, las cuales eran de concentración desconocida con el fin de determinar aspectos de precisión del método.

Para determinar aspectos de precisión del método se realizó un experimento por duplicado, utilizando una muestra de agua la cual ingresó al laboratorio en su respectivo envase de vidrio de 1 L boca ancha, inmediatamente se realizó la preservación con ácido sulfúrico hasta  $\text{pH} < 2$ , se marcó el nivel del líquido en el recipiente y se almacenó en la nevera. Con el fin de cuantificar la recuperación de grasas dadas por el método a cada duplicado de la muestra se le adicionaron 20 mL de aceite de cocina.



**Fig. 1.** Muestras adicionadas con aceite de cocina y preservadas con ácido sulfúrico

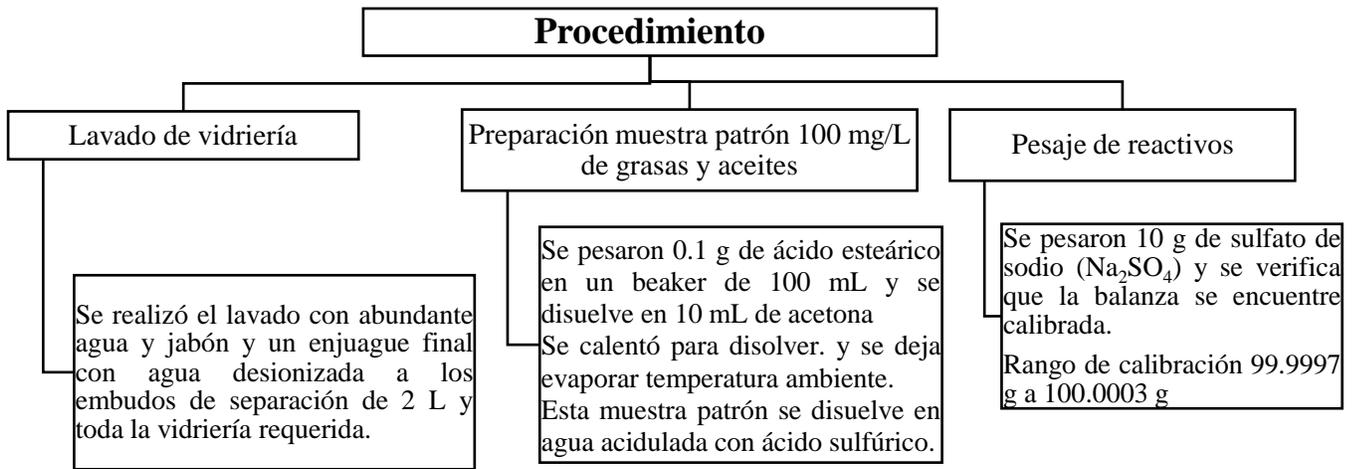
Para evaluar la exactitud del método se realizaron dos pruebas a partir de muestras patrón de concentración conocida.



**Fig. 2.** Muestras patrón con solvente *n*-hexano

Vidriería y embudos de separación de 2 L con llave de paso de politetrafluoroetileno PTFE (teflón o equivalente), balones de destilación de 250 mL, embudo de vidrio para líquidos, papel filtro de 11 cm de diámetro (Whatmann N°40 ó equivalente), desecador, horno estufa Binder, beaker 100 mL, probeta 1000 mL, cámara para destilación y cronómetro.

Reactivos: acetona, ácido esteárico, *n*-hexano, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico y sulfato de sodio.



**Fig. 3.** Diagrama procedimiento preparación vidriería, reactivos y muestras patrón

Análisis de las muestras: se transfirió la muestra al embudo de separación de 2 L, y se enjuagó el recipiente original de la muestra con 30 mL de solvente *n*-hexano, luego se adicionó este enjuague el embudo separador. Se agitó vigorosamente el embudo de 2 L durante 2 minutos y se dejó en reposo para que las fases se separen. El tiempo de reposo para que las fases se separen fue de diez (10) minutos. La fase acuosa se drenó al recipiente original de la muestra.



**Fig. 4.** Muestra en embudo de separación fase orgánica y acuosa.

La fase orgánica que quedó en el embudo de 2 L se pasa a través de un embudo con papel filtro y 10 g de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  previamente humedecidos con el solvente y se llevó al balón de destilación seco y tarado con perlas de ebullición.



**Fig. 5.** Filtro separador con sulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )

El proceso de extracción se repitió dos veces más con la muestra que queda en el recipiente original y se utiliza 30 mL de solvente *n*-hexano por vez. La fase orgánica de cada una de estas extracciones se llevó al balón de destilación.

Se enjuagó el filtro y el sulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) con 20 mL adicionales de *n*-hexano y se adicionaron al balón de destilación. Se llevó el balón de destilación a la cámara para recuperación del solvente *n*-hexano.

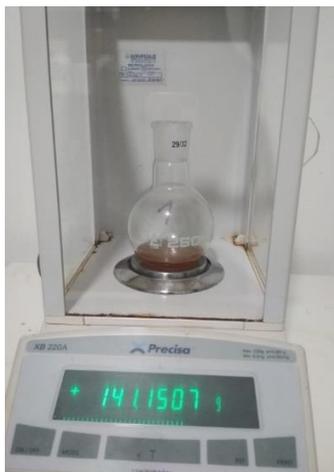


**Fig. 6.** Muestra filtrada en balón de destilación



**Fig. 7.** Equipo para recuperación de solvente

Una vez terminó el proceso de recuperación del solvente, el balón se retiró y se secó su superficie; luego se llevó al desecador hasta obtener peso constante, en donde la diferencia entre el peso final y el anterior no fue mayor a 0.0005 g.



**Fig. 8.** Muestra de grasas y aceites pesada en balanza analítica

### *E. Estandarización del método.*

#### *1) Desarrollo de la validación*

Deben calibrarse y/o verificarse previamente los equipos según las especificaciones correspondientes (**IEI-013 Instructivo de Manejo de Balanza Analítica**), (**IEI-018 Instructivo de Manejo de Horno Binder**). Debe asegurarse de que estos cumplan con los criterios de aceptación establecidos en el respectivo instructivo de manejo.

Las mediciones de grasas y aceites se realizaron tal y como está especificado en el procedimiento del método SM 5520B para la determinación de **grasas y aceites**.

Para la validación de la determinación cuantitativa de grasas y aceites en aguas superficiales, se evalúan las siguientes características de fiabilidad: precisión, exactitud, selectividad, incertidumbre, límite de detección, límite de cuantificación y recuperación.

#### *1.1) Precisión*

La precisión del método se expresa como el coeficiente de variación.

##### **1.1.1. Determinación de la precisión intermedia**

- Preparar patrones de 10 ppm y 500 ppm aproximadamente en grasas y aceites (2 de cada uno). Analizar 2 patrones durante 3 días distintos
- Analizar cada patrón según el procedimiento establecido para **Determinación de Grasas y Aceites**.
- Realizar tratamiento estadístico para aceptación y rechazo de datos.
- Calcular el coeficiente de variación para cada rango de concentración, en términos del % de recuperación obtenido en el análisis de los patrones.
- Calcular el porcentaje de diferencia relativa para los duplicados de cada día (%RPD), en términos de recuperación

$$\%CV = \frac{S}{x} * 100 \text{ Ecuación (1)}$$

Dónde:

%CV = Coeficiente de variación

S = Desviación estándar.

x = Valor promedio experimental de las muestras

$$\%RPD = \frac{LFM - LFMD}{\left[\frac{LFM + LFMD}{2}\right]} \times 100 \text{ Ecuación (2)}$$

Dónde:

LFM = concentración para el primer duplicado

LFMD = concentración para el segundo duplicado

Criterios de aceptación: Los resultados para la precisión intermedia deben cumplir los siguientes parámetros:

- Para los patrones de 10 ppm, el coeficiente de variación debe ser menor al 14%
- Para los patrones de 500 ppm, el coeficiente de variación debe ser menor al 10%.
- El porcentaje de diferencia relativa (%RPD) para el duplicado de cada día no debe ser mayor al 20%.

### **1.2) Exactitud**

Se determina la exactitud del método mediante el cálculo del % de error.

Calcular el % de error de cada rango de concentración de grasas y aceites utilizando cada uno de los datos experimentales hallados respecto al valor teórico correspondiente al patrón.

$$\%Error = \frac{|Valor\ teórico - Valor\ experimental|}{Valor\ teórico} * 100 \text{ Ecuación (3)}$$

Criterio de aceptación: Los % de error calculados no deben ser superiores al 20%

### **1.3) Límite de cuantificación del método**

Límite de cuantificación experimental

El siguiente procedimiento debe ser realizado por el analista titular y el analista suplente en dos días diferentes:

- Preparar 2 patrones de 5 ppm, analizarlos según el procedimiento para **Determinación de Grasas y Aceites**, (analizar 2 patrones durante 3 días distintos) y registrar los datos obtenidos.
- Calcular la concentración de grasas y aceites de cada patrón.
- Realizar tratamiento estadístico para aceptación y rechazo de datos
- Calcular el % de recuperación utilizando el promedio de los datos aceptados
- Calcular el % de RSD (desviación estándar relativa), en términos de la recuperación calculada.

$$\% \text{ Recuperación} = \frac{\text{valor encontrado}}{\text{valor verdadero}} \times 100\% \text{ Ecuación (4)}$$

$$\% \text{ RSD} = \frac{\text{desviación estándar}}{\text{promedio}} \times 100\% \text{ Ecuación (5)}$$

Criterios de aceptación:

- El % de recuperación calculado debe ser entre 80 y 120 %
- El % de RSD calculado debe ser menor o igual al 20%

En caso de no cumplir los criterios de aceptación para el % de recuperación o el %RSD, ir aumentando la concentración del patrón sucesivamente hasta lograr el cumplimiento de los lineamientos de aceptación.

## TEST DE GRUBBS

Se aplica el Test de Grubbs para eliminación de datos anómalos a cada serie de datos obtenida.

$$T \text{ exp.} = \frac{\bar{x}x - \mu}{s} \text{ Ecuación (6)}$$

Dónde:

T exp.: T experimental

X: dato dudoso

$\mu$ : promedio de la serie de datos

S: desviación estándar de la serie de datos

Criterio de aceptación: al evaluar cada serie de datos:

- Si el T exp. es menor que T Teórico se acepta el dato.
- Si el T exp. es mayor o igual que T Teórico se rechaza el dato y deben recalcularse los parámetros estadísticos de interés sin contar con el dato rechazado.

Para determinar el valor de T Teórico, se usa un contraste a dos colas y el valor se toma del documento DE – 32 Tabla de Valores Test de Grubbs, a un 95 % de confianza.

#### ***1.4) Estimación de la incertidumbre de la medición de grasas y aceites en un volumen de agua***

##### **1.4.1. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR DE LA MEDICIÓN DE GRASAS Y ACEITES**

Modelo matemático en la medición de la concentración de grasas y aceites en un volumen de agua. A continuación, se describe el modelo matemático empleado en la medición de la concentración de grasas y aceites.

$$\text{Grasas / aceites} = \frac{m_{b+m} - m_b}{V} \text{ Ecuación (7)}$$

Donde:

$m_{b+m}$  = masa del balón con las piedras de ebullición más aceites y grasas extraídos (mg)

$m_b$  = masa del balón con las piedras de ebullición (mg)

V = Volumen de muestra (L)

Fuentes de incertidumbre del proceso de medición de Grasas y aceites en agua, bajo condiciones del laboratorio

La identificación de las fuentes de incertidumbre significativas son las inherentes al procedimiento de medición y aquellas que no están descritas explícitamente, como la de certificados, etc.

El diagrama de causa y efecto permite la representación de varios elementos o causas (fuentes) que pueden afectar o contribuir a un problema (incertidumbre), por lo tanto, la figura 9, es la representación de cuales causas o fuentes contribuyen a la incertidumbre del método de análisis de grasas y aceites.

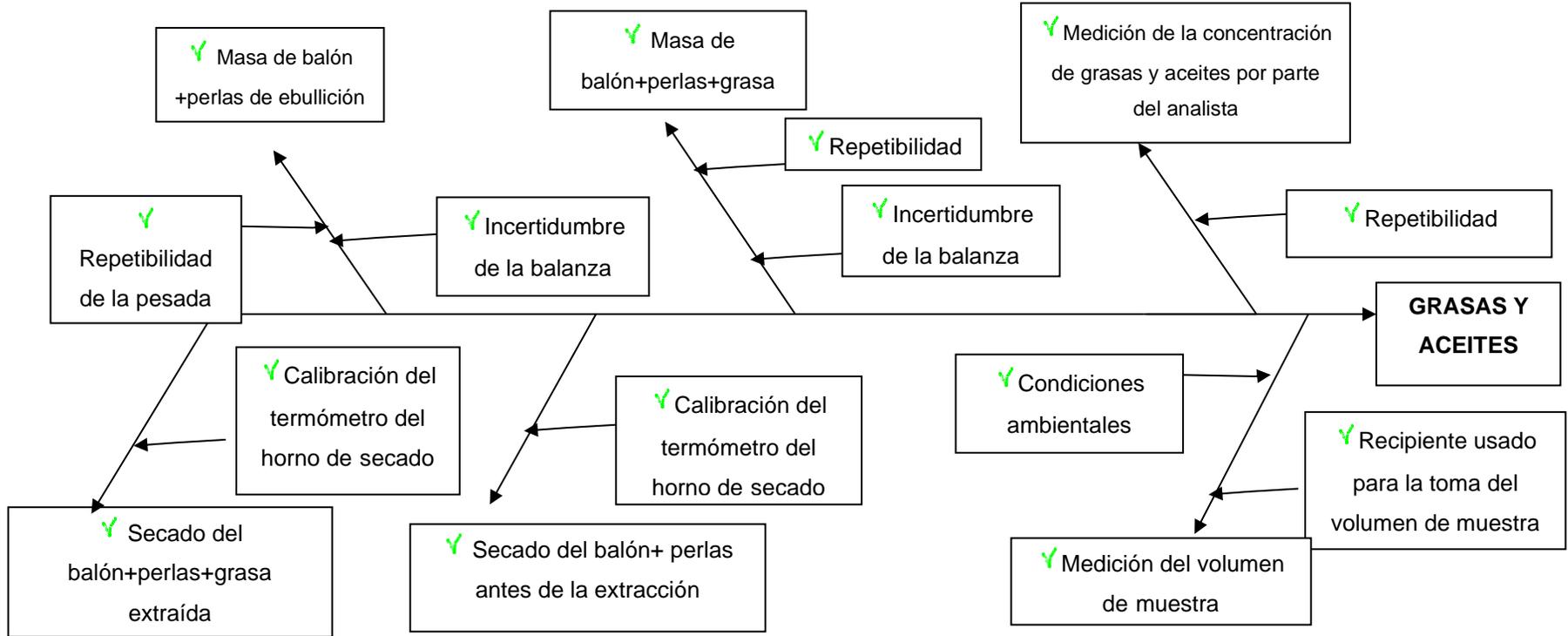


Fig. 9. Diagrama de causa y efecto para fuentes de incertidumbre más representativas en la determinación de grasas y aceites, como parámetro de medición en el Laboratorio HIDROQUIMICA LABORATORIO AMBIENTAL S.A.S

#### 1.4.2. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA MASA DEL BALÓN + PERLAS DE EBULLICIÓN LIMPIOS Y SECOS ANTES DE LA EXTRACCIÓN (mb)

Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad de la pesada del balón +perlas de ebullición limpio y seco antes de la extracción, mb.

Para el cálculo de la incertidumbre debida a la pesada del balón + perlas antes de la extracción, realizar el proceso de lavado y secado de éste tal como se encuentra establecido en el Procedimiento para Determinación de Grasas y aceites.

Calibrar la balanza según los lineamientos establecidos en el protocolo del equipo.

Pesar el balón limpio y seco después de adicionarle las perlas de ebullición, y anotar las mediciones.

Estimación de la incertidumbre aportada por la balanza en la pesada del balón antes de la extracción mb

Para determinar la incertidumbre de la balanza en el intervalo del peso del balón antes de la extracción, se tomará en cuenta la incertidumbre reportada en el certificado de calibración de la balanza analítica para el rango del peso en el cual se encuentre el balón y se asume distribución normal con  $k = 2$ .

#### 1.4.3. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA MASA DEL BALÓN DESPUÉS DE REALIZAR LA EXTRACCIÓN DE LAS GRASAS Y ACEITES (mb + GyA)

Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad de la pesada del balón + perlas + grasa y aceite extraído, (mb + GyA)

Para el cálculo de la incertidumbre debida a la pesada del balón después de realizar la extracción de la muestra, realizar el proceso de análisis de grasas y aceites a una muestra de aguas residuales domésticas según el procedimiento para Determinación de Grasas y aceites.

Calibrar la balanza según los lineamientos establecidos en el protocolo del equipo.

Pesar el balón + perlas + grasas extraídas, y anotar las mediciones.

Estimación de la incertidumbre aportada por la balanza  $m_b + G_yA$

Para determinar la incertidumbre de la balanza en el intervalo del peso del balón antes de la extracción, se tomará en cuenta la incertidumbre reportada en el certificado de calibración de la balanza analítica para el rango del peso en el cual se encuentre el balón y se asume distribución normal con  $k=2$ .

#### 1.4.4. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE AL VOLUMEN DE LA MUESTRA

Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad del volumen de muestra medido con la probeta de 1000 mL.

Para estimar la incertidumbre de la repetibilidad del volumen de la muestra usando la probeta de 1000 mL durante la ejecución del análisis; realizar 10 mediciones de 1000 mL con esta probeta. Cada una de estas mediciones pesarlas en la balanza debidamente calibrada y anotar sus pesos.

Estimación la incertidumbre de la precisión de la probeta de 1000 mL usada para la medición del volumen de muestra.

Para estimar la incertidumbre de la precisión de la probeta usada para la medición del volumen de la muestra, identificar la precisión reportada por el fabricante y asumir distribución rectangular.

Incertidumbre debida a diferencia de temperatura entre la temperatura de especificación del fabricante y la de trabajo ( $t_t$ ).

Para estimar la incertidumbre por este efecto se necesita conocer el intervalo de temperatura en el que varía la medición y la temperatura de especificación del fabricante de la probeta.

Se tomará como temperatura de trabajo, la temperatura promedio reportada durante todo el proceso de estandarización del método. La especificación de temperatura según el fabricante del material de vidrio se tomará de los certificados correspondientes.

Para estimar la incertidumbre por este efecto, se calculará la incertidumbre para la diferencia de temperaturas utilizando el coeficiente de volumen de expansión del agua.

#### 1.4.5. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA VARIACIÓN DE LA TEMPERATURA DEL HORNO DE SECADO

Estimación de la incertidumbre de la temperatura de secado del balón +perlas de ebullición limpio y seco antes de la extracción,  $T_b$ .

La incertidumbre del termómetro del horno a la temperatura de secado (103 °C) está dada por:

$$U(sc) = 1.1 \text{ °C} \quad \text{Ecuación (8)}$$

Esta incertidumbre es determinada según el certificado del equipo. Se asume distribución normal.

#### 1.4.6. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LAS MEDICIONES REALIZADAS POR EL ANALISTA

Repetibilidad de las mediciones de Grasas y Aceites realizadas por el analista (A)

Para la estimación de la incertidumbre de las mediciones realizadas por el analista, se tendrá en cuenta la desviación estándar obtenida para los resultados recolectados en el numeral 1.1.1. del presente documento.

#### 1.4.7. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE RELATIVA DE LA MEDICIÓN DE GRASAS Y ACEITES

Para determinar la incertidumbre relativa de cada una de las contribuciones, se aplica la siguiente fórmula:

$$u_{relativa}(x_i) = \frac{u_{est}(x_i)}{X_i} \quad \text{Ecuación (9)}$$

Donde:

$u_{est}(x_i)$  es la incertidumbre estándar

$X_i$  es la magnitud de entrada.

#### 1.4.8. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE COMBINADA RELATIVA DE LA MEDICIÓN DE GRASAS Y ACEITES

Se estima la incertidumbre combinada relativa de la medición de Grasas y Aceites siguiendo los lineamientos del Procedimiento Estimación de la Incertidumbre

$$U_c^2 = \sum_{i=1}^N u_{relativa}^2 \quad \text{Ecuación (10)}$$

Calcular la raíz cuadrada de la suma anterior, y allí se obtiene la incertidumbre relativa combinada de la medición

#### 1.4.9. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EXPANDIDA DE LA MEDICIÓN DE GRASAS Y ACEITES

El factor de cobertura ( $K$ ) correspondiente a un nivel de 95 % de confianza se asume como 2, por lo tanto, la ecuación de incertidumbre expandida estará dada por:

$$U_{exp.} = \mu_{comb.} * K \quad \text{Ecuación (11)}$$

#### REPORTE DE INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN DE GRASAS Y ACEITES

$$U_{Grasas.} \left( \frac{mg}{L} \right) = U_{exp} * C \quad \text{Ecuación (12)}$$

Donde  $C$ , es la concentración medida de grasas y aceites, dada en mg/L.

## IX RESULTADOS

A continuación, se presentan los resultados obtenidos durante la elaboración de los experimentos, tanto para la pre estandarización como para la estandarización del método.

Para determinar el contenido de grasas y aceites en cada muestra se utiliza la ecuación (13).

$$\frac{mg \text{ Grasas y aceites}}{L} = \frac{Vr}{Vs} \quad \text{Ecuación (13)}$$

Donde:

Vr: Peso del balón más las grasas menos peso de tara en miligramos (mg)

Vs: volumen inicial de la muestra en litros (L)

En la sección de anexos se muestran los respectivos datos obtenidos y la realización de los cálculos.

## PREESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO

A continuación, en las tablas II y III se muestran los resultados obtenidos para cada uno de los experimentos. En los anexos 1 y 2 se encuentran los datos obtenidos y respectivos cálculos.

TABLA II

RESULTADOS PARAMÉTROS DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO EXPERIMENTO 1 GRASAS Y ACEITES

Experimento	Teórico	Experimental	Recuperación	Exactitud	Promedio	Desviación	RSD	RPD
1	(mg/L)	(mg/L)	(% )	(%)	(X)	(S)	(%)	(%)
Muestra								
Patrón 1	101.7	101.89	100	0.2	104.2	3.267	3	4
Patrón 2	105.5	106.61	101	1.0				
21080506-D1	19435.71	20162.98	104	3.7	20648.67	686.86	3	5
21080506-D2	19207.06	21134.35	110	10.0				

TABLA III  
 RESULTADOS PARAMÉTROS DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO EXPERIMENTO 2 GRASAS Y ACEITES

Experimento	Teórico	Experimental	Recuperación	Exactitud	Promedio	Desviación	RSD	RPD
2	(mg/L)	(mg/L)	(% )	(%)	(X)	(S)	(%)	(%)
Muestra								
Patrón 1	6.6	6.27	101	1.1	6.415	0.2051	3	5
Patrón 2	6.0	6.56	109	9.3				
Patrón 3	12.0	14.12	118	17.7	13.45	0.9475	7	10
Patrón 4	13.2	12.78	97	3.2				

## ESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO

En el anexo 3 se presenta toda la información recolectada durante la realización de las pruebas para el cálculo de las variables de desempeño del método.

### *Límite de detección (LDM)*

Para determinar el límite de detección del método se tomaron unos datos con los que contaba el laboratorio en los cuales se analizó agua desionizada; el objetivo de esta prueba es identificar si el agua de trabajo cuenta con alguna interferencia para el ensayo de grasas y aceites. A partir de ellos se determina que el límite de detección teórica es 1.7 mg/L.

TABLA IV  
DETERMINACIÓN DEL LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO

<b>Datos</b>	
<b>Número de ensayos</b>	<b>Analista 1 grasas y aceites (mg/L)</b>
1	0.3
2	2.3
3	2.5
4	3.5
5	1.1
6	1.2
7	1.5
8	1.0
<b>Media (<math>\mu</math>)</b>	1.7
<b>Desviación est. (S)</b>	1.0
<b>LDM Teórico</b>	1.7
<b>LQM Teórico</b>	5.0

*Límite de cuantificación (LQM)*

Para determinar el LQM del método, inicialmente se debe conocer el límite de cuantificación teórico, el cual por definición equivale a tres veces el límite de detección [20].

$$LQM_{Teórico} = 3 * LDM \qquad \text{Ecuación (14)}$$

El LQM teórico es 5 mg/L. A partir de este valor se prepararán las muestras patrón y se inicia las pruebas para calcular el LQM.

TABLA V  
DETERMINACIÓN DEL LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO

Fecha	Patrón (mg/L)	TEÓRICO (mg/L)	EXPERIMENTAL (mg/L)	% recuperación (80-120%)	Exactitud (% ERROR < 20%)	%RSD (< 15%)	Desviación todos los datos(s)	Promedio todos los datos(X)	TEST GRUBBS, Teórico: 1.822	Desviación después de rechazo de datos(s)	Promedio después de rechazo de datos(X)	%RSD (< 15%) después de rechazo de datos	
oct-12	5 ppm	5.0	4.7	93%	6.7%	77%	5.7645	7.5	0.4971	0.5891	5.1889	11%	
		5.8	4.8	82%	17.6%				0.4778				
5.2		6.1	118%	17.8%					0.2441				
5.4		19.2	356%	256.5%					2.0326				
oct-26		5.4	5.0	93%	7.4%					0.4393			
		5.0	5.4	108%	7.5%					0.3742			

El tratamiento de datos se realizó eliminando la concentración del patrón cuyo valor experimental fue 19.2 ppm teniendo en cuenta el rechazo del dato por test de Grubbs.

Al observar los resultados obtenidos se puede concluir que se aprueba la concentración de 5 ppm como el LQM experimental dado que cumple con los criterios de aceptación para el porcentaje (%) de recuperación entre 80 y 120 y el %RSD < 20%.

*Precisión intermedia del método*

Para determinar la precisión intermedia del método se realizan pruebas para un patrón de rango bajo 10 ppm y un patrón de rango alto 500 ppm. Con los datos obtenidos se calcula el porcentaje de coeficiente de variación CV y el porcentaje RPD.

TABLA VI  
DETERMINACIÓN DE LA PRECISIÓN INTERMEDIA DEL MÉTODO

Fecha	Patrón (mg/L)	TEÓRICO (mg/L)	EXPERIMENTAL (mg/L)	%RPD (< 20%)	Desviación todos los datos(s)	Promedio todos los datos(X)	TEST GRUBS. Teórico: 1.822	Desviación después de rechazo(s)	Promedio después de rechazo(X)	%CV
oct-12	10 ppm	10.6	13.3		2.929	10.55	0.9492	1.2132	11.6910	10%
		9.8	5.0				1.8960			
Oct-20		11.7	12.4	16%			0.6220			
		9.9	10.5				0.0182			
oct-26		11.1	10.6	1%			0.0008			
		10.8	11.6				0.3422			
oct-12	500 ppm	500.4	384.6		124.522	433.07	0.3890	58.9532	479.1194	12%
		505.2	202.8				1.8492			
oct-20		496.7	514.1	0%			0.6510			
		490.7	513.0				0.6419			
oct-26		501.0	525.6	14%			0.7433			
		500.7	458.2				0.2020			

El tratamiento de datos se realizó eliminando las concentraciones de los patrones cuyo valor experimental fue 5.0 ppm y 202.8 ppm teniendo en cuenta el rechazo de datos por test de Grubbs

Dado que los patrones de 10 ppm y 500 ppm cumplen con los criterios de aceptación para el %CV menor a 14% y 10%, respectivamente y que además el % de RPD en ambos casos es menor al 20% se acepta la precisión intermedia dada por el método.

*Exactitud*

TABLA VII  
DETERMINACIÓN DE LA EXACTITUD DEL MÉTODO

Fecha	Patrón (mg/L)	TEÓRICO (mg/L)	EXPERIMENTAL (mg/L)	Exactitud (% ERROR < 20%)	TEST GRUBS. Teórico: 1.822	Exactitud (% ERROR < 20%) luego de rechazo de datos
oct-12	5ppm	5.0	4.7	6.7%	0.4971	6.7%
		5.8	4.8	17.6%	0.4778	17.6%
oct-20		5.2	6.1	17.8%	0.2441	17.8%
		5.4	19.2	256.5%	2.0326	
oct-26		5.4	5.0	7.4%	0.4393	7.4%
		5.0	5.4	7.5%	0.3742	7.5%
oct-12	10 ppm	10.6	13.3	25.8%	0.9492	25.8%
		9.8	5.0	49.0%	1.8960	
Oct-20		11.7	12.4	6%	0.6220	6%
		9.9	10.5	6.1%	0.0182	6.1%
oct-26		11.1	10.6	4.9%	0.0008	4.9%
		10.8	11.6	7.0%	0.3422	7.0%
oct-12	500 ppm	500.4	384.6	23.1%	0.3890	23.1%
		505.2	202.8	59.9%	1.8492	
oct-20		496.7	514.1	3.5%	0.6510	3.5%
		490.7	513.0	4.5%	0.6419	4.5%
oct-26		501.0	525.6	4.9%	0.7433	4.9%
		500.7	458.2	8.5%	0.2020	8.5%

Con los datos obtenidos se puede observar que los patrones analizados cumplen con el porcentaje de error < 20%; sin embargo, se observan datos anómalos que superan este valor los cuales se tienen en cuenta ya que al momento de realizar la validación del método se podría determinar si el porcentaje de error del método puede superar el 20%.

*Incertidumbre*

A continuación, se presenta la tabla con los cálculos realizados para la determinación de la incertidumbre del método.

TABLA VIII  
ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DE GRASAS Y ACEITES- MÉTODO SM 5520B

Fuente de Incertidumbre Magnitud de entrada xi	Valor estimado xi	Unidades	Fuente de información	Incertidumbre original	Unidades	Tipo de distribución	Factor K	Incertidumbre estándar u(xi)	Unidades	Incertidumbre relativa (u(xi)/x)	(u(xi)/x) <sup>2</sup>
<b>1. INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DEL VOLUMEN DE MUESTRA</b>											<b>5.96E-04</b>
Repetibilidad probeta de 1000	1000	mL	FCC-072 Repetibilidad de las mediciones volumétricas 20170704	0.2327	mL	A, normal K=Raiz (10)	3.16	7.36E-02	mL	7.36E-05	5.41E-09
Diferencia de temperatura entre la específica del fabricante y la de trabajo (Tt)	25.0	°C	FEI-003 Control de condiciones ambientales en laboratorio	1.05	°C	A,rect K=raiz(3)	1.73	6.06E-01	°C	2.42E-02	5.88E-04
Tolerancia probeta de 1000 mL	1000	mL	Certificado	5	mL	B,rect K=raiz(3)	1.73	2.89E+00	mL	2.89E-03	8.33E-06
<b>2. INCERTIDUMBRE DEL PESO DEL EXTRACTO DE GRASAS Y ACEITES</b>											<b>1.09E-11</b>
Peso inicial del balón	123.1873	G	Balanza EI-09 Certificado de calibración No. M-38-1881-22286	0.00057	g	B, normal, K=2	1.98	2.87E-04	g	2.33E-06	5.44E-12
Peso final del balón (con extracto)	123.1957	G	Balanza EI-09 Certificado de calibración No. M-38-1881-22286	0.00057	g	B, normal, K=2	1.98	2.88E-04	g	2.34E-06	5.46E-12

3. INCERTIDUMBRE DE LA EXTRACCIÓN DE GRASAS Y ACEITES											2.85E-05
Residuo del n-hexano	110	mL	Certificado de lote K48342974	0.001	ml	B,rect K=raiz(3)	1.73	5.77E-04	ml	5.25E-06	2.75E-11
Secado de la muestra	103	°C	Certificado de calibración	1.1	°C	B, normal, K=2	2.00	5.50E-01	°C	5.34E-03	2.85E-05
4. INCERTIDUMBRE DEL LA PREPARACIÓN DEL ESTÁNDAR DE GRASAS Y ACEITES											1.52E-04
Residuo de la acetona	10	mL	Certificado de lote K48194814	0.0001	ml	B,rect K=raiz(3)	1.73	5.77E-05	mL	5.77E-06	3.33E-11
Peso del ácido esteárico	0.0100	G	Balanza EI-09 Certificado de calibración No. FR-GC-38 1280-001	0.00025	g	B, normal, K=2	2.57	9.73E-05	g	9.73E-03	9.46E-05
Pureza del ácido esteárico	98.7	%	Certificado del lote 0640885	1.3	%	B,rect K=raiz(3)	1.73	7.51E-01	%	7.60E-03	5.78E-05
5. INCERTIDUMBRE DEL LAS MEDICIONES REALIZADAS POR EL ANALISTA											2,17E-03
Reproducibilidad del estándar de grasas y aceites	11.66	mg/L	Datos de la Tabla 2. Precisión y exactitud de estándares. Anexo 1. Validación de método determinación de grasas y aceites	1.2132	mg/L	A,normal K=5	2.24	5.43E-01	mg/L	4.65E-02	2.17E-03
									$\Sigma$ Incertidumbre relativa	2.94E-03	
									Incertidumbre relativa combinada	0.054	
									Incertidumbre expandida K=2	0.108	
										<b>% de Incertidumbre expandida K=2</b>	<b>10.8%</b>

% Recuperación

TABLA IX  
DATOS RECUPERACIÓN GRASAS Y ACEITES- MÉTODO SM 5520B

Fecha	Patrón (mg/L)	TEÓRICO (mg/L)	EXPERIMENTA L (mg/L)	% recuperación (80-120%)
oct-12	<b>5 ppm</b>	5.0	4.7	93%
		5.8	4.8	82%
5.2		6.1	118%	
5.4		19.2	356%	
oct-26		5.4	5.0	93%
		5.0	5.4	108%
oct-12	<b>10 ppm</b>	10.6	13.3	126%
		9.8	5.0	51%
oct-20		11.1	10.6	95%
		9.9	10.5	106%
oct-26		11.7	12.4	106%
		10.8	11.6	107%
oct-12	<b>500 ppm</b>	500.4	384.6	77%
		505.2	202.8	40%
oct-20		496.7	514.1	104%
		490.7	513.0	105%
oct-26		501.0	525.6	105%
		500.7	458.2	92%

## X. DISCUSIÓN

Se realizó el análisis de las muestras para los siguientes valores de concentración: 5 mg/L, 10 mg/L y 500 mg/L, para cada concentración se trabajaron seis muestras. Luego a los resultados se les realiza el tratamiento de datos por método de Grubbs para lo cual se usa un contraste a dos colas y se toma el valor teórico a un 95% de confianza y se realiza el rechazo de datos anómalos.

Al analizar la exactitud del método se encuentra que para cada concentración estudiada se está cumpliendo con el % requerido  $< 20\%$ ; sin embargo, se presentaron dos datos que superan este valor; para una concentración de 13.3 mg/L la exactitud hallada es 25.8% y para una concentración de 384.6 mg/L la exactitud fue 23.1%. estos datos se tendrán en cuenta ya que para una futura validación del método se verificará si la exactitud del método es  $< 20\%$  o puede ser superior.

En cuanto al criterio de precisión intermedia se planteó un  $\%CV < 15\%$  y un  $\%RPD < 20\%$  para lo cual se observa que el análisis realizado a las concentraciones de 10 ppm y 500 ppm se cumple con este valor.

Como objetivo de aceptación del método se dio un % de recuperación entre 80 y 120%, en la tabla IX se puede observar que se cumple con este criterio.

Se planteó como criterio de aceptación en cuanto a los coeficientes de variación (CV) en condiciones de repetibilidad y reproducibilidad sean menor que el 15%, lo cual se cumplió en todos los rangos de concentración trabajados.

La incertidumbre calculada del método dio un valor de 10.8%; se puede observar que el criterio que más aporta a la incertidumbre corresponde a la contribución de las mediciones por parte del analista; esto debe tenerse en cuenta ya que una mejora en la capacidad de análisis puede contribuir en la disminución de la incertidumbre del método.

El límite de detección del método es un parámetro muy importante ya que al conocerlo podemos saber cuál es la cantidad del analito de interés que trae el agua para los análisis. También a partir de este dato se determina el límite de cuantificación teórico del método. En la tabla IV se muestran los resultados obtenidos para la determinación del límite de detección; estos valores

oscilan entre 0.3 y 3.5 mg/L, presentándose diferentes concentraciones de grasas y aceites; sin embargo, estos datos no necesariamente indican que el agua de análisis trae toda esa cantidad de grasas; estos valores pueden deberse también a una contribución de grasa correspondiente al manejo de vidriería y a la manipulación por parte del analista.

Para determinar el límite de cuantificación del método se analizaron seis patrones de 5 ppm de grasas y aceites. En los resultados mostrados en la tabla V se puede observar un dato erróneo ya que presenta una recuperación demasiado alta 356%; este resultado puede deberse a errores por parte del analista durante la ejecución del experimento y pesaje del balón; por tal motivo se aplica método de rechazo de datos de grubbs para confirmar si es correcto descartar este resultado. A partir de los demás resultados se calcula el porcentaje de recuperación en donde se cumple que todos se encuentra entre 80% y 120% y el valor para el %RSD < 11 cumple lo requerido para el método.

En la tabla VI se presentan los resultados obtenidos durante las pruebas realizadas para determinar la precisión intermedia del método. Si bien se observa que hay dos datos por fuera de los resultados esperados para los rangos de concentración de grasas y aceites analizados 5.0 mg/L para el patrón de 10 ppm y 202.8 mg/L para el patrón de 500 ppm, a estos datos se les aplica test de grubbs y pueden ser rechazados con un 95% de confiabilidad. Luego con los demás datos se procede a calcular el %RPD el cual compara el resultado obtenido por duplicado; se observa que estos valores son satisfactorios ya que se encuentran por debajo del 20% requerido por el método. También se observa que el coeficiente de variación CV para cada rango de concentración es bastante aceptable puesto que para los patrones de 10 ppm es inferior al 14% y para las muestras de 500 ppm es inferior al 10%.

La exactitud del método fue determinada a partir del cálculo del error respecto al valor teórico para cada prueba. En la tabla VII se observa que el porcentaje de recuperación está por debajo de 20%, este valor es un buen indicio para concluir que el método es exacto. Sin embargo, se debe mencionar que, si bien hay dos resultados por encima del 20%, es posible verificar en futuras pruebas si el valor para la exactitud del método puede cambiar.

En la tabla VIII se muestran las fuentes de incertidumbre más representativas en la determinación de grasas y aceites. Se distinguen dos métodos principales para cuantificar las fuentes de incertidumbre: el método de evaluación Tipo A basado en un análisis estadístico de una serie de mediciones y el tipo B se refiere a información externa u obtenida por experiencia como certificados de calibración, manuales de instrumento de medición, normas, valores de mediciones anteriores, etc. Adicionalmente se debe tener en cuenta si la incertidumbre es distribución normal, rectangular o triangular y con base a ello se determina el factor K [21]. En los resultados se observa que la mayor contribución a la incertidumbre del método está asociada a las mediciones realizadas por el analista, la preparación del estándar de grasas y aceites y la medición del volumen de muestra mientras que las demás fuentes de incertidumbre tienen una contribución menor. El cálculo de la incertidumbre se realiza teniendo en cuenta la suma de todas estas contribuciones y el factor de cobertura  $K = 2$  que corresponde a un nivel de confianza del 95% donde se obtiene la incertidumbre para el método de 10.8%.

La recuperación del método mostrada en la tabla IX se encuentra entre el 80% y 120%, estos resultados son satisfactorios para cada uno de los rangos de concentración analizados, lo cual es un buen indicio de que el método es aceptable para la determinación de la variable grasas y aceites en las muestras de agua que ingresan al laboratorio.

## XI. CONCLUSIONES

Luego de las pruebas realizadas al método para determinar grasas y aceites SM 5520B Extracción líquido – líquido partición gravimétrica se pudo determinar que el límite de cuantificación es 5 mg/L; adicionalmente se encontró que la incertidumbre es de 10.8% y que el método es satisfactorio en variables de desempeño como exactitud y precisión.

El método SM 5520B Extracción líquido – líquido partición gravimétrica puede ser utilizado para muestras de agua que no contengan muchas suciedades, sólidos suspendidos o emulsiones, dado que estos pueden ocasionar taponamiento en la llave de teflón del embudo de separación.

Se pudo evidenciar que, una vez terminado el proceso de agitación del embudo, se debe dejar en reposo un tiempo de 10 minutos lo cual garantiza una buena separación entre las fases.

Al realizar la comparación del método actual Extracción Soxhlet SM 5520D y el método objeto del presente estudio (Extracción líquido – líquido SM 5520B) se pudo encontrar algunas ventajas. En primer lugar, se tiene un menor consumo de solvente *n*-hexano dado que para la extracción Soxhlet por muestra se requiere 150 mL mientras que para el método líquido – líquido se utilizan 110 mL.

Otra ventaja que presenta este método es que el tiempo requerido para procesar cada muestra es menor, esto dado que en el método Soxhlet se requiere un tiempo para filtrado de muestras que generalmente tarda entre 5 y 10 minutos, pero si la muestra presenta demasiada suciedad este tiempo puede incrementarse aproximadamente a una hora; adicionalmente, el tiempo requerido para garantizar los ciclos del método Soxhlet requieren un tiempo de 5 horas, mientras que por el método de extracción líquido – líquido el proceso requiere un tiempo menor para la extracción equivalente a dos minutos de agitación de la muestra, la separación de fases de diez minutos y recolección del solvente con la grasa aproximadamente cinco minutos. Teniendo en cuenta que cada muestra requiere tres (3) extracciones; el tiempo usado para cada una es de 51 minutos.

Es importante tener en cuenta que, de acuerdo con la disponibilidad de embudos de separación de 2 L, es posible trabajar entre 4 y 5 muestras simultáneamente lo que agiliza el proceso.

Finalmente, una ventaja adicional que podría darse al implementar el método SM 5520B extracción líquido – líquido partición gravimétrica tiene que ver con un beneficio económico para los clientes, ya que, al requerirse menor tiempo para el procesamiento de las muestras y un menor consumo de solvente n-hexano; método Soxhlet por muestra 150 mL y método Extracción líquido líquido por muestra 110 mL; esto se puede reflejar en una disminución del costo para este análisis.

El objetivo general planteado para la práctica en la empresa HidroQuímica Laboratorio Ambiental S.A.S consistió en la estandarización de un método alternativo que permitiera aumentar la capacidad de análisis en la variable grasas y/o aceites. Para cumplir este objetivo se siguió paso a paso la metodología de trabajo. Y se pudo determinar que el método seleccionado SM 5520 B Extracción líquido líquido Partición Gravimétrica, es aceptable para ser implementado dentro de la empresa ya que conlleva un menor consumo de solvente y el tiempo requerido para análisis de muestras es menor respecto método usado actualmente SM 5520 D Extracción Soxhlet, lo cual permitirá agilizar el proceso de análisis de muestras.

En cuanto a los objetivos específicos estaba planteada la búsqueda de información referente a todos los métodos usados actualmente y equipos disponibles en el mercado que fueran susceptibles de acreditación ante el IDEAM; este objetivo se cumplió ya que se encontró información referente a equipos y técnicas actualmente avaladas por el IDEAM como el método SM 5520C Partición infrarroja, pero también se halló información de equipos que si bien aún no cuentan con acreditación es posible que en el futuro puedan ser susceptibles de ser normalizados.

El objetivo planteado para verificación del desempeño del método presenta resultados satisfactorios ya que al realizar la estandarización del método este cumple con parámetros de desempeño tales como: exactitud, precisión, recuperación, límite de cuantificación (LQM) e incertidumbre.

En cuanto a la hipótesis planteada se concluye que es aceptada, dado que se demuestra que el método SM 5520 B Extracción líquido líquido Partición Gravimétrica va a permitir agilizar el proceso de análisis de muestras en el laboratorio y adicionalmente, los valores para la hipótesis estadística (% porcentaje de recuperación entre 80 y 120) y el límite de cuantificación 5 mg/L como hipótesis alternativa demostraron.

## XII. RECOMENDACIONES

Para garantizar la obtención de resultados analíticos con alto grado de precisión y exactitud se recomienda realizar todas las pruebas siguiendo estrictamente los pasos y el tiempo requeridos por el método.

Con el fin de garantizar la calidad de los resultados entregados se recomienda efectuar de manera constante las siguientes actividades:

- Capacitación del personal encargado de la realización del proceso.
- Control de condiciones ambientales.
- Calibración de equipos e instrumentos usados en el laboratorio.
- Verificación periódica de material volumétrico

Continuar con la búsqueda de otros métodos alternos que permitan cuantificar grasas y aceites. Dichas metodologías deberán proporcionar análisis rápidos y mayores niveles de sensibilidad en comparación con el método actual usado en la empresa y el método objeto del presente trabajo.

También realizar la búsqueda de nuevas tecnologías para medición de grasas y aceites y garantizar que estos sean validados por una norma técnica

En el método partición gravimétrica extracción líquido líquido el solvente usado es *n*-hexano, se recomienda realizar la recuperación de este solvente con el fin de disminuir costos del proceso y adicionalmente minimizar la emisión de estos vapores a la atmósfera.

Realizar control de calidad al método analítico de acuerdo con lo establecido por el sistema de acreditación vigente norma NTC-ISO/IEC 17025.

Se sugiere un lavado exhaustivo de la vidriería haciendo uso de jabón desengrasante, lo cual garantizará que se eliminen trazas de grasa que pueden ocasionar contaminación cruzada en los ensayos para las muestras.

Se sugiere que, al momento de realizar el pesaje final del balón con las grasas, este haya permanecido un mínimo de 24 horas en el desecador, esto con el fin de garantizar el cumplimiento del criterio del método el cual indica que el peso constante se logra cuando la diferencia entre dos pesos consecutivos no es mayor a 0.0005 g.

El uso de este método es recomendado para muestras que contengan contenido de grasas menor a 500 ppm ya que durante el proceso de filtrado se puede producir taponamiento del filtro si la concentración de grasas es muy elevada.

Se recomienda transferir la muestra de agua con las grasas desde su recipiente original directamente al embudo separador, con el fin de evitar que se pierdan algunas trazas de grasa por el uso de algunos elementos auxiliares tales como embudos, beakers, etc.

Se debe tener en cuenta que, si la muestra contiene altas concentraciones de grasas y/o aceites, se debe agitar con mayor fuerza y adicionalmente verificar que en las paredes del embudo no hayan pegados residuos de la muestra.

## REFERENCIAS

- [1] “HidroQuímica Laboratorio Ambiental S.A.S,” 2018. <https://hidroquimicalaboratorio.com/> (accessed Jun. 17, 2021).
- [2] M. I. Toapanta Vera and J. V. Chang Gómez, “CALIDAD DEL AGUA: GRASAS Y ACEITES.” 2009, [Online]. Available: <http://www.dspace.espol.edu.ec/handle/123456789/6161>.
- [3] E. W. Rice, R. D. Baird, and B. A. Eaton, *Standard Methods for the examination of water and wastewater*, 23 RD edit. 2017.
- [4] R. del P. Bojaca Barrero, “GRASAS Y ACEITES EN AGUA EXTRACCIÓN LIQUIDOLÍQUIDO Y GRAVIMETRÍA.” 2007.
- [5] J. N. Miller, “ESTADÍSTICA Y QUIMIOMETRÍA PARA QUÍMICA ANALÍTICA.” 2002.
- [6] NTC 2194, “Vocabulario de Términos Básicos y Generales en Metrología,” [Online]. Available: <https://cirene.udea.edu.co/basesdedatos/#/>.
- [7] C. A. Bravo Herrera, C. J. Osorno Sánchez, and E. Salgado Bervis, “PROPUESTA DE UN TRATAMIENTO PARA ACEITES Y GRASAS DE LAS AGUAS RESIDUALES DE LA MICROEMPRESA ‘PRODUCTOS VERDES’ LABORATORIO DE BIOTECNOLOGÍA UNAN-MANAGUA,” Universidad Nacional Autónoma de Nicaragua, 2016.
- [8] S. J. Molina Guevara, “ESTANDARIZACIÓN DE MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA LA DETERMINACIÓN DE NITRATOS, NITRITOS, COMPUESTOS FENÓLICOS Y ACEITES Y GRASAS UTILIZADOS COMO INDICADORES DE CONTAMINACIÓN EN AGUAS NATURALES Y RESIDUALES INDUSTRIALES,” Universidad Industrial de Santander, 2010.
- [9] Norma Técnica Colombiana NTC 3362, “Calidad del agua. Determinación de aceites, grasas y sustancias solubles en solventes orgánicos,” 2011. <https://aplicacionesbiblioteca.udea.edu.co:3859/pdfview/viewer.aspx?locale=es-ES&Q=1AC13EDB6FABE490620568F8478C81AE2B1DA961E0A07526&Req=>.
- [10] Ministerio de Salud, “Guía de validación de métodos analíticos,” *Regist. Prod. interés Sanit.*, pp. 1–18, 2005, [Online]. Available: <http://www.ministeriodesalud.go.cr/index.php/tramites-ms/registro-de-productos-de-interes-sanitario/medicamentos-1/documentos-de-interes-3/guias-de-registro->

- medicamentos/2472-guia-de-validacion-de-metodos-analiticos/file.
- [11] “Procedimiento para el manejo y control de calidad de muestras,” 2021.
- [12] M. y E. A.-I. Instituto de Hidrología, “LISTADO LABS ACREDITADOS IDEAM.” 2021.
- [13] L. A. Reisancho Reisancho, “GRASAS Y ACEITES EN AGUA EXTRACCIÓN LIQUIDOLÍQUIDO Y GRAVIMETRÍA.” 2009.
- [14] A. P. Caldas Avila, “OPTIMIZACIÓN, ESCALAMIENTO Y DISEÑO DE UNA PLANTA PILOTO DE EXTRACCIÓN SÓLIDO LÍQUIDO.” 2012.
- [15] BUCHI, “No Title.” [https://www.buchi.com/es/productos/instrumentos/fatextractor-e-500?utm\\_gclid=CjwKCAjwoP6LBhBIEiwAvCcthMoMHjpTpqQ-ypKdXnZFRpSa1GMVvwPruypz-Az2JaZtJg-jF5j11xoCJYYQAvD\\_BwE&utm\\_source=google&utm\\_medium=cpc&utm\\_campaign=s-asm4-es-009-extraction-d&utm\\_campaignI](https://www.buchi.com/es/productos/instrumentos/fatextractor-e-500?utm_gclid=CjwKCAjwoP6LBhBIEiwAvCcthMoMHjpTpqQ-ypKdXnZFRpSa1GMVvwPruypz-Az2JaZtJg-jF5j11xoCJYYQAvD_BwE&utm_source=google&utm_medium=cpc&utm_campaign=s-asm4-es-009-extraction-d&utm_campaignI) (accessed Jul. 03, 2021).
- [16] KASALAB, “No Title,” *DETERMINACION DE GRASAS EN EL LABORATORIO: COMPARACION DE LA METODOLOGIA GOLDFISH Y SOXHLET, CUAL ES MEJOR?*, 2017. <https://www.kasalab.com/beneficios-y-ventajas-de-los-equipos-determinadores-de-grasa/> (accessed Jul. 03, 2021).
- [17] “No Title.” [https://www.thermofisher.com/co/en/home/industrial/spectroscopy-elemental-isotope-analysis/molecular-spectroscopy/fourier-transform-infrared-ftir-spectroscopy/ftir-instruments/ftir-spectrometers/nicolet-summit-ftir-spectrometer.html?icid=MSD\\_SPEC\\_IR\\_AppNo](https://www.thermofisher.com/co/en/home/industrial/spectroscopy-elemental-isotope-analysis/molecular-spectroscopy/fourier-transform-infrared-ftir-spectroscopy/ftir-instruments/ftir-spectrometers/nicolet-summit-ftir-spectrometer.html?icid=MSD_SPEC_IR_AppNo).
- [18] kasalab, “No Title,” *Determinador de grasa 8 puestos con pantalla touch screen y rampas de calentamiento*. <https://www.kasalab.com/producto/determinador-de-grasa-8-puestos-con-pantalla-touch-screen-y-rampas-de-calentamiento/> (accessed Aug. 09, 2021).
- [19] M. Garry and R. Rubinovitz, “Measuring oil and grease in water-solvent free (ASTM D7575).” 2019.
- [20] J. N. Miller and J. C. Miller, *Estadística y Quimiometría para Química Analítica*, 4th ed. 2002.
- [21] Wolfgang A. Schmid and Ruben J. Lazos Martínez, *Guía para estimar la incertidumbre de la medición*. 2004.

## ANEXOS

## Anexo 1

## Cálculos experimento 1

TABLA X  
DATOS OBTENIDOS EXPERIMENTO 1

Muestra	Volumen (mL)	Peso balón limpio (mg)	Peso balón + grasa (mg)	Diferencia de pesos
Patrón 1	845	130.8728	130.9589	0.0861
Patrón 2	830	100.3550	100.4434	0.0884
21080506-D1	840	116.4906	133.4275	16.9369
21080506-D2	850	123.1865	141.1507	17.9642

Cálculo de resultados del contenido de grasas y aceites en muestras patrón

## Muestra patrón 1

$$\frac{0.0861g}{845ml} * \frac{1000ml}{1L} * \frac{1000mg}{1g} = 101.8935 \frac{mg}{L}$$

## Muestra patrón 2

$$\frac{0.0884g}{830ml} * \frac{1000ml}{1L} * \frac{1000mg}{1g} = 106.5060 \frac{mg}{L}$$

Determinación de contenido de grasas y aceites en la muestra cuya concentración es desconocida. Esta muestra se trabajó por duplicado y a cada una de ellas se adicionó 20 mL de aceite de cocina. Con el fin de determinar el contenido de grasa adicionada se utilizó una pipeta volumétrica de 5 mL y en la balanza analítica se pesó para determinar la densidad.

Densidad del aceite. Para determinar la densidad del aceite de cocina se utiliza la ecuación 12

$$\rho = \frac{m}{v} \quad \text{Ecuación (12)}$$

Donde:

$\rho$ : densidad (g/mL)

$m$ : masa (g)

$v$ : volumen (mL)

$$\frac{4.0815g}{5mL} = 0.8163 \frac{g}{mL}$$

Cantidad de aceite adicionado en gramos

$$m = \rho * v$$

$$0.8163 \frac{g}{mL} * 20 mL = 16.326g$$

Muestra 21080506-D1

$$\frac{16.326g}{840mL} * \frac{1000mL}{1L} * \frac{1000mg}{1g} = 19435.714 \frac{mg}{L}$$

Cálculo del contenido de grasa y aceite en muestras de agua de la empresa las cuales fueron adicionadas con aceite de cocina

$$\frac{16.937g}{840mL} * \frac{1000mL}{1L} * \frac{1000mg}{1g} = 20163.095 \frac{mg}{L}$$

Muestra 21080506-D2

$$\frac{16.326g}{850mL} * \frac{1000mL}{1L} * \frac{1000mg}{1g} = 19207.059 \frac{mg}{L}$$

Cálculo del contenido de grasa y aceite

$$\frac{17.9642g}{850mL} * \frac{1000mL}{1L} * \frac{1000mg}{1g} = 21134.353 \frac{mg}{L}$$

Anexo 2

## Cálculos experimento 2

TABLA XI  
DATOS OBTENIDOS EXPERIMENTO 2 GRASAS Y ACEITES

Muestra	Volumen (mL)	Peso balón limpio (mg)	Peso balón + grasa (mg)	Diferencia de pesos
Patrón 1	900	115.5458	115.5573	0.0115
Patrón 2	850	124.4811	124.4931	0.012
Patrón 3	830	120.1324	120.1376	0.00052
Patrón 4	900	128.3810	128.3869	0.0059

Cálculo de resultados del contenido de grasas y aceites en muestras patrón.

Muestras patrón 1

$$\frac{0.0052g}{830mL} * \frac{1000mL}{1L} * \frac{1000mg}{1g} = 6.27 \frac{mg}{L}$$

Muestra patrón 2

$$\frac{0.0059g}{900mL} * \frac{1000mL}{1L} * \frac{1000mg}{1g} = 6.56 \frac{mg}{L}$$

Muestra patrón 3

$$\frac{0.012g}{850mL} * \frac{1000mL}{1L} * \frac{1000mg}{1g} = 14.12 \frac{mg}{L}$$

Muestra patrón 4

$$\frac{0.0115g}{900mL} * \frac{1000mL}{1L} * \frac{1000mg}{1g} = 12.78 \frac{mg}{L}$$

## Anexo 3

A continuación, se presentan todos los datos obtenidos durante la elaboración de los experimentos para determinar la precisión, exactitud, límite de detección, límite de cuantificación e incertidumbre del método.

TABLA XII  
DATOS OBTENIDOS PARA LA DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS DE DESEMPEÑO DEL MÉTODO

<b>Fecha</b>	<b>Patrón (mg/L)</b>	<b>Peso inicial (g)</b>	<b>Peso final (g)</b>	<b>Volumen (L)</b>
oct-12	5 ppm	124.6977	124.7019	0.9
		116.4867	116.491	0.9
oct-20		116.4874	116.4923	0.8
		115.5497	115.5651	0.8
oct-26		102.1291	102.1331	0.8
		105.4336	105.4379	0.8
oct-12	10 ppm	116.4869	116.4989	0.9
		116.833	116.837	0.8
oct-20		126.1387	126.1486	0.8
		123.1873	123.1957	0.8
oct-26		121.612	121.6215	0.9
		129.102	129.1124	0.9
oct-12	500 ppm	102.0085	102.3162	0.8
		105.4339	105.6164	0.9
oct-20		105.4305	105.8418	0.8
		119.687	120.0974	0.8
oct-26		116.5778	116.9983	0.8
		119.6849	120.0973	0.9