



Evaluación de alternativas de mejora para la determinación de grasas y aceites en aguas residuales con el método de extracción Soxhlet SM 5520 D utilizando *n*-hexano como solvente

Manuela Salgado Betin

Informe final semestre de industria como requisito parcial para optar al título de:

Ingeniera Química

Asesora Interna:

Aída Luz Villa Holguín

Ingeniera Química

Asesora Externa:

Mónica Patricia Muñoz Galvis

Ingeniera Química

Universidad de Antioquia

Facultad de Ingeniería

Departamento de Ingeniería Química

Medellín, Colombia

2022

Cita	Salgado Betin [1]
Referencia Estilo IEEE (2020)	[1] M. Salgado Betin, "Evaluación de alternativas de mejora para la determinación de grasas y aceites en aguas residuales con el método de extracción Soxhlet SM 5520 D utilizando <i>n</i> -hexano como solvente", Trabajo de grado profesional, Ingeniería Química, Universidad de Antioquia, Medellín, Antioquia, Colombia, 2022.



Biblioteca Carlos Gaviria Díaz

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

Universidad de Antioquia - www.udea.edu.co

Rector: Jhon Jairo Arboleda Céspedes.

Decano: Jesús Francisco Vargas Bonilla.

Jefe 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	8
ABSTRACT	9
1.INTRODUCCION.....	10
2.OBJETIVOS	12
2.1 Objetivo general.....	12
2.2 Objetivos específicos	12
3. MARCO TEÓRICO	13
4.METODOLOGÍA.....	16
4.1Caracterización de las muestras susceptibles de ser analizadas bajo el método SM 5520 D extracción Soxhlet, para la determinación de la concentración de grasas y aceites en matriz agua.	16
4.2 Rango de concentración de grasas y aceites para los diferentes tipos de muestras	18
4.3 Relación entre la concentración de sólidos suspendidos totales y la concentración de grasas y aceites.....	20
4.3.1 Concentración de SST en agua residual doméstica (ARD)	21
4.3.2 Concentración de SST en agua residual no doméstica (ARnD)	22
4.3.3 Concentración de SST en agua cruda	22
4.4 Caracterización del proceso de filtración en la determinación de la concentración de grasas y aceites por el método extracción de soxhlet SM 5520 D.....	23
4.4.1 Listado de limitaciones del proceso de filtración	23
4.4.2 Procedimiento del proceso de filtración	23
4.4.3 Procedimiento de extracción.....	24
4.4.4 Recuperación de solvente	24
4.5 Alternativas para la filtración de muestras, en la determinación de la concentración de grasas y aceites en muestras de agua, bajo el método de ensayo SM 5520 D	25
4.5.1 Implementación de una válvula de aguja, al sistema de filtrado	25
4.5.2 Sistema de filtrado múltiple.....	28
4.6 Alternativas para el procedimiento de extracción, en la determinación de la concentración de grasas y aceites en muestras de agua, bajo el método de ensayo SM 5520 D.....	30

4.6.1 Extractor de disolvente VELP SER 158 [21]	30
4.7 Sistema de refrigeración del equipo extractor implementado en el laboratorio de HidroQuímica	31
4.8 Aumento de la capacidad de insumos para el procedimiento de obtención de grasas y aceites.....	32
4.9 Equipo para la recuperación del solvente, en la determinación de la concentración de grasas y aceites en muestras de agua.	33
4.10 Procedimiento de laboratorio para la obtención de la concentración de grasas y aceites en las muestras de agua.....	35
4.11 Tiempo de filtración en las muestras de agua.....	38
4.12 Evaluación de las alternativas propuestas para la obtención de la concentración de grasas y aceites.....	39
4.13 Determinación de muestras patrones estándar de grasas y aceites	40
4.14 Calibración equipo soxhlet	41
5. RESULTADOS Y ANÁLISIS	41
5.1 Proceso de filtración	41
5.2 Proceso de extracción	41
5.3 Recuperación de solvente	42
6. CONCLUSIONES.....	42
7. BIBLIOGRAFÍA	43
ANEXOS	45

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Distribución de muestras procesadas en HidroQuímica Laboratorio Ambiental para el año 2021	16
Tabla 2. Rango de concentración de grasas y aceites (mg/L) para Agua Residual Doméstica- ARD	18
Tabla 3. Rango de concentración de grasas y aceites (mg/L) para Agua Residual no Doméstica- ARnD	19
Tabla 4. Rango de concentración de grasas y aceites (mg/L) para aguas crudas	19
Tabla 5. Propuesta alternativa. Válvula de aguja	26
Tabla 6. Evaluación alternativa sistema de filtrado múltiple	29
Tabla 7. Evaluación de alternativa: Aumentar la capacidad de la vidriería	32
Tabla 8. Muestras patrones estándar de grasas y aceites	40
Tabla 9. Posiciones de la perilla en el equipo soxhlet	41

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Distribución de métodos para la cuantificación de la concentración de grasas y aceites, acreditados ante IDEAM en 104 laboratorios de aguas en Colombia [4].	11
Figura 2. Comportamiento de la utilización de los diferentes métodos para la extracción de grasas y aceites en los laboratorios acreditados [4].	12
Figura 3. Filtración al vacío.	14
Figura 4. Distribución de cantidad de muestras por matriz ingresadas en el año 2021	17
Figura 5. Rango de concentración de grasas y aceites en ARD	18
Figura 6. Rango de concentración de grasas y aceites en ARnD	19
Figura 7. Rango de concentración de grasas y aceites en aguas crudas	20
Figura 8. Concentración de SST en aguas residuales domésticas (mg/L)	21
Figura 9. Concentración de SST en aguas residuales no domésticas (mg/L)	22
Figura 10. Concentración de SST en agua cruda (mg/L)	22
Figura 11. Válvula de aguja.	25
Figura 12. Sistema de filtración múltiple	28
Figura 13. Extractor de disolvente VELP SER 158	30
Figura 14. Rotaevaporador	33
Figura 15. Demarcación de muestras de agua	35
Figura 16. Preparación de embudo büchner	36
Figura 17. Filtración de la muestra al vacío	36
Figura 18. Dedal de extracción.	37
Figura 19. Proceso de secado previo	37
Figura 20. Equipo de extracción soxhlet	37
Figura 21. Recuperación de solvente n- hexano.	38
Figura 22. Concentración SST vs tiempo de filtración	39

SIGLAS, ACRÓNIMOS Y ABREVIATURAS

NTC	Norma Técnica Colombiana
SM	Standard Methods
IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales
PICCAP	Programa Interlaboratorio para el Control de la Calidad de Agua Potable
ARD	Agua residual domestica
ARnD	Agua residual no domestica

RESUMEN

En el presente estudio se identificaron alternativas de mejora en el método para determinar la concentración de grasas y aceites en muestras de aguas crudas, residuales domésticas, y domésticas no residuales, con el fin de cubrir la demanda de muestras ingresadas al laboratorio HidroQuímica Laboratorio Ambiental S.A.S. y verificar la confiabilidad de los resultados del método extracción soxhlet SM 5520 D, acreditado ante el Instituto de Hidrología, meteorología y estudios ambientales- IDEAM, según la norma técnica NTC-ISO/IEC 17025 “Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibración”. El procedimiento para la obtención de la concentración de grasas y aceites bajo el método mencionado consta de tres etapas fundamentales: filtración de la muestra, extracción de las grasas y/o aceites contenidos en la muestra y recuperación de solvente. Durante el desarrollo de este trabajo se realizó un análisis en cada etapa del proceso, identificando las siguientes opciones de mejoras al proceso: el acondicionamiento de una válvula de aguja con sus accesorios al sistema de filtración, para agilizar el proceso de filtración de las muestras, y la adquisición de un equipo rotaevaporador para la recuperación del solvente *n*-hexano. Como recomendación al proceso se sugiere la adquisición de más balones extractores y un desecador, para así cubrir con la total demanda de muestras que presenta la empresa para el proceso de obtención de la concentración de grasas y aceites.

Palabras clave: *Grasas y aceites, extracción soxhlet, agua residual doméstica, agua residual no domestica*

ABSTRACT

In the present study, improvement alternatives were identified in the method to determine the concentration of fats and oils in raw water samples, domestic wastewater, and domestic non-wastewater, in order to meet the demand of samples submitted to the laboratory HidroQuímica Laboratorio Ambiental S. A.S. and verify the reliability of the results of the soxhlet extraction method SM 5520 D, accredited by the Institute of Hydrology, Meteorology and Environmental Studies- IDEAM, according to the technical standard NTC-ISO/IEC 17025 "General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories". The procedure to obtain the concentration of fats and oils under the mentioned method consists of three fundamental stages: sample filtration, extraction of the fats and/or oils contained in the sample and solvent recovery. During the development of this work, an analysis of each stage of the process was carried out, identifying the following options for improving the process: the fitting of a needle valve with its accessories to the filtration system, to speed up the sample filtration process, and the acquisition of a rotary evaporator for the recovery of the n-hexane solvent. As a recommendation to the process, it is suggested the acquisition of more extractor balloons and a desiccator, in order to cover the total demand of samples that the company presents for the process of obtaining the concentration of fats and oils.

Keywords: Fats and oils, soxhlet extraction, domestic wastewater, non-domestic wastewater.

1.INTRODUCCION

La empresa HidroQuímica Laboratorio Ambiental S.A.S. se dedica al análisis de matrices ambientales, consultoría ambiental, formación y auditoría interna de calidad, está validada y acreditada ante IDEAM según la norma NTC-ISO/IEC 17025 y participa en el Programa Interlaboratorio para el Control de la Calidad de Agua Potable PICCAP, dando cumplimiento a los requerimientos de las autoridades ambientales y del Ministerio de Salud y Protección Social [1].

Dentro de las variables fisicoquímicos acreditadas ante el IDEAM por la empresa se encuentra el proceso de determinación de la concentración de grasas y aceites en las muestras de agua superficiales y residuales utilizando el método de extracción Soxhlet SM 5520 D. El método consiste principalmente en filtrar un tipo de muestra que previamente ha sido acidificada hasta un pH <2, con el fin de romper las emulsiones e hidrolizar los jabones y detergentes, los cuales pierden su componente polar y revierten a una estructura hidrocarbonada que es incluida en la determinación. Posteriormente, se procede a preparar el lecho filtrante, tomando un disco de muselina y sobre esta un papel de filtro cuantitativo, ambos son adheridos al fondo de un embudo büchner humedeciéndolo y presionando las orillas del papel con un agitador de vidrio limpio, se aplica vacío y se filtra 100 mL de suspensión de ayuda (tierra de diatomácea) y se lava con abundante (100 mL) agua destilada. La filtración se suspende hasta cuando no pase más solución, inmediatamente se empieza la filtración de la muestra, al terminar este proceso, el papel filtro que contiene la muestra pasa por un proceso de secado y luego es pasada por el proceso de extracción en el equipo de soxhlet a una velocidad aproximada de 20 ciclos/h durante cuatro horas. Al finalizar el tiempo de extracción, se recupera el solvente, y se enfría el balón de extracción en el desecador hasta peso constante [2].

Durante el procedimiento experimental para la determinación de grasas y aceites con el método de extracción Soxhlet utilizando *n*-hexano como solvente, se han identificado varias necesidades de mejora que involucran principalmente las tres fases del proceso: filtración, extracción y recuperación del solvente. Es así como se plantea entonces la idea de buscar alternativas para mejorar el proceso de determinación de la concentración de grasas y aceites. En un principio, se busca realizar una caracterización de las muestras de agua, realizar un listado de las limitaciones que presenta el proceso de filtrado, clasificación de las muestras, investigación de posibles equipos en el mercado que permitan mayor eficiencia en el proceso, tomar tiempos de demora en los procesos de filtración, determinar un procedimiento que permita la recuperación del solvente en un menor tiempo posible y finalmente realizar un presupuesto que permita evidenciar la mejor alternativa para el laboratorio.

De conformidad con el parágrafo 2 del Artículo 2.2.8.9.1.5 del Decreto 1076 de 2015 “*Decreto Único Reglamentario del Sector Ambiente y Desarrollo Sostenible*” el

IDEAM acredita a los laboratorios que produzcan información cuantitativa, física, química y biótica para los estudios o análisis ambientales requeridos por las autoridades ambientales, y los demás que produzcan información de carácter oficial, relacionada con la calidad del medio ambiente y de los recursos naturales renovables [3].

La guía Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23 rd Edition (2017), en el capítulo 5520 “Oil and Grease”, propone cuatro métodos para la cuantificación de la concentración de grasas y aceites en muestras líquidas: el método partición líquido/líquido- gravimétrico (SM 5520B), el método de partición-infrarrojo (SM 5520C), el método extracción soxhlet (SM 5520D) y el método de partición-gravedad en fase sólida (SM 5520G).

En Colombia actualmente existen 104 laboratorios de análisis de aguas acreditados por IDEAM bajo la norma técnica colombiana NTC-ISO/IEC 17025 “Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibración”. En la figura 1 se muestra la distribución en porcentaje de los métodos para la cuantificación de la concentración de grasas y aceites que tienen acreditados ante IDEAM los diferentes laboratorios de aguas en Colombia [4].

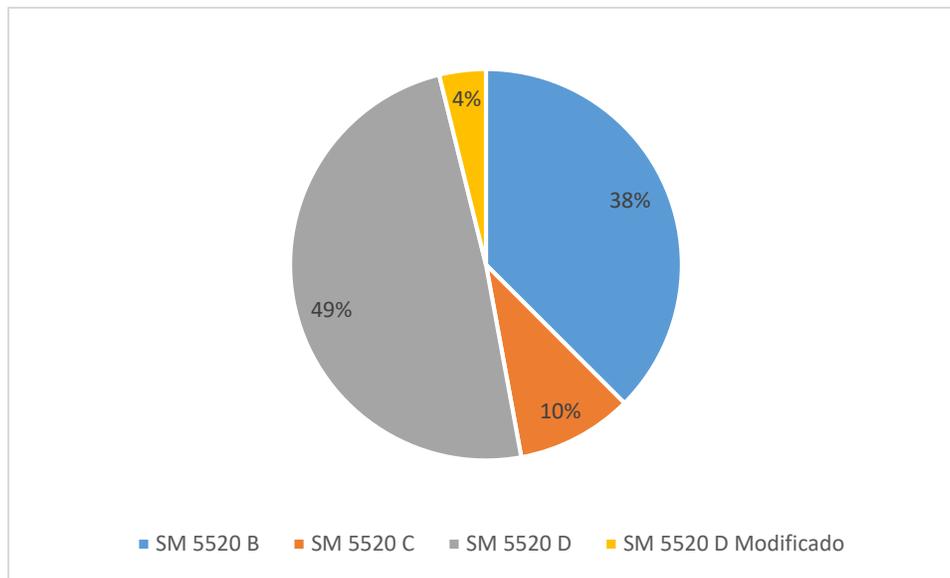


Figura 1. Distribución de métodos para la cuantificación de la concentración de grasas y aceites, acreditados ante IDEAM en 104 laboratorios de aguas en Colombia [4].

HidroQuímica Laboratorio Ambiental S.A.S, se encuentra actualmente ubicado en el 49% de los laboratorios acreditados por IDEAM, en Colombia, ante el método extracción soxhlet (SM 5520 D), siendo este el mayor porcentaje en cuanto al método más utilizado, seguido del método extracción líquido/ líquido SM 5520 B, que se utiliza en un 38% de los laboratorios acreditados. Este método suele ser implementado, cuando las concentraciones

de grasas y aceites son relativamente bajas, además que la separación se da un tiempo más reducido en comparación con la extracción soxhlet.

Se realizó una proyección que determina el comportamiento de la utilización de los diferentes métodos de extracción de grasas y aceites en los laboratorios acreditados, figura 2. Para esto se utilizó la base de datos, disponible desde la página web de la IDEAM [4], teniendo en cuenta el año 2021 con 104 empresas y para el año 2016, con 93 empresas [5].

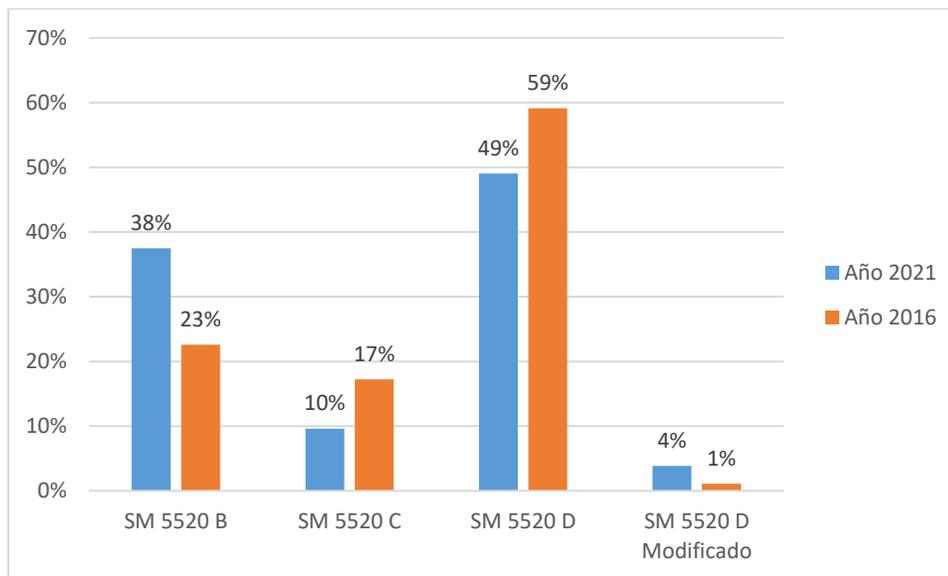


Figura 2. Comportamiento de la utilización de los diferentes métodos para la extracción de grasas y aceites en los laboratorios acreditados [4].

El método de extracción más utilizado durante los últimos 5 años es la extracción soxhlet SM 5520 D, aunque ha tenido una baja preferencia desde el año 2016, casi en la misma proporción con la que ha venido creciendo la preferencia por el método SM 5520 B “Partición líquido/líquido método gravimétrico”.

2.OBJETIVOS

2.1 Objetivo general

Evaluar alternativas técnicas que permitan mejorar el proceso de determinación de grasas y aceites por extracción soxhlet SM 5520 D utilizando *n*-hexano como solvente.

2.2 Objetivos específicos

- Caracterizar las muestras de agua que serán analizadas a través del método SM 5520 D extracción soxhlet utilizando *n*-hexano como solvente.
- Identificar técnica y económicamente las mejoras al proceso de determinar grasas y aceites por extracción soxhlet con el fin de lograr mayor eficiencia en el tiempo del ensayo y cubrir la demanda.
- Esquematizar y documentar el proceso de determinación de grasas y aceites por método de extracción soxhlet con *n*-hexano como solvente, preparando los insumos, reactivos y

elementos de laboratorio requeridos para llevar a cabo el ensayo de grasas de manera óptima y eficiente.

3. MARCO TEÓRICO

Las muestras de agua que son analizadas por el método soxhlet en el laboratorio se clasifican en tres matrices: agua cruda, agua residual doméstica (ARD) y agua residual no doméstica (ARnD). El agua cruda por definición es aquella que no ha recibido ningún tratamiento y que no ha sido aún introducida en la red distribución. Se encuentra en fuentes y reservas naturales tanto de aguas superficiales (ríos, lagos, embalses, canales) como aguas subterráneas (pozos, manantiales, surgencias, entre otros) [6]. El agua residual doméstica son producto de la utilización del líquido en las diferentes actividades de un hogar, las cuales producen un nivel de contaminación al agua que puede manifestar la presencia de sólidos, desechos orgánicos, detergentes, jabones y grasas, lo que precisa de un proceso para su eliminación [7]. El agua residual no doméstica son las procedentes de las actividades industriales, comerciales o de servicios [8].

El método de extracción soxhlet para la determinación de grasas y aceites es aplicable para determinar lípidos biológicos, ya sea fracciones pesadas o relativamente polares del petróleo y cuando los niveles de grasas no volátiles pueden alterar el límite de solubilidad del solvente. El método es aplicable en aguas residuales o afluentes tratados que contengan estos materiales, aunque la complejidad de la muestra puede producir resultados desviados a causa de la falta de especificidad [2]. El soxhlet es un aparato de laboratorio diseñado para extraer sustancias de baja solubilidad en el disolvente de extracción, en el extractor soxhlet, la muestra se sumerge en un disolvente caliente que se extrae periódicamente, se destila y se devuelve a la muestra. Durante cada ciclo, una porción del compuesto no volátil se disuelve en el disolvente. Después de muchos ciclos el compuesto deseado se concentra en el matraz de destilación, el disolvente del matraz se evapora y se mide la masa del lípido restante [9].

El proceso de determinación de grasas y aceites comienza con el proceso de filtración de la muestra, la cual se realiza por un procedimiento al vacío, el cual es una técnica de separación de mezclas sólido-líquida. La mezcla se introduce en un embudo plano con el papel de filtro acoplado al fondo. Desde el fondo del embudo se aplica con una bomba un vacío que succiona la mezcla, quedando el sólido atrapado entre los poros del filtro, el resto de la mezcla atraviesa el filtro de 11 cm de diámetro cuantitativo (Whatman N.º 40 o equivalente) y queda depositada en el fondo del recipiente, esta técnica es más rápida que la filtración habitual por gravedad y está indicada cuando dichos procesos de filtración son muy lentos [10]. En la figura 3, se muestra un esquema del filtrado al vacío [11].

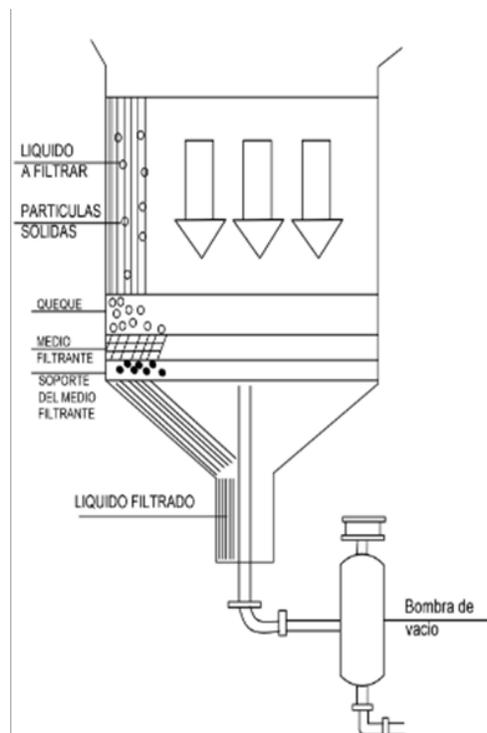


Figura 3. Filtración al vacío

El medio filtrante utilizado es la tierra diatomácea, también conocida como diatomita, CELITE® (marca registrada de Imerys Filtration Minerals Inc.), residuos de diatomeas o DE (por sus siglas en inglés), es una sustancia fina, cenagosa, parecida al suelo que se compone de criaturas marinas fosilizadas conocidas como diatomeas. Las capas de las diatomeas forman una roca sedimentaria conocida como diatomita. Esta roca se pulveriza con facilidad en un polvo suelto denominado tierra diatomácea. La tierra diatomácea se usa como medio filtrante en el proceso de filtración de muestras de aguas residuales, para la determinación de grasas y aceites en estas [11]. El empaquetamiento de las diatomeas pequeñas es irregular y crea una matriz compleja con una porosidad muy alta. Esto permite que el medio filtrante elimine partículas muy pequeñas y extienda la velocidad de flujo del material que se está filtrando. La alta capacidad de retención de sólidos de la tierra de diatomeas permite ciclos de filtrado mucho más largos (lo que permite eliminar más sólidos) de lo que sería posible con otros métodos de filtración [12].

La eficiencia del proceso de filtrado, es posible medirla por medio de la turbidez, la cual es la medida de la claridad del agua relacionada con el efecto que produce el material suspendido, al disminuir el paso de la luz a través de ella, esta puede ser medida justo antes y después de que la muestra pase por el sistema de filtrado y utilizando la ecuación (1).

$$\%Ef = \frac{V_i - V_f}{V_i} \times 100 \quad (1)$$

Donde:

%Ef representa la eficiencia del filtrado, V_i es el valor inicial de la propiedad y V_f es el valor final de la propiedad [13].

Por otra parte, es posible determinar la velocidad de filtración por medio de la teoría de Carman, la cual propone que la velocidad de filtración es directamente proporcional a la fuerza de impulso e inversamente proporcional a la resistencia total de filtración, la cual está dada por la resistencia del medio filtrante más la resistencia de la torta generada. La resistencia de la torta es proporcional a la cantidad de sólidos depositados por unidad de área, a la resistencia específica de la torta y a la viscosidad del fluido e inversa al área de filtración; la resistencia del medio filtrante es proporcional a su resistencia específica, a la viscosidad del fluido e inversamente proporcional al área de filtración.

La ecuación (2) corresponde a la ecuación de Carman en base a precipitado seco para sistemas a presión constante [14]:

$$\frac{dV}{d\theta} = \frac{\Delta P A^2}{\alpha \omega \mu + \beta \mu A} \quad (2)$$

Donde:

μ : viscosidad de filtrado

α : Resistencia específica de la torta

β : Resistencia específica del medio filtrante

A: Área de filtración

P: Presión de operación

ω : Peso de sólidos seco

Para que el sistema de filtración tenga un mejor aprovechamiento, existe una alternativa de implementar una válvula de aguja la cual son dispositivos con los que se puede iniciar, regular, o detener totalmente un fluido siendo los más comunes: agua, aire, aceite, o gas. Por medio de un eje cónico se obtura un orificio el cual mediante giros circulares que normalmente van en el mismo sentido de las manecillas del reloj para lograr un cierre parcial o total. Las válvulas de aguja son muy recomendadas en sistemas de alta presión que pueden oscilar desde los 1000 psi/70 bar hasta los 70.000 psi/4828 bar. En su constitución los ejes obturadores de este tipo de válvulas son de materiales de alta dureza, capaces de resistir un torque de giro y una resistencia al desgaste por fricción en el anillo obturador y de esta manera vencer la fuerza dinámica de los fluidos. Este modelo de válvula ofrece grandes ventajas en el cierre hermético en líneas hidráulicas de alta presión, lo que garantiza que no existan

filtraciones, goteos o desperdicio de fluidos a diferencia de otros tipos de válvulas que no lo pueden cumplir [15].

4.METODOLOGÍA

4.1 Caracterización de las muestras susceptibles de ser analizadas bajo el método SM 5520 D extracción Soxhlet, para la determinación de la concentración de grasas y aceites en matriz agua.

Se realizó un análisis previo entre las muestras de aguas crudas, residuales domésticas y residuales no domésticas que han ingresado al laboratorio durante el último año, estableciendo rangos de concentración para cada tipo de muestras con el fin de analizar cuáles de estas, presentan una mayor demanda en HidroQuímica, para el análisis de concentración de grasas y aceites en el laboratorio. En la tabla 1, se evidencia la distribución del ingreso de muestras durante el año 2021, según el tipo de matriz.

TABLA 1
DISTRIBUCIÓN DE MUESTRAS PROCESADAS EN HIDROQUÍMICA LABORATORIO AMBIENTAL
PARA EL AÑO 2021

Tipo de matriz	Cantidad de muestras procesadas en el año 2021	Porcentaje, %
Agua cruda	275	28
Agua residual doméstica	339	34
Agua residual no doméstica	375	38
Total, muestras procesadas	989	100

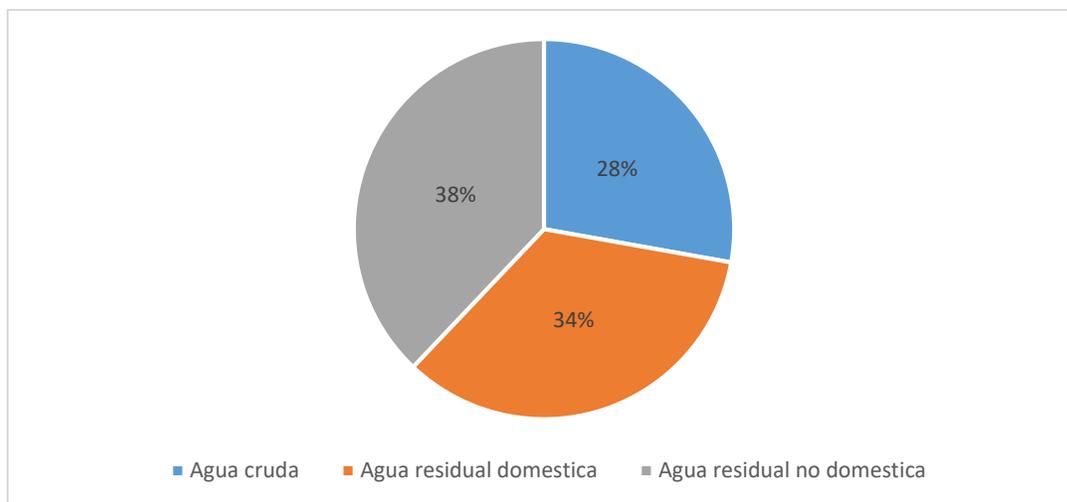


Figura 4. Distribución de cantidad de muestras por matriz ingresadas en el año 2021

Los tres tipos de matrices de agua presentan una participación similar en la distribución por porcentajes, lo que conlleva a especificar que, en el año 2021, para el proceso de obtención de la concentración de grasas y aceites en el laboratorio HidroQuímica, no hubo un tipo de muestra que especificara una mayor demanda; por el contrario, siempre hubo un flujo similar referente a los tres tipos de matrices.

Para cada tipo de matriz analizadas en el laboratorio, se estableció un rango de concentración de grasas y aceites, en mg/L, basados en la información referente a la base de datos de resultados de los ensayos del laboratorio. Lo anterior con el fin de determinar en cuál de estos rangos hubo una mayor demanda del análisis para la determinación de grasas y aceites bajo el método SM 5520 D. Los rangos fueron determinados teniendo en cuenta las concentraciones mínimas (límite de cuantificación del método) y máximas cuantificadas en las muestras. Se presenta a continuación un análisis estadístico de una sola variable que muestra los resultados.

4.2 Rango de concentración de grasas y aceites para los diferentes tipos de muestras

TABLA 2
RANGO DE CONCENTRACIÓN DE GRASAS Y ACEITES (MG/L) PARA AGUA RESIDUAL DOMÉSTICA- ARD

Descripción	Rango de concentración de grasas y aceites (mg/L)		
	Rango bajo	Rango medio	Rango alto
Agua residual doméstica	<10 – 100	100 – 1000	>1000
Cantidad de muestras	307	29	3
Porcentaje	90,56	8,55	0,88

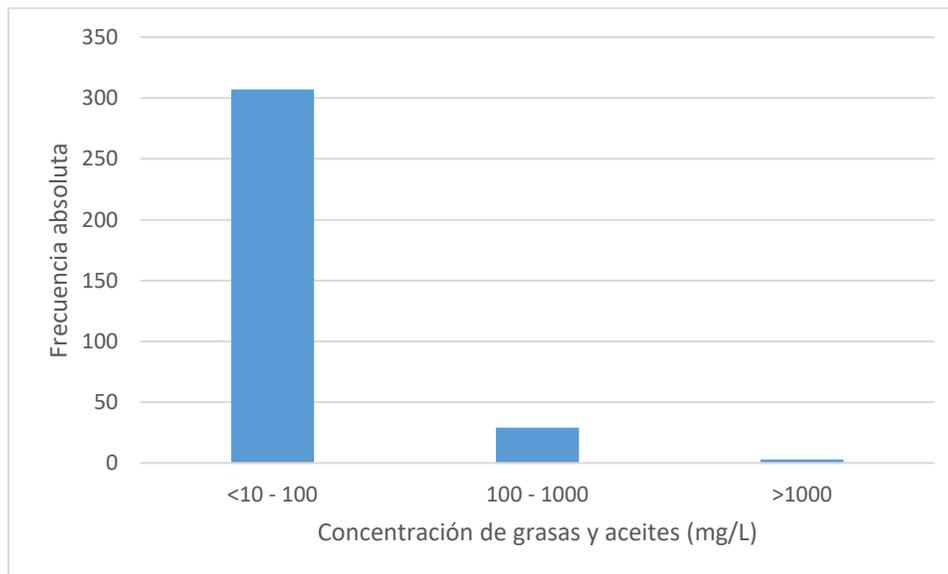


Figura 5. Rango de concentración de grasas y aceites en ARD

TABLA 3
RANGO DE CONCENTRACIÓN DE GRASAS Y ACEITES (MG/L) PARA AGUA RESIDUAL NO DOMÉSTICA- ARND

Descripción	Rango de concentración de grasas y aceites (mg/L)		
	Rango bajo	Rango medio	Rango alto
Agua residual no doméstica	<10 -100	100 - 1000	>1000
Cantidad de muestras	342	26	7
Porcentaje	91,20	6,93	0,71

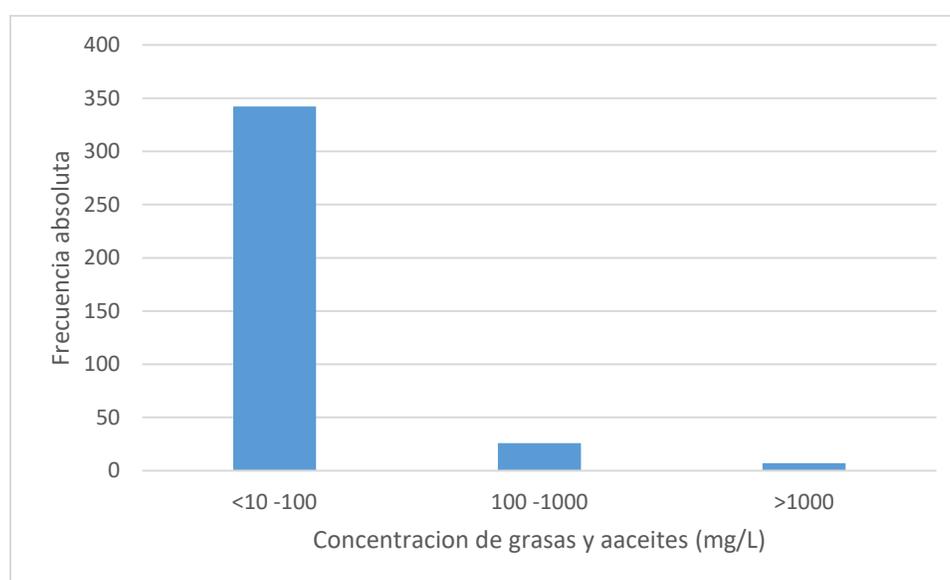


Figura 6. Rango de concentración de grasas y aceites en ARnD

TABLA 4
RANGO DE CONCENTRACIÓN DE GRASAS Y ACEITES (MG/L) PARA AGUAS CRUDAS

Descripción	Rango de concentración de grasas y aceites (mg/L)		
	Rango bajo	Rango medio	Rango alto
Agua cruda	<10 – 100	100 – 1000	>1000
Cantidad de muestras	275	0	0
Porcentaje	100	0	0

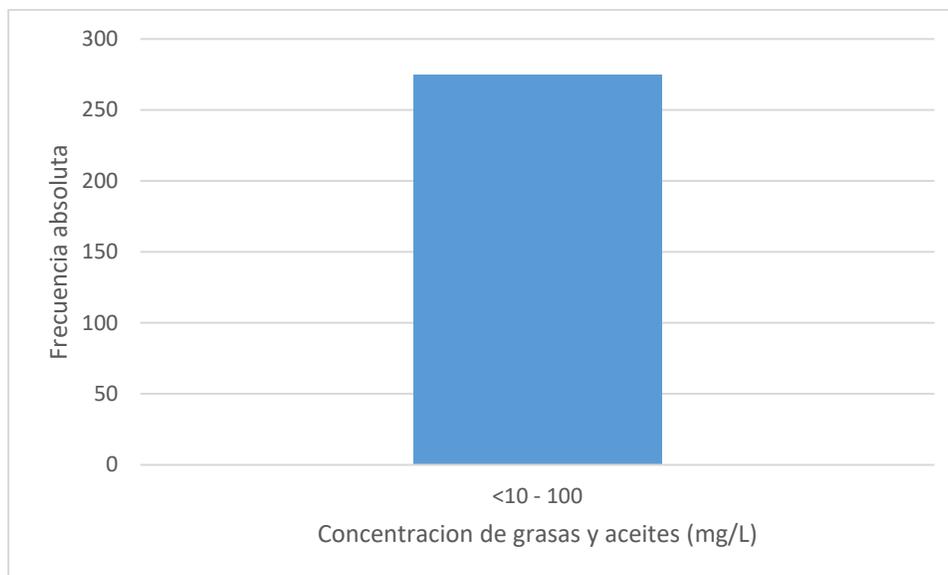


Figura 7. Rango de concentración de grasas y aceites en aguas crudas

A partir de las figuras 2, 3 y 4, se puede inferir que el mayor flujo de muestras procesadas corresponde a los rangos bajos de concentración de grasas y aceites para los tres tipos de matrices analizadas; lo que conlleva a deducir que, durante el año 2021, las muestras analizadas con mayor frecuencia presentan concentraciones de grasas y aceites menores de 100 mg/L.

4.3 Relación entre la concentración de sólidos suspendidos totales y la concentración de grasas y aceites

Durante el desarrollo del presente trabajo, se identificó que la concentración de sólidos suspendidos totales de las muestras a procesar puede ser determinante para la elección del método de ensayo a utilizar en la cuantificación de grasas y aceites. La técnica analítica para determinar sólidos suspendidos totales consiste en un método gravimétrico que se basa en la retención de las partículas sólidas en un filtro de fibra de vidrio a través del cual se hace pasar una muestra homogénea; el residuo que queda retenido se seca a 103-105°C. El incremento en el peso del filtro representa la cantidad de sólidos suspendidos totales [16].

Las muestras que son analizadas por la extracción soxhlet en el laboratorio para cuantificar grasas y aceites, por lo general también son analizadas por el parámetro fisicoquímico de sólidos suspendidos totales. Este proceso es completamente independiente del proceso de grasas y aceites; más adelante se quiere evidenciar la forma como influye la concentración de sólidos suspendidos totales, en el tiempo de filtración de la muestra, evidenciando hasta que volumen o tiempo de filtración, la formación de la torta en el filtro no obstruirá el paso del resto de muestra. Esta información sería de gran utilidad para el analista a la hora de filtrar

una muestra con alto contenido de sólidos suspendidos totales, permitiendo un mejor manejo del tiempo al momento de filtrar.

A continuación, se presenta un análisis estadístico de una sola variable que evidencia el comportamiento de la concentración de sólidos suspendidos totales en los diferentes tipos de matrices analizadas en el laboratorio. Para dicho análisis se tuvieron en cuenta las muestras de agua, que son destinadas también para la concentración de grasas y aceites. Teniendo la siguiente distribución: para las muestras de agua residual doméstica el análisis estadístico se realizó con un total de 143 muestras, para agua residual no doméstica fueron cuantificadas 25 muestras y para aguas crudas se identificó un total de 73 muestras.

4.3.1 Concentración de SST en agua residual doméstica (ARD)

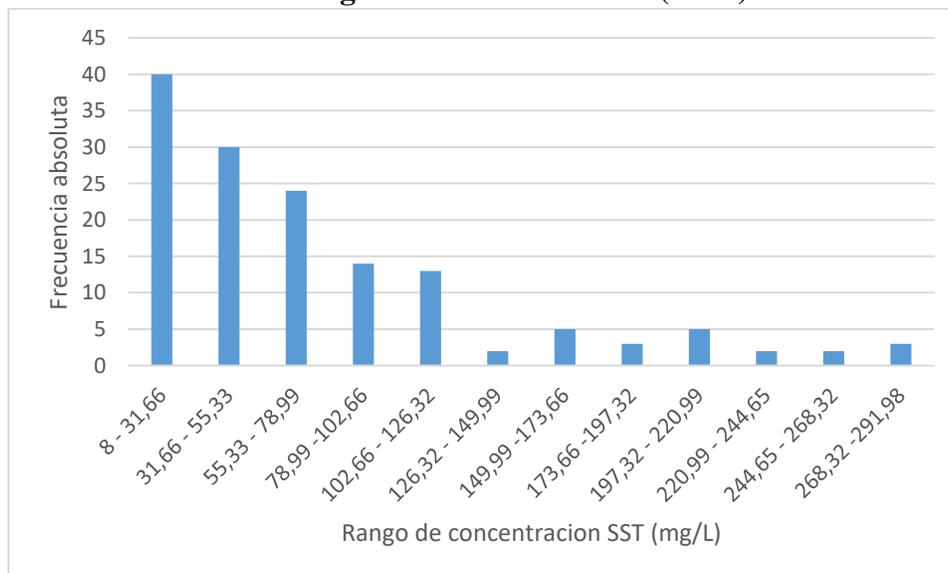


Figura 8. Concentración de SST en aguas residuales domésticas (mg/L)

4.3.2 Concentración de SST en agua residual no doméstica (ARnD)

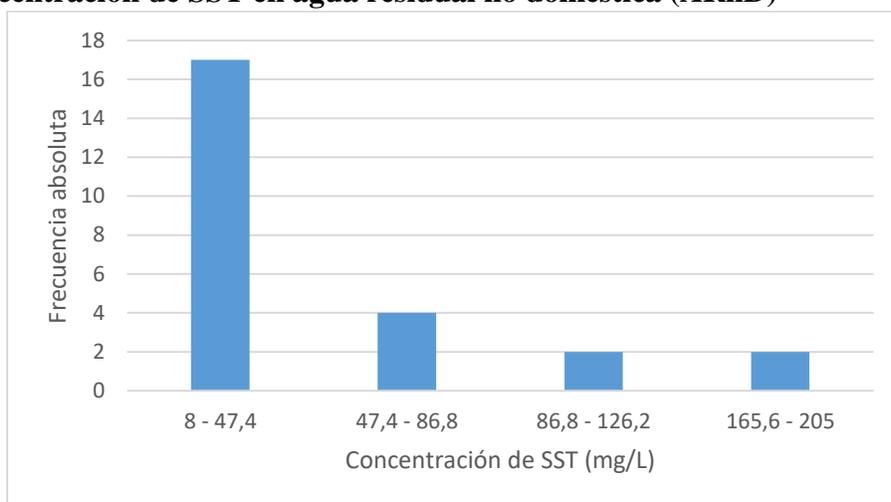


Figura 9. Concentración de SST en aguas residuales no domésticas (mg/L)

4.3.3 Concentración de SST en agua cruda

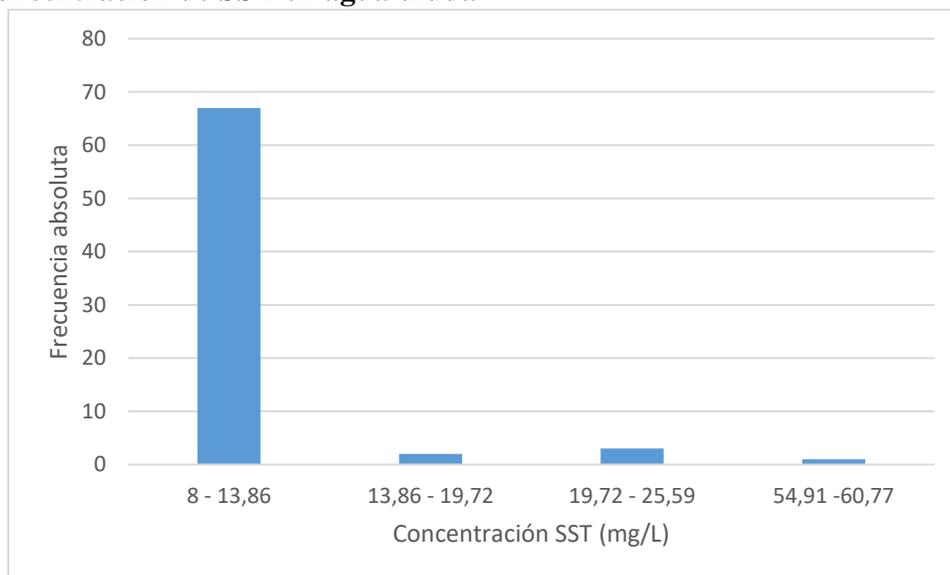


Figura 10. Concentración de SST en agua cruda (mg/L)

Los resultados anteriores, podrían llevar a la conclusión que la concentración de sólidos suspendidos totales que presente una muestra de agua, en unidades de mg/L, es un posible indicador frente a la dificultad que presentará la muestra durante el proceso de filtrado al momento de llevar a cabo el ensayo de grasas y aceites con el método SM 5520 D. Por medio de las figuras 5, 6 y 7, se evidencia que la mayor concentración de sólidos suspendidos totales (concentraciones superiores a 50 mg/L) se presenta en muy pocas muestras incluso para los tres tipos de matrices de agua analizadas; por tanto, esto se establece como una relación en

el proceso de filtrado, concluyendo que a mayor concentración de sólidos suspendidos totales menor concentración de grasas y aceites.

4.4 Caracterización del proceso de filtración en la determinación de la concentración de grasas y aceites por el método extracción de soxhlet SM 5520 D

4.4.1 Listado de limitaciones del proceso de filtración

- En HidroQuímica la disponibilidad de los equipos que componen el sistema de filtrado para las muestras destinadas en la determinación de grasas y aceites es muy limitada, debido a que existen otros ensayos fisicoquímicos implementados en el laboratorio que también requieren de un proceso previo de filtración para su análisis.
- El sistema de filtrado con el que cuenta el laboratorio no genera la suficiente velocidad de filtración cuando se presentan aguas residuales con gran cantidad de sólidos suspendidos totales, específicamente para concentraciones mayores a 100 mg/L.
- Dado que HidroQuímica solo cuenta con un equipo de filtración, es posible filtrar una sola muestra, lo que genera retrasos, ya que existen muestras que pueden durar más de 20 minutos en filtrarse.
- El embudo büchner se encuentra deteriorado y su diámetro no coincide con el especificado en el estándar de métodos analítico Extracción Soxhlet - SM 5520 D [2], puesto que el especificado es de 12 cm y en el laboratorio se cuenta con uno menor, de aproximadamente 10 cm.
- El envase recolector (Kitasato) del equipo de filtración solo puede almacenar 1 litro de filtrado, lo que imposibilita la recolección de un mayor volumen y por lo tanto debe desmontarse el equipo en repetidas ocasiones el para realizar el descarte del líquido.
- El número de muestras que ingresan para la filtración, como proceso previo para la determinación de grasas y aceites, supera la capacidad lo que genera retrasos al momento de presentar los informes requeridos por los clientes de HidroQuímica.

4.4.2 Procedimiento del proceso de filtración [17]

El método consiste principalmente en filtrar un tipo de muestra que previamente ha sido acidificada hasta un pH <2, con el fin de romper las emulsiones e hidrolizar los jabones y detergentes, los cuales pierden su componente polar y revierten a una estructura hidrocarbonada. El volumen de muestra a filtrar por lo general varía en un rango de 800 a 1000 mL, según la recolección de la muestra. Inicialmente se procede a preparar el lecho filtrante, tomando un disco de muselina y sobre esta un papel de filtro cuantitativo de un espesor de 0,22 mm, bajo contenido de cenizas y pirógeno, diseñado de forma que la torta de

filtrado tenga bajo impacto en la velocidad de filtración, con una eficiencia de colección de 75%. Tanto el papel filtro como la muselina, son adheridos al fondo de un embudo büchner humedeciéndolo y presionando las orillas del papel con un agitador de vidrio limpio, se aplica vacío y se filtra 100 mL de suspensión de tierra de diatomácea; la cual es utilizada como medio filtrante en el proceso, el empaquetamiento de las diatomeas pequeñas es irregular y crea una matriz compleja con una porosidad muy alta, esto permite que el medio filtrante elimine partículas muy pequeñas y extienda la velocidad de flujo del material que se está filtrando. La alta capacidad de retención de sólidos de la tierra de diatomeas permite ciclos de filtrado mucho más largos (lo que permite eliminar más sólidos), a continuación, se lava con abundante (100 mL) agua destilada, la filtración se suspende hasta cuando no pase más solución, inmediatamente se empieza la filtración de la muestra; al terminar este proceso, el papel filtro que contiene la muestra pasa por un proceso de secado a 103°C durante 30 minutos. Una de las limitaciones presentadas durante el proceso, es el taponamiento del papel filtro, cuando se trata de filtrar muestras con gran cantidad de sólidos suspendidos.

4.4.3 Procedimiento de extracción [17]

Los balones de extracción son secados a 103°C por lo menos durante 30 minutos, luego se enfrían en un desecador y se adiciona 2 ó 3 perlas de ebullición, son pesados y se reporta el valor del peso inicial cuando está a temperatura ambiente. Se procede a adicionar el volumen necesario de solvente (aproximadamente 150 mL de hexano) dentro del balón, luego se acopla todo el sistema de extracción y el condensador, se inicia la extracción a una velocidad aproximada de 20 ciclos/h durante cuatro horas (para asegurar los ciclos por hora, se mide el tiempo que se demora en realizarse un ciclo y el calentamiento es aumentado o disminuido hasta que se realice un ciclo en aproximadamente 3 minutos \pm 15 segundos). Después de lograr estabilizar las mantas de calentamiento a una velocidad de 20 ciclos/hora, se debe medir el tiempo con cronómetro para cada una de ellas de manera independiente, con fin de garantizar que cada manta tenga un reflujo de 80 ciclos. Esto debe llevarse a cabo de manera independiente ya que existe la posibilidad de que cada una de las mantas se estabilice en momentos diferentes y por lo tanto no puede tomarse un único tiempo para todas. Se pretende realizar diferentes muestras patrón, con el fin de verificar el método y establecer que las concentraciones de grasas y aceites de las muestras de aguas son confiables.

4.4.4 Recuperación de solvente

Al finalizar el tiempo de extracción, el solvente *n*-hexano es recuperado, a una temperatura de aproximadamente 80°C, el balón de extracción es enfriado en el desecador hasta peso constante. Si la balanza no estabiliza durante el pesaje, los balones nuevamente son llevados al desecador y se llevan por 30 min más de tiempo, y luego se procede nuevamente a pesar. Esta actividad es repetida hasta obtener un peso totalmente estable en la balanza, el cual se asume como peso constante [17].

En el laboratorio la parte de recuperación es llevada a cabo en el mismo extractor soxhlet; esta recuperación suele ser un poco demorada, incluso hasta más de dos horas, puesto que no

todos los nidos de la manta de extracción son aptos para la recuperación, porque no alcanzan la temperatura deseada para el proceso de recuperación de solvente. Es aquí donde se presenta una limitación puesto que el proceso suele demorarse mucho más, y debido al flujo de muestras para el proceso de extracción de grasas y aceites, es importante tratar de agilizar lo más posible el proceso, para continuar con el proceso por grupo de muestras.

4.5 Alternativas para la filtración de muestras, en la determinación de la concentración de grasas y aceites en muestras de agua, bajo el método de ensayo SM 5520 D

4.5.1 Implementación de una válvula de aguja, al sistema de filtrado [18]



Figura 11. Válvula de aguja

Características: Las válvulas de aguja son dispositivos con los que se puede iniciar, regular, o detener totalmente un fluido siendo los más comunes: agua, aire, aceite, o gas. Por medio de un eje cónico se obtura un orificio el cual mediante giros circulares que normalmente van en el mismo sentido de las manecillas del reloj para lograr un cierre parcial o total. Las válvulas de aguja son muy recomendadas en sistemas de alta presión que pueden oscilar desde los 1000 psi/70 bar hasta los 70.000 psi/4828 bar [15].

El sistema que se pretende implementar consta de una Nace 1/2" 316 Acero Inoxidable SS, válvula de aguja 10000 PSI, la cual por medio de una manguera de 300 psi para presión de gases se adaptará con una conexión de tubería de tres vías, a una bomba de vacío, que previamente consta de una trampa de vacío que protegerá la bomba. Este sistema de filtrado estará adaptado a dos Kitasato de 3000 mL, que serán los recipientes recolectores del filtrado. En la tabla 5, se muestra un análisis de costo, que describe esta alternativa del sistema de filtración.

TABLA 5
PROPUESTA ALTERNATIVA. VÁLVULA DE AGUJA

Evaluación de la alternativa		Cantidad	Costo Unidad, COP	Total, COP
Personal	Honorarios practicantes	1	680.000	680.000
	Analista de laboratorio	1	1.500.000	1.500.000
Equipos	Bomba de vacío por diafragma (libre de aceite)	1	3.044.020	3.044.020
Materiales y reactivos	Papel filtro cuantitativo 5A 125 mm (100 pcs)	1	154.423	154.423
	Papel filtro cualitativo 125 mm (100 pcs)	1	34.144	34.144
	Metro de tela muselina	5	9.000	45.000
	Embudo büchner en porcelana	2	119.000	238.000
	Kitasato (500 mL)	1	62.950	62.950
	Kitasato (5000 mL)	2	263.347	526.694
	Tierra silíceá purificada y calcinada (kg)	1	622.462	622.462

Silica gel 3-6 mm (kg)	1	77.350	77.350
Agitador de vidrio	2	2.380	4.760
Pinzas para crisol en alambre de acero inoxidable	1	130.900	130.900
Manguera 3/8 ID (9,5 mm) de 300 psi para presión de gases (m)	3	3.000	9.000
Conexión de tubería de 3 Vías Conector En T de 3 Vías	1	93.800	93.800
Nace 1/2" 316 Acero Inoxidable SS, válvula de aguja 10000 PSI a 200F	2	205.468	410.936
Valor total de la alternativa			7.634.439

Ventajas:

- Al implementar el sistema, se podrán filtrar dos muestras al mismo tiempo.
- Es un sistema de filtración puede ser aprovechado para otros análisis fisicoquímicos, puesto que se puede adherir un acople a la manguera que va conectada al kitasato, para ser utilizado en otro tipo de recipiente recolector.

- Se puede implementar este tipo de sistema con las demás bombas disponibles en el laboratorio, generando gestión del tiempo al momento de realizar filtración a cualquier tipo de muestra.
- Se reducirá significativamente el tiempo que emplea el analista al momento de filtrar.

4.5.2 Sistema de filtrado múltiple [19]



Figura 12. Sistema de filtración múltiple

Características:

- ✓ Contiene 6 embudos en PVC con diámetro interno de 100 mm para la membrana filtrante
- ✓ Dimensiones: 830 mm [ancho] x 350 mm [alto] x 220 mm [profundidad]
- ✓ Peso: 5 kg
- ✓ Capacidad: 6 muestras

En la tabla 6 se muestra un análisis de costo, que describe esta alternativa del sistema de filtración múltiple.

TABLA 6.
EVALUACIÓN ALTERNATIVA SISTEMA DE FILTRADO MÚLTIPLE

Evaluación de la alternativa		Cantidad	Costo Unidad, COP	Total, COP
Personal	Honorarios practicantes	1	680.000	680.000
	Analista de laboratorio	1	1.500.000	1.500.000
Equipos	Sistema de filtración de 6 puestos	1	12.231.429	12.231.429
	Bomba de vacío por diafragma (libre de aceite)	1	3.044.020	3.044.020
Materiales y reactivos	Papel filtro cuantitativo 5A 125 mm (100 pcs)	1	154.423	154.423
	Papel filtro cualitativo 125 mm (100 pcs)	1	34.144	34.144
	Metro de tela muselina	5	9.000	45.000
	Frasco trampa de vacío	1	119.000	119.000
	Kitasato (5000 mL)	2	263.347	526.694
	Tierra silícea purificada y calcínada (kg)	1	622.462	622.462
	Silica gel 3-6 mm (kg)	1	77.350	77.350
	Agitador de vidrio	2	2.380	4.760
	Pinzas para crisol en alambre de acero inoxidable	1	130.900	130.900
	Valor total de la alternativa			

Ventajas:

- Capacidad para hasta seis muestras, permitiendo filtración individual, sustituyendo el sistema tradicional de filtración con uso de kitasato, embudo de büchner y bomba de vacío.
- Presencia de acoplamientos rápidos, que facilitan la limpieza y aumentan la vida útil del equipo.
- Posibilidad de acoplar los sistemas para ser utilizado en conjunto con la misma bomba de vacío, proporcionando un mayor número de pruebas.
- Estructura en acrílico y PVC, facilitando la limpieza y aumento o tiempo de vida útil de los equipos.

Desventajas

- El tipo de material del embudo puede sufrir deterioro con el tiempo, debido a que en el proceso de filtración el último paso incluye la adición de una pequeña cantidad de solvente *n*-hexano.
- No cumple con las especificaciones del tipo de material establecido para el análisis de grasas y aceites establecido por el método estandarizado para grasas y aceites [20], el cual indica que el material del embudo deber ser de vidrio en su defecto de porcelana.

Con base a la descripción anterior de las dos posibles alternativas, para mejorar el sistema de filtración, la opción de implementar un sistema con una conexión de tres vías y una válvula de aguja, la cual tiene la función de controlar la presión de flujo; además de implementar todos los accesorios descritos en la tabla 5, esta resulta ser una opción viable por su disponibilidad y por su precio. Además, se propone implementar esta alternativa con las bombas de vacío disponibles en el laboratorio.

4.6 Alternativas para el procedimiento de extracción, en la determinación de la concentración de grasas y aceites en muestras de agua, bajo el método de ensayo SM 5520 D

4.6.1 Extractor de disolvente VELP SER 158 [21]



Figura 13. Extractor de disolvente VELP SER 158

Funcionamiento del equipo [21]

El equipo consta de una pantalla táctil de 7 pulgadas, con el cual se puede controlar el sistema, este está diseñado para brindar al operador un control total y preciso de todo el proceso de extracción. Puede elegir en el sistema de control hasta 20 métodos estándar y añadir el método que desee de extracción, la muestra debe ser añadida de forma sólida directamente en el dedal de extracción y luego se debe programar por medio de la pantalla táctil el método de extracción deseado, el tiempo del proceso depende del método programado.

Ventajas del equipo soxhlet automático de Tecnilab [21]

La completa automatización de este sistema, más la técnica de inmersión aplicada en su método, hace que el extractor de disolventes automático SER 158 de Tecnilab sea cinco veces más rápido que el proceso de extracción tradicional del método de soxhlet. Este equipo garantiza resultados fiables, exactos y precisos gracias a su excelente reproducibilidad y completa automatización.

- El usuario prepara la muestra e inicia el análisis con un solo clic. Operaciones desatendidas las 24 horas del día y los 7 días de la semana.
- Posibilidad de aumentar las unidades de extracción al equipo original de acuerdo con las necesidades del usuario. Configurado para abordar una variedad de aplicaciones desde un mismo mando.
- Interfaz de usuario fácil e intuitivo. Incluye un soporte completo multilingüe que permite adquirir la técnica en poco tiempo.
- Totalmente automatizado. Alivia al usuario de operaciones manuales logrando una mayor productividad. Bajo costo de operaciones.
- El apagado y la elevación de los recipientes son automáticos para proteger el extracto obtenido. Dosificación automática y precisa del solvente, que evita la generación de residuos y la exposición del operador al solvente, garantizando así la seguridad del operador.

Desventajas

- Este equipo no cumpliría en principio con una programación equivalente al establecido en el método estandarizado, habría que añadir en su programación un método que involucre todas las características del método de extracción soxhlet.
- El material del dedal es de celulosa, lo que no es válido en el procedimiento estándar de grasas y aceites [20].
- La introducción de la muestra debe ser directamente sólida, de este modo se pueden presentar contaminación en el dedal de extracción, al momento de cambiar de muestra.

4.7 Sistema de refrigeración del equipo extractor implementado en el laboratorio de HidroQuímica

Para el sistema de refrigeración es necesario garantizar siempre el control de temperatura, tanto a la entrada como a la salida del sistema, para que los condensadores puedan ejercer su función y como tal que se asegure el cambio de estado del vapor de *n*-hexano. Esta alternativa ofrece refrigerar el sistema con un control total cada hora, verificando la temperatura de entrada del sistema de refrigeración más o menos a unos 18°C; de esta manera se busca garantizar que la temperatura a la cual se está ejecutando la extracción no sea lo suficientemente alta como para evaporar otras sustancias que hacen parte de la concentración

de grasas y aceites. Para este tipo de procedimientos el laboratorio dispuso de un ultra congelador que dispone refrigerantes, para ser utilizados al momento de refrigerar el sistema, cuando comience la extracción.

4.8 Aumento de la capacidad de insumos para el procedimiento de obtención de grasas y aceites

Esta es una alternativa de mejora, que busca principalmente cumplir con la demanda de ejecución de muestras para el análisis de la concentración de grasas y aceites en el laboratorio. La capacidad de vidriería no es suficiente, puesto que los balones extractores también son implementados para determinar la concentración de hidrocarburos, y por tanto no se cumple la capacidad de determinar 10 muestras de grasas por día. También se necesitaría un desecador más, para los balones de extracción, ya que estos deben ser reposados en un desecador para la estabilización del peso.

TABLA 7
EVALUACIÓN DE ALTERNATIVA: AUMENTAR LA CAPACIDAD DE LA VIDRIERÍA

Evaluación de alternativa	Cantidad	Costo unidad, COP	Total, COP
Materiales Balón fondo plano boca esmerilada 29/32 ASTM GLASSCO	10	44.900,00	449.000,00
Equipo Desecador térmico	1	3.014.667,00	3.014.667,00
Valor total de la alternativa			3.463.667,00

4.9 Equipo para la recuperación del solvente, en la determinación de la concentración de grasas y aceites en muestras de agua.

Rotaevaporador [22]



Figura 14. Rotaevaporador

Se utiliza para destilar y recuperar solventes luego de procesos de síntesis, concentrar muestras con bajas concentraciones de soluto hasta alcanzar el punto de cuantificación, y secar muestras sólidas luego de procesos de percolación, con temperatura controlada y posibilidad de usar vacío, permitiendo que la destilación sea realizada a temperaturas más bajas, evitando la degradación de compuestos termolábiles [22].

Características

- Rango de temperatura: Ambiente +7°C a 90,0°C
- Controlador de temperatura: Digital microprocesador con sistema PID
- Sensor de temperatura: PT-100
- Precisión de control temperatura: $\pm 1,0^{\circ}\text{C}$
- Rango de rotación: 15 a 130 RPM
- Control de rotación: Analógica a través de potenciómetro
- Precisión de control rotación: ± 10 RPM
- Sistema de desplazamiento: Vertical, manual, con inclinación de aproximadamente 30°
- Vacío suportado: Hasta 700 mm Hg
- Resistencia: Blindada en acero inoxidable
- Ecurrimiento de la cuba: A través de boquilla de drenaje

- Vidriería: Condensador tipo serpentina, balón colector de 1000 mL y balón de evaporación de 1000 mL en vidrio borosilicato
- Eje: De vidrio con junta cónica 24/40
- Grifo con junta cónica 20/40
- Balón colector: Con junta esférica 35/20
- Balón de ebullición: Con junta cónica 24/40
- Condensador: Con junta cónica 20/40
- Gabinete: En acero carbono con tratamiento anticorrosivo y pintura electrostática
- Dimensiones de la cuba: Ø 250 mm
- Volumen: 4 litros
- Dimensiones: Ancho=330 x Profundo=320 x Alto=500 mm
- Peso: 11 kg
- Voltaje: 220V 60Hz
- Potencia: 1100W
- Incluye: – 02 Fusibles extras; – 02 Prendedores plásticos; – Vidrierías, grifo con manguera de teflón.

Ventajas:

- Control de temperatura PID, que provoca menos variaciones de temperatura y menos interferencia en el proceso, puesto que en este punto se tendrá un mayor control del solvente que se está recuperando, evitando así evaporar junto con el solvente posibles concentraciones de grasas, que puedan afectar la concentración final.
- La recuperación del solvente extractor será más rápida y eficaz.
- El uso del rotaevaporador hará que el extractor soxhlet, tenga una mayor disponibilidad al momento de utilizarlo para el proceso de extracción.
- El rotaevaporador podrá ser utilizado para otro tipo de análisis implementados en el laboratorio, como es el caso de la recuperación de solvente cloroformo.
- Ajuste de inclinación y altura del sistema de evaporación según la necesidad del analista.
- Válvula para entrada de vacío (uso conjunto con bomba de vacío): para bajar el punto de ebullición y preservar las muestras termosensibles.
- Encaje de la vidriería con junta esmerilada de forma rápida y eficaz, con prendedor de fácil conexión.
- Cuba en acero inoxidable 304, lo que aumenta la vida útil del equipo.

- Resistencia blindada compatible con el sistema de protección DR que garantiza la seguridad.
- Conexión eléctrica con conector: es posible separar el sistema de evaporación del equipo con la posibilidad de hacer mantenimiento y reparación por separado.
- Entrada tipo IEC, patrón internacional.
- Drenaje para facilitar el proceso de agotamiento.
- Ajuste de rotación según sea necesario por el usuario.
- Visualización de la muestra durante todo el proceso.
- Cuba con aislamiento térmico que le permite trabajar a altas temperaturas de forma segura.
- Condensador que permite trabajar con baño termostático, lo que garantiza gran ahorro de agua.
- Funcionamiento perfecto probado a través de pruebas de control de calidad bajo regulaciones con requisitos de alto rendimiento.
- Posibilidad de cambios en el proyecto según sea necesario mediante sistema de equipamiento especial a través del área de Ingeniería y Desarrollo.

4.10 Procedimiento de laboratorio para la obtención de la concentración de grasas y aceites en las muestras de agua

Análisis de las muestras

1. La muestra es acidificada previamente, hasta un $\text{pH} < 2$.
2. Al momento de llegar la muestra al laboratorio, se debe marcar el nivel de volumen en el recipiente con un marcador indeleble para la posterior determinación del volumen exacto de muestra.



Figura 15. Demarcación de muestras de agua

Preparación del filtro, el cual consiste en una tela de muselina sobrepuesta al papel de filtro cuantitativo, ambos se introducen en el embudo büchner presionando las orillas del papel y humedeciendo con un poco de agua destilada. Pasar a través del filtro, con ayuda del vacío, 100 mL de solución de Celite y lavar con 1000 mL de agua desionizada. Se continúa aplicando vacío hasta que no pase más agua a través del filtro.

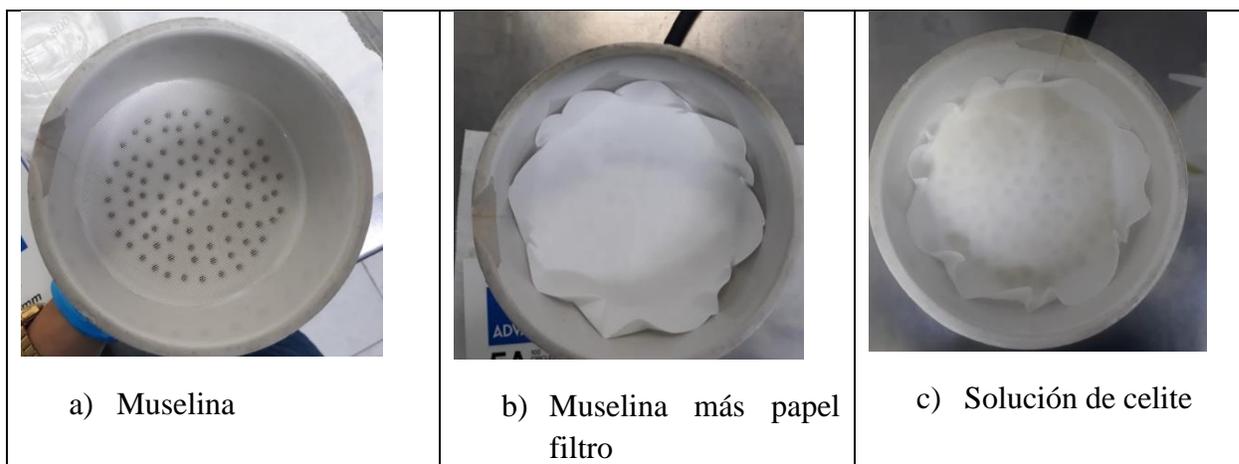


Figura 16. Preparación de embudo büchner

3. Filtrar la muestra acidificada adicionándola de forma tal que no rebose el papel filtro para que no se pierda muestra por los bordes. Aplicar vacío hasta que no pase más muestra a través del filtro.

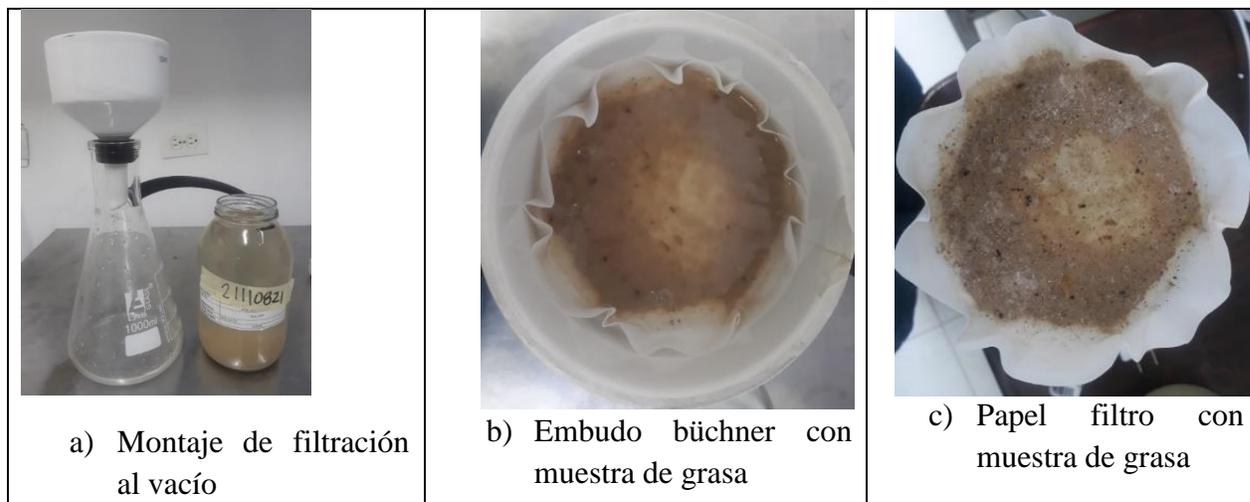


Figura 17. Filtración de la muestra al vacío

4. Retirar el filtro y limpiar el embudo y el fondo del recipiente colector con un pedazo de papel de filtro impregnado de hexano y disponerlo en el papel filtro. Enrollar el filtro con los trozos utilizados en la limpieza de tal forma que no haya pérdida de muestra y disponerlo en el dedal de extracción. Secar el dedal con su contenido a 103°C durante 30 minutos.



Figura 18. *Dedal de extracción*

5. Secar el balón de extracción a 103°C por lo menos durante 30 minutos, enfriarlo en desecador y adicionar 2 ó 3 perlas de ebullición, pesarlo y anotar el valor del peso inicial si ya está a temperatura ambiente.



a) Horno

b) Desecador

c) Balanza analítica

Figura 19. *Proceso de secado previo*

6. Adicionar el volumen necesario de solvente (aproximadamente 150 mL de hexano) dentro del mismo y acoplar todo el sistema de extracción y el condensador e iniciar la extracción a una velocidad aproximada de 20 ciclos/h durante cuatro horas.



Figura 20. *Equipo de extracción soxhlet*

7. Después de lograr estabilizar las mantas de calentamiento a una velocidad de 20 ciclos/hora, se debe poner a correr el tiempo con cronómetro para cada una de ellas de manera independiente, con fin de garantizar que cada manta tendrá un reflujo de 80 ciclos. Esto debe llevarse a cabo de manera independiente ya que existe la posibilidad de que cada una de las mantas se estabilice en momentos diferentes y por lo tanto no puede tomarse un único tiempo para todas.
8. Al finalizar el tiempo de extracción, recuperar el solvente.

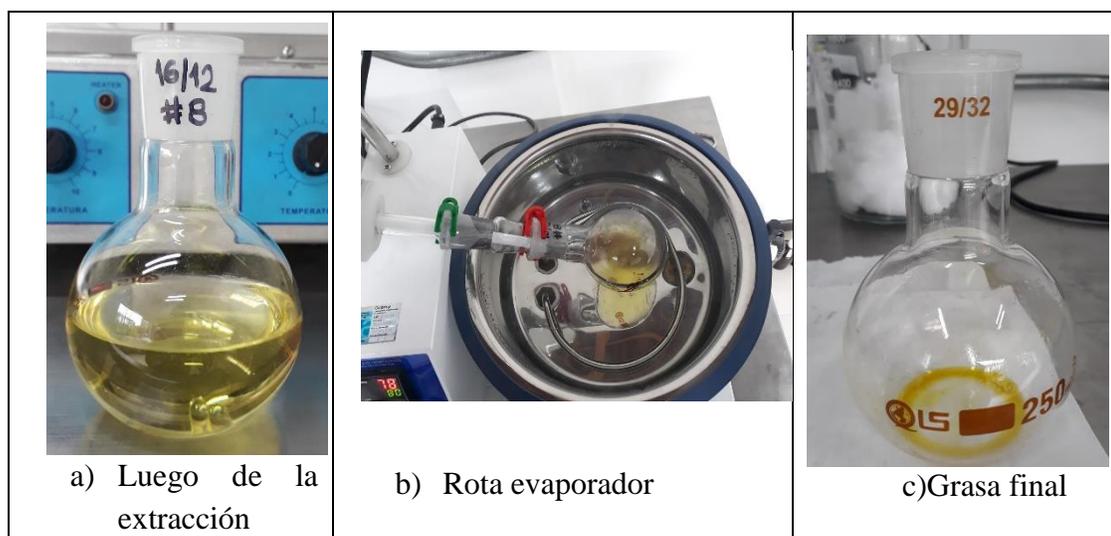


Figura 21. Recuperación de solvente n- hexano

9. Enfriar el balón de extracción en el desecador hasta peso constante. Si la balanza no estabiliza durante el pesaje, llevar los balones nuevamente al desecador y dejar por 30 min más, después, volver a pesar. Repetir esta actividad hasta obtener un peso totalmente estable en la balanza, el cual se asume como peso constante.

4.11 Tiempo de filtración en las muestras de agua

Para el proceso de filtración se tuvieron en cuenta 30 muestras de agua de diferente tipo, tomadas al azar, durante su proceso se tomó el tiempo en el que la muestra pasa por el papel filtro, hasta su completa filtración. El 47 % de las muestras representa el tipo agua residual doméstica, el 37% residuales no domésticas y el 20% agua cruda. El comportamiento de dichos datos se evidencia en la figura 22.

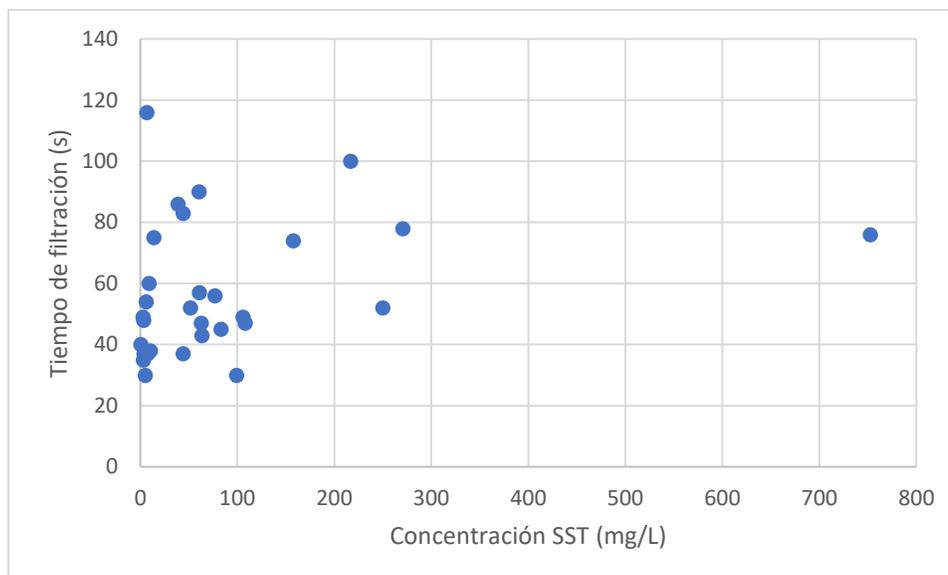


Figura 22. Concentración SST vs tiempo de filtración

Según la figura 22, no existe una regresión que permita evidenciar alguna relación entre las concentraciones de sólidos suspendidos totales y el tiempo de filtrado para cada muestra; esto debido a que cada muestra en particular tiene en su composición un tamaño de partícula diferente que puede o no pasar por el poro del filtro, sin que este quede de alguna forma taponado. Además, existen muestras que presentan una alta turbidez y que por lo general son las que más presentan dificultad, porque el filtro tiende a taponarse.

4.12 Evaluación de las alternativas propuestas para la obtención de la concentración de grasas y aceites

La alternativa de acceder a un sistema de filtración múltiple no es considerada por la empresa, ya que se considera un sistema poco eficaz al momento de su manipulación por parte de un analista, debido a que no sería posible que una sola persona pudiera manipular 6 muestras al mismo tiempo de filtración. Además, el flujo de aire al interior de la batería no tendría la misma distribución en los 6 puestos; por tanto, no sería eficaz implementarse esta opción. En cambio, la alternativa de implementar una válvula de aguja en el sistema de filtración es la opción más económica, pero además de fácil adecuamiento ya que se podrán hacer uso de las bombas instaladas en el laboratorio, sería más útil para el analista filtrar dos muestras al mismo tiempo, y cumpliría con la capacidad diaria de muestras de análisis para grasas y aceites.

El extractor automático, resultaría ser una buena alternativa para implementar en el laboratorio, es una opción que ahorraría el tiempo de extracción hasta en 2 horas, pero este equipo presenta diferentes inconformidades al momento de implementarse en el laboratorio, la capacidad del dedal, de donde se almacena la muestra, es muy pequeño y no sería apto para muestras de gran cantidad de grasas y aceites. Además, se corre el riesgo de no extraer

por completo la grasa, debido a dicho tamaño; por estas razones no es una buena opción para implementarse en la empresa HidroQuímica Laboratorio Ambiental.

Para la parte de recuperación el equipo rotaevaporador presenta una gran ventaja de implementación en el laboratorio porque además de ser implementado en la recuperación de *n*-hexano también se puede implementar en la recuperación de otros solventes para diferentes tipos de análisis, como es el caso del cloroformo en la determinación de detergentes en las muestras de agua.

Luego de haber evaluado cada alternativa propuesta, para fines de trabajo de grado, las alternativas que serán implementadas serán:

1. La implementación de una válvula de aguja con todos sus accesorios al sistema de filtración adecuado en el laboratorio.
2. Equipo rotaevaporador para la recuperación del solvente *n*-hexano.
3. Se recomienda la adquisición de más balones extractores y un equipo desecador, para así cumplir con la demanda y tener la capacidad disponible al momento de implementar el método.

4.13 Determinación de muestras patrones estándar de grasas y aceites

Esta prueba también se hace para demostrar que las modificaciones al método por parte del laboratorio producen resultados precisos y exactos como los del método de referencia.

En la tabla 8 se evidencia con unas concentraciones iniciales y finales de ácido esteárico, con su respectivo porcentaje de eficiencia.

TABLA 8
MUESTRAS PATRONES ESTÁNDAR DE GRASAS Y ACEITES

Muestra patrón	Concentración inicial ácido esteárico (mg/l)	Concentración final ácido esteárico (mg/l)	Eficiencia (%)
1	50,8	50,1	98,62
2	102,2	102	99,80
3	102,8	102	99,22
4	100,1	97,3	97,20
5	50,6	50,5	99,80
6	108,7	107	98,44
7	104	103	99,04
8	112	110	98,21
9	112	111	99,11
10	109	107	98,17

4.14 Calibración equipo soxhlet

Con el fin de verificar el cumplimiento de los reflujos, establecidos por el procedimiento de extracción de grasas y aceites, es decir 20 ciclos/h, equivalente a 3 min por cada reflujo, el cual es el tiempo en el que el solvente *n*-hexano pasa por toda la superficie de la muestra dentro de la cámara de extracción, para cada nido perteneciente al equipo soxhlet, se realizó un estudio de tiempos, con base a la perilla de manejo de cada nido, determinando la posición ideal de esta que permite cumplir de manera aproximada el ciclo de 3 min por reflujo. En la tabla 9 se evidencia la posición de cada perilla, para dar cumplimiento de los reflujos.

TABLA 9.
POSICIONES DE LA PERILLA EN EL EQUIPO SOXHLET

N° Manta	Posición de la perilla adecuada	Tiempo (min)
1	8 1/2	3,07
2	8	2,98
3	8	3,00
4	8 1/2	3,00
5	8 1/2	3,02
6	8	3,23
7	6 1/2	3,32
8	6 1/2	3,25
9	6 1/2	3,33
10	6 1/2	3,32

5. RESULTADOS Y ANÁLISIS

5.1 Proceso de filtración

La empresa HidroQuímica Laboratorio Ambiental realizó el proceso de compra que incluía el sistema de filtración sujeto a una válvula de aguja con sus accesorios, este sistema buscará ser implementado en la zona de filtración destinada en el laboratorio. De esta manera se aumenta la disponibilidad de puntos de filtración, para que los analistas puedan hacer uso de estos en los diferentes tipos de análisis fisicoquímicos que se realizan en el laboratorio. Durante el estudio previo realizado a lo largo de la práctica académica en el proceso de obtención de grasas y aceites, el procedimiento de filtración funciona de manera correcta, pero se recomienda adquirir nuevos implementos de laboratorio, para agilizar aún más el proceso, como sería el caso de un kitasato de mayor tamaño y embudos büchner.

5.2 Proceso de extracción

Con base a la realización de los patrones estándar, el procedimiento de extracción se da de manera correcta, al implementarse este en el extractor soxhlet con el cual cuenta el

laboratorio, esto se evidencia ya que el porcentaje de recuperación de grasas y aceites, en los patrones estándar estarían por encima de un 97%, de acuerdo con la demanda de muestras de agua que normalmente se presenta en el laboratorio. Para este tipo de análisis, el equipo representa la disponibilidad suficiente, permitiendo procesar diez muestras por día, para un total de aproximadamente 50 muestras por semana; para esto la empresa adquirió nuevos balones de extracción, para así garantizar su disponibilidad al realizar la extracción.

5.3 Recuperación de solvente

Luego del proceso de extracción de la muestra, la recuperación del solvente *n*-hexano se da en aproximadamente 84 %. Este procedimiento fue realizado en el equipo adquirido por la empresa, llamado rotaevaporador, esta recuperación resulta ser más controlada, porque el equipo permite graduar de manera manual, un punto de ajuste de temperatura, para este caso 80°. La recuperación no es del 100%, debido a la volatilidad que presenta el solvente; además, se compone de hidrocarburos, los cuales pueden ser volátiles a la temperatura del punto de ajuste, lo que hace que parte del solvente se evapore.

6. CONCLUSIONES

- Con base a la caracterización realizada de las muestras de aguas, se evidenció que no existe un tipo de muestra en particular que genere mayor demanda que las otras en la implementación del método; además, las concentraciones que han sido calculadas con base al procedimiento de obtención de la concentración de grasas y aceites, varían de 10 mg/L a 100 mg/L, presentándose una cantidad pequeña de muestras con concentraciones por encima de 1000 mg/L; para este tipo de muestras, las cuales resultan ser un poco complejas al momento de filtrar, por su alto contenido de sólidos suspendidos, se evidencia que el método no es aplicable, puesto que la concentración de grasas y aceites no presenta un buen grado de confiabilidad.
- Las alternativas de mejora propuestas e implementadas, tales como la nueva adecuación de un sistema de filtración en el laboratorio, y la adquisición de un equipo rotaevaporador han permitido obtener un mejor control del proceso de obtención de la concentración de grasas y aceites. En el proceso de filtración se obtuvo una mayor disponibilidad de puntos de filtración en el laboratorio y en la recuperación del solvente se realiza de manera controlada con la temperatura, obteniéndose así un solvente que puede ser reutilizado en el proceso.
- La documentación del proceso permite dar una mejor visión al analista, identificando los puntos clave del proceso como lo son el proceso de filtración, extracción y recuperación de solvente, además es una herramienta con la cual el analista puede optimizar su trabajo y puede realizar otras actividades de desarrollo en el laboratorio, ya que en la documentación se incluye un aspecto de recomendaciones durante el proceso.

7. BIBLIOGRAFÍA

- [1] “Nosotros – HidroQuímica Laboratorio Ambiental,” *Sobre HidroQuímica*, 2021. <https://hidroquimicalaboratorio.com/nosotros/> (accessed Nov. 07, 2021).
- [2] A. M. Hernandez, R. del P. Bojaca, and M. E. Duque, “Determinación de grasas y aceites en aguas por el método soxhlet,” *Ideam*, pp. 1–8, 2007.
- [3] “ACREDITACIÓN - IDEAM.” <http://www.ideam.gov.co/web/atencion-y-participacion-ciudadana/acreditacion> (accessed Dec. 23, 2021).
- [4] IDEAM, “Listado Versión Publicar.” 2017. [Online]. Available: http://www.ideam.gov.co/web/contaminacion-y-calidad-ambiental/acreditacion?p_p_id=110_INSTANCE_DMf52qUKsHud&p_p_lifecycle=0&p_p_state=normal&p_p_mode=view&p_p_col_id=column-1&p_p_col_pos=3&p_p_col_count=4&_110_INSTANCE_DMf52qUKsHud_struts_action=/document
- [5] M. y E. A. IDEAM. Instituto de Hidrología, “Lista de laboratorios ambientales acreditados.” <http://www.ideam.gov.co/documents/51310/596001/6.+Listado+completo+laboratorios+Acreditados+a+31+de+marzo+de+2016.pdf/9947cade-e885-490a-9b53-7ff8b8409c4a> (accessed Dec. 21, 2021).
- [6] “¿Qué es el agua cruda? | iAgua.” <https://www.iagua.es/respuestas/que-es-agua-cruda> (accessed Dec. 02, 2021).
- [7] “Aguas residuales domésticas – PureWater Colombia | Tecnología en Tratamiento de Aguas.” <https://purewater.com.co/aguas-residuales-domesticas/> (accessed Dec. 02, 2021).
- [8] “Aguas residuales y vertimientos.” <https://ogabogota.unal.edu.co/wp-content/uploads/2020/10/Aguas-Residuales-y-Vertimientos.pdf> (accessed Dec. 02, 2021).
- [9] “Funcionalidades y Ventajas del Extractor Soxhlet | TECNILAB.” <https://www.tecnilab.es/soxhlet-automatico/> (accessed Jan. 20, 2022).
- [10] “METODOS DE SEPARACION DE MEZCLAS”, Accessed: Nov. 07, 2021. [Online]. Available: <https://www.equiposylaboratorio.com/portal/articulo-ampliado/metodos-de-separacion-de-mezclas>
- [11] Z. P. C. Enrique, “UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN AGUSTÍN DE AREQUIPA,” *CONSTRUCCIÓN Y EVALUACIÓN UN FILTRO BATCH PRESIÓN AIRE PARA Conc. TAMAÑO Lab.*, 2019.
- [12] “Diatomaceous Earth Filtration · Dicalite Management Group.” <https://www.dicalite.com/diatomaceous-earth/applications/filtration/> (accessed Dec. 08, 2021).
- [13] T. D. Marín Velásquez and D. D. J. Arriojas Tocuyo, “Remoción de turbidez de agua

- mediante filtración utilizando cáscara de coco (Cocos nucífera) a nivel de laboratorio,” *Revista ION*. 2020. doi: 10.18273/revion.v33n2-2020008.
- [14] U. de Antioquia, “Operaciones con sólidos,” 2019.
- [15] “VÁLVULAS DE AGUJA - Rocha y Londoño SAS.”
<https://rochaylondono.com/blog/news/valvulas-de-aguja> (accessed Nov. 10, 2021).
- [16] A. M. Hernández, “Sólidos Suspendidos Totales En Agua Secados a 103 – 105 °c.,” *Subdirección Hidrol. - Grup. Lab. Calid. Ambient.*, pp. 1–4, 2007, [Online]. Available:
<http://www.ideam.gov.co/documents/14691/38155/Sólidos+Suspendidos+Totales+n+aguas.pdf/f02b4c7f-5b8b-4b0a-803a-1958aac1179c>
- [17] D. Y. Niño, “PGL-012 V 03 DETERMINACIÓN DE GRASAS Y ACEITES E HIDROCARBUROS (1).” Medellín, p. 12, 2020.
- [18] “Different Types of valves - Chemical Engineering World.”
<https://chemicalengineeringworld.com/different-types-of-valves/> (accessed Dec. 20, 2021).
- [19] “Sistema Filtracion, Manifold, Equipo Filtracion, Filtracion, Filtracion Suelo.”
<https://www.kasalab.com/producto/sistema-de-filtracion-p-pasta-saturada-de-suelos/> (accessed Dec. 18, 2021).
- [20] S. Methods, “5520 OIL AND GREASE * 5520 B . Partition-Gravimetric Method,” no. 5000, pp. 34–40.
- [21] “Funcionalidades y Ventajas del Extractor Soxhlet | TECNILAB.”
<https://www.tecnilab.es/soxhlet-automatico/> (accessed Dec. 18, 2021).
- [22] “Rotaevaporador, Rotaevaporador Colombia, Evaporador Rotativo.”
<https://www.kasalab.com/producto/rotaevaporador/> (accessed Dec. 18, 2021).

ANEXOS

Anexo 1. Instructivo de manejo bomba de vacío

	INSTRUCTIVO DE MANEJO BOMBA DE VACÍO	SOLICITUD :001 FECHA DE EMISIÓN: 18/02/2022
	IEI-050 VERSIÓN: 01	RESPONSABLE DIRECTOR DE CONTROL INTERNO

Equipo:	BOMBA DE VACÍO	Código:	EI-181
---------	----------------	---------	--------

1. APLICACIÓN

Utilizado para aplicar vacío y aire comprimido. Para vacío tiene uso en evaporadores rotativos, estufas a vacío, desecadores y filtraciones, etc.

2. ELEMENTOS DEL EQUIPO.



- 1-Interruptor On/Off (Cod.4203)
- 2-Válvula de retorno (alivio) (Cod. 7021)
- 3-Vacuómetro (Cod. 2642)
- 4-Manómetro (Cod. 35557)
- 5-Trap de vidrio (Cod 2639)
- 6-Adaptador PVC del trap (Cod. 2640)

Imagen A1. Elementos del equipo bomba de vacío parte frontal

- 7-Entrada de vacío (Cod. 10329 +10328)
- 8-Salida de presión (Cod. 10330 +10328)
- 9-Cable de alimentación eléctrica (Cod.10398)
- 10-Porta fusibles (Cod. 7036)
- 11-Drenaje de aceite (Cod.10331 +7037)
- 12- Ventilador (Cod. 10480 +2641)

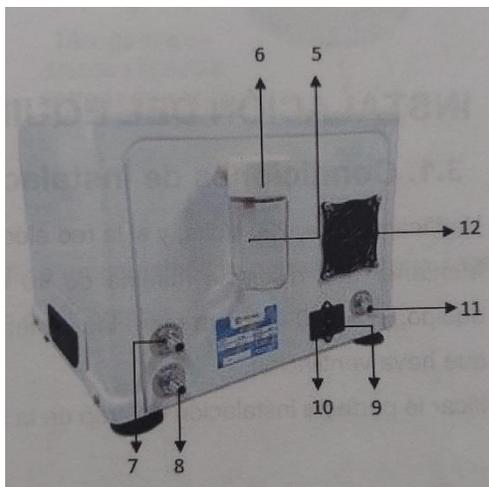


Imagen A2. Elementos del equipo bomba de vacío parte trasera

Observación: Los códigos citados en las figuras están relacionados con la identificación de los componentes referenciados por el proveedor Tecnal. En caso de ser necesario reparar o sustitución, los mismos pueden ser adquiridos a través de esta información.

3. OPERACIÓN DEL EQUIPO

3.1 Condiciones de instalación

- Verificar voltaje, 220 V, y si la red eléctrica esta con conexión a tierra.
- Mantener una distancia mínima de 10 cm entre la pared y la parte posterior del equipo; y de 10 a 15 cm entre los laterales del equipo y otros objetos, para que haya ventilación.

Verificar la perfecta instalación del trap de la bomba de vacío (5).

Observación: El vaso del trap de la bomba de vacío (5) debe trabajar con algodón hidrófilo.

3.2 Conexiones e instalaciones

Importante: Para evitar contaminaciones en la bomba de vacío TE-058 es importante el uso de un sistema trap como es ejemplificado en la ilustración que se muestra a continuación:

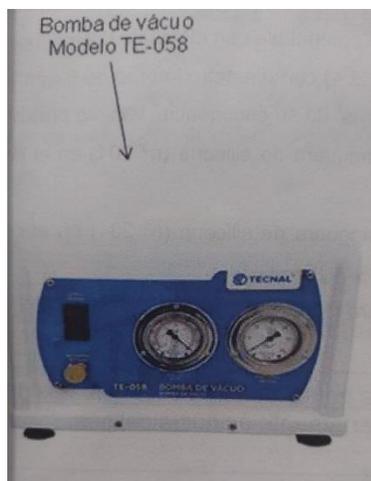


Imagen A3. Bomba de vacío modelo TE-058



Imagen A4. Trampa de vacío

- Se puede colocar en el kitassato, sílice en gel, algodón o arena, porque retienen la humedad evitando la contaminación de la bomba.

4. OPERACIÓN Y USO

4.1 Operación

- Después de realizar las conexiones del sistema de trap para la seguridad del equipo, verifique si el interruptor On /Off (1) está apagado, conecte el cable de alimentación eléctrica en la red eléctrica compatible con el voltaje del equipo.
- Conectar una manguera de silicona (N° 204) con diámetro interno de 6 mm y pared gruesa de 3 mm en las terminales traseras, de su escogencia, vacío o presión.
- Par la opción “vacío”, conecte una manguera de silicona (N°204) en el conector (8).
- Para la opción “presión”, conecte una manguera de silicona (N°204) en el conector (9)
- El registro de retorno (2) es utilizado para regulación de la presión o vacío.

IMPORTANTE: Esta bomba no es indicada para trabajos con solventes orgánicos o fuertemente ácidos/alcalinos.

4.2 Drenaje de aceite

- Para el drenaje de aceite, retire el protector del conector de drenaje (12) colocando en el colector una manguera de silicona,
- Colocar la punta libre de la manguera en un recipiente de vidrio, en la posición más baja posible, a fin de acelerar el proceso de drenaje. Apoyar la bomba sobre la cara con la etiqueta “ATENCIÓN” e inclinar para el lado del “DRENAJE”

Observación: La operación efectuada con la bomba caliente, facilita el proceso

- Al final del drenaje, examinar el aceite para verificar cualquier contaminación, sustituirlo por 150 ml de aceite nuevo con viscosidad ISO 68 (en caso de que el aceite no esté contaminado se puede colocar el mismo aceite)
- Recolocar la bomba en la posición normal
- La adición del aceite es hecha por aspiración por la propia manguera de drenaje. Conectar la bomba y cuando todo el aceite fuera aspirado, retirar la manguera y colocar el protector del conector de drenaje.

Observación: En caso de que no sea encontrado el aceite Texaco, el mismo puede ser sustituido por otro aceite con viscosidad 68.

Anexo 2. Manejo instructivo de rotaevaporador

Equipo:	EVAPORADOR ROTATIVO	Código:	EI-180
---------	---------------------	---------	--------

1. APLICACIÓN

Equipo utilizado para destilación de solventes a temperatura controlada y vacío.

2. ELEMENTOS DEL EQUIPO.



Imagen A5. Partes del rotaevaporador

1. On/ Off (para encender o apagar)
2. Controlador de temperatura
3. Controlador de rotación
4. Tuerca de ajuste del condensador al motor.
5. Balón colector
6. Pinza para junta balón colector
7. Condensador
8. Entrada de vacío
9. Entrada de solvente
10. Llave/Grifo
11. Palanca
12. Motor
13. Pinza para junta balón de ebullición
14. Balón de ebullición
15. Cubeta baño maría

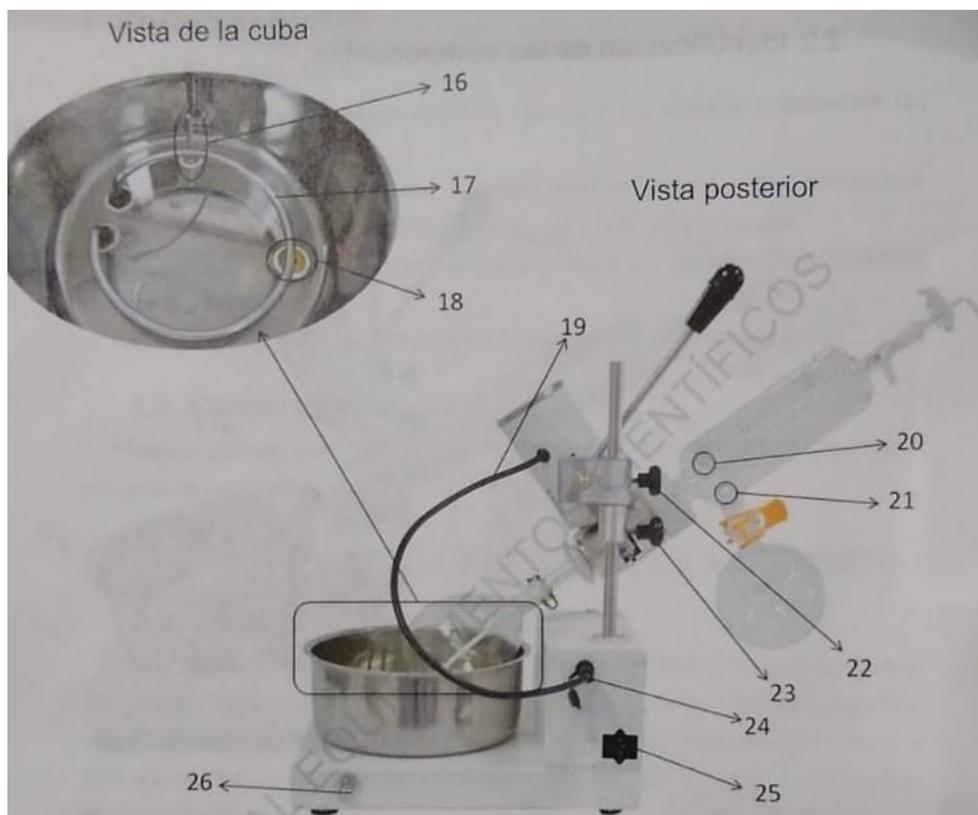


Imagen A6. Vista de la cuba del rotaevaporador

16. Sensor de temperatura
 17. Resistencia
 18. Dreno
 19. Cable del motor
 20. Salida de agua del condensador
 21. Entrada de agua del condensador
 22. Manipulo de fijación del motor
 23. Manipulo traba del motor
 24. Conector del cable del motor
 25. Conector del cable de alimentación (220V)
3. Salida del dreno **OPERACIÓN DEL EQUIPO**
- 3.1 Condiciones de instalación antes de su uso**

- Verificar el voltaje, de 220 V, y si la red eléctrica esta conexión a tierra.
- Mantener una distancia mínima de 10 cm entre la pared y la parte posterior del equipo; y de 10 a 15 cm entre los laterales del equipo y otros objetos, para que haya ventilación.

3.2 Conexiones e instalaciones

- Poner el motor (12) en el soporte;
- Poner la tuerca moleteada (4) en el motor, apretándola bien;
- Para un vacío más eficiente, poner teflón (sellado de rosca) en las puntas moleteadas de los balones (5 e 14);
- Poner las horquillas (6 e 13) en las puntas moleteadas de los balones;
- Llenar la cuba (15) con agua (de preferencia destilada para evitar incrustaciones) hasta que por lo menos el sensor de temperatura (16) quede cubierto;
- Conectar una manguera de silicona en la entrada (21) y otra en la salida (20) de agua del condensador;
- Conectar una manguera de silicona (referencia 204) en la entrada de vacío (8) del condensador hasta la bomba de vacío;

Observación: Es aconsejable la utilización “trap” para evitar daños a la bomba debido a la presencia de vapores corrosivos;

- Conectar el cable de alimentación (25) en la red eléctrica 220 V;

4. CONTROL DE FUNCIONAMIENTO DE EQUIPOS

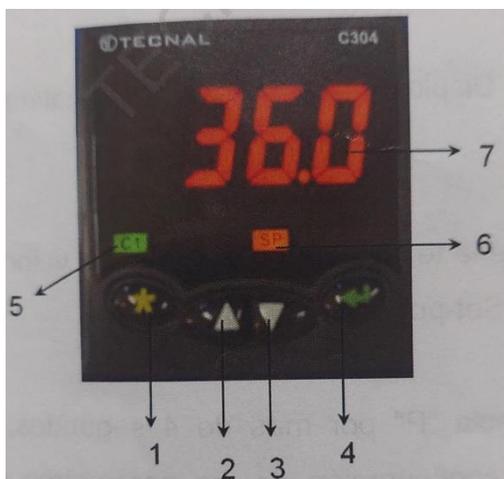
4.1 Operaciones

- Conectar una manguera en la entrada de la muestra (9) que está conectada al condensador, sumergir la punta de esta manguera en el recipiente conteniendo el producto a ser evaporado;

- Encender la bomba de vacío y abrir el grifo (10) con tubo teflón para que el líquido fluya para el balón de ebullición (14). Poner menos de $\frac{3}{4}$ de volumen total de este balón:
- Cerrar el grifo (10) para hacer vacío en todo el sistema;
- Regular la posición del balón evaporador en el agua de la cuba de modo que el líquido, contenido en el balón se quede sumergido;
- Encender la llave general (1),
- Ajustar la rotación en el potenciómetro (3),
- Ajustar la temperatura deseada en el controlador (2) para iniciar la evaporación
- Abrir la circulación del agua del condensador

Observación: Para optimizar el sistema puede ser utilizado un baño termostatzado en la refrigeración del condensador

4.2 Controlador de temperatura C304



- 1 – Acceso al set point
- 2 – Aumenta el valor del set point
- 3 – Disminuye el valor del set – point
- 4 – Selección y conformación del set – point
- 5 – C1 - Indica que el calentamiento está accionado
- 6 – SP – Set point
- 7- Display

Imagen A7. Monitor control de temperatura

- Para programar la temperatura deseada, pulse * tecla donde aparecerá la sigla “SP”, y la tecla (4-) que mostrara el parámetro de modificación de temperatura.
- Pulse la tecla (2-) para aumentar el valor de “SP”, y la tecla (3-) para disminuir el valor y “SP”.
- Para confirmar la programación, pulse la tecla (4-) tecla donde aparecerá la sigla “SP”, (1-) y la tecla para que la temperatura sea exhibida.
- Observación: Si pulsada y mantenida la tecla (1-) tecla por más de 4 segundos, el display mostrará “ConF”, que es el menú de configuración de los parámetros del

controlador; sin embargo, no es posible modificarlo. Para volver a la indicación normal de (1-) temperatura, pulse la tecla por 2 segundos.

5. MANTENIMIENTO Y LIMPIEZA

- Asegurarse de que el condensador siempre tenga agua limpia y fría
- La cuba debe estar siempre llena de agua destilada, evitando que el sensor de temperatura quede descubierto o expuesto al ambiente.
- Cambiar seguidamente el agua dentro de la cuba, evitando la formación de hongos dentro de esta, para esto retirar el agua contenida por medio del drenó (26).

Anexo 3. Plan de trabajo del método determinación de la concentración de grasas y aceites, e hidrocarburos

	<p>PLAN DE TRABAJO DEL METODO DETERMINACION DE LA CONCENTRACION DE GRASAS Y ACEITES, E HIDROCARBUROS</p>
---	---

PLAN DE TRABAJO DEL MÉTODO DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE GRASAS Y ACEITES, E HIDROCARBUROS POR MEDIO DE LA EXTRACCIÓN SOXHLET

Presentado por: Manuela Salgado Betin

Cargo: Practicante de Ingeniería Química de la Universidad de Antioquia

Cronograma habitual de actividades

1. Lunes: Preparación de insumos y materiales para la práctica experimental

- 1.1 Se debe verificar como primera medida la disponibilidad de balones de extracción, es decir la cantidad de balones limpios y secos disponibles, en caso de no completar un total de 10 balones limpios y secos, proceder a lavarlos de manera inmediata, para introducirlos lo antes posible a la estufa, específicamente a 104°C por 30 min, y luego esperar 2 horas como mínimo para poder disponer de ellos.
- 1.2 Luego de verificar la disponibilidad de balones, se procede con el proceso de filtración de las muestras, primero se deben filtrar mínimo 10 muestras, las cuales se dispondrán para los 10 balones que hemos dispuesto anteriormente. Luego de tener las 10 muestras filtradas, se procede con su secado, para esto se dispone de un corte de papel aluminio para poner las muestras e introducirlas al horno a 104°C por 30 minutos.
- 1.3 Al transcurrir las 2 horas de enfriamiento de los balones, se procede a pesar cada uno de ellos, con su debida demarcación que implica la fecha del día, es decir día y mes, por ejemplo, si hoy es 18 de febrero de 2021, la demarcación será la siguiente:

18/02/21 #1, y así sucesivamente hasta el balón 10, por preferencia el balón se debe marcar el parte superior de la boquilla con un marcador negro.

- 1.4 Cuando ya se tienen los balones pesados y las muestras filtradas y secas, se puede realizar el montaje para el procedimiento de extracción de grasas y aceites en el equipo de extracción soxhlet, ubicado en el tercer piso del laboratorio de HidroQuímica.
- 1.5 Si el analista no tiene alguna otra actividad destinada para realizar en el tiempo de extracción, puede filtrar otras 10 muestras que pueden ser destinadas para realizar su extracción el martes.
- 1.6 No es aconsejable dejar el proceso de extracción en el equipo soxhlet sin vigilancia previa durante las 5 horas de extracción, el analista puede supervisar durante este tiempo, para que esté pendiente y no ocurra alguna inconformidad como por ejemplo que en las bombas de recirculación se desprendan las mangueras, o que el agua de recirculación en los condensadores esté muy caliente, y por esto el *n*-hexano se evapore por todo el lugar y no se genere como tal el reflujo en cada cámara de extracción.
- 1.7 El analista debe tener presente la hora de inicio del proceso de extracción, esto con el fin de poder contabilizar el tiempo de extracción, en caso de que el lunes no se alcance a cumplir el tiempo del lote, el analista debe tener en cuenta la hora de inicio, para contabilizar el tiempo restante del proceso, y así saber que tiempo empleara el martes a comienzo del turno.

2. Martes:

- 2.1 Al comenzar la jornada se debe encender el soxhlet y la recirculación de agua de refrigeración en caso de que el día anterior no se hay cumplido con el tiempo de extracción del lote del lunes.
- 2.2 En caso de contar con el equipo soxhlet disponible para montaje, repetir lo más pronto posible lo indicado en el numeral 1.1, con el fin de verificar la disponibilidad de balones; en caso de no tener muestras filtradas, proceder a repetir lo indicado en el numeral 1.2.
- 2.3 Al momento de realizar el montaje de extracción del lote del martes, el analista durante ese tiempo de extracción puede realizar el proceso de recuperación en el equipo rotaevaporador, este está predestinado para realizarse en más o menos 2 horas aproximadamente, para los 10 balones de extracción, es decir al momento de tener listo el lote, se puede hacer la recuperación del lote del día anterior.
- 2.4 Si el analista requiere realizar el proceso de hidrocarburos es aconsejable que lo realice mientras está haciendo la recuperación del solvente en el rotaevaporador, de esta maneja aprovecha el encendido del equipo, puesto que por lo general resultan muy pocos hidrocarburos.
- 2.5 Durante el tiempo restante el analista también puede ir a la zona de pesaje, en caso tal de que tenga algún lote pendiente por pesar y estabilizar.
- 2.6 Si el analista no dispone de otra actividad en el laboratorio puede realizar el proceso de filtración, teniendo en cuenta las observaciones en el numeral 1.2.

3. Miércoles

3.1 Revisar el numeral 1.1 nuevamente.

3.2 Verificar lo indicado en el numeral 2.2

3.3 Al momento de realizar el montaje de extracción del lote del miércoles, el analista durante ese tiempo de extracción puede realizar el proceso de recuperación en el equipo rotaevaporador; este está predestinado para realizarse en más o menos 2 horas aproximadamente, para los 10 balones de extracción, es decir al momento de tener listo el lote, se puede hacer la recuperación del lote del día anterior. Verificar numeral 2.4, 2.5 y 2.6.

4. Jueves

4.1 Continuar con el procedimiento indicado en el numeral 2.

5. Viernes

5.1 Continuar con el procedimiento indicado en el numeral 2.

Preparación de patrones estándar

Para el procedimiento de la determinación de grasas y aceites e hidrocarburos, se utilizan dos sustancias químicas, que representan como tal un ácido graso y un hidrocarburo, para este caso el ácido esteárico es el patrón de grasas y aceites, y el hexadecano es el patrón de hidrocarburos.

Observaciones:

- Ambos patrones se deben realizar cada 15 días en un lote de grasas.
- Para la realización del patrón de grasas, se procede a pesar aproximadamente 100 mg de ácido esteárico, este se diluye bajo un pequeño calentamiento con 10 ml de acetona, bajo la campana de extracción, se debe dejar un tiempo para esperar a que la acetona se evapore por completo y el sólido quede seco en el recipiente, luego se procede a realizar el proceso de filtración con una solución agua acidificada, que es preparada con 5 ml de HCl en 1000 ml de agua desionizada. Luego se trata la muestra con el mismo procedimiento descrito anteriormente hasta el montaje en el extractor soxhlet y recuperación de solvente.
- Para el patrón de hidrocarburos, es necesario pesar 50 mg de hexadecano y 50 mg de ácido esteárico en un mismo recipiente, adicionar 10 ml de acetona y filtrar con agua acidificada, como se indicó anteriormente en el procedimiento de preparación del patrón de grasas y aceites. La muestra es tratada de la misma forma hasta llegar al proceso de extracción y de recuperación del solvente.

Límites de Cuantificación

A partir de una solución de 80 mg de hexadecano en 100 ml de acetona.

Como se debía analizar el método en concentraciones muy bajas, específicamente por debajo de 10 mg/l, se preparó una solución que contenía 80 mg de hexadecano y se disolvió hasta aforar en un balón de 100 ml con acetona, con el fin de aproximarse a una concentración de 8 mg/L de hexadecano. A partir de la solución preparada se tomaron 10 partes de 10 ml de la solución y se les realizó el procedimiento habitual de preparación de patrones estándar; es decir, se tomaron 10 recipientes, los cuales contenían cada uno 10 ml de solución, estos se dejaron evaporar un tiempo hasta que el recipiente quedara completamente seco, con la cantidad aproximada de 8 mg de hexadecano, luego se procede a realizar el proceso de filtración con un litro de solución acidificada y seguidamente se realiza todo el procedimiento de extracción y recuperación de solvente.

Nota: En general se obtuvo una buena recuperación, la recuperación más baja fue de 75%, lo cual indica que el procedimiento se realizó de manera exitosa.

Observaciones generales del procedimiento

- Es muy importante revisar que las bombas de recirculación estén encendidas al momento de comenzar la extracción.
- Cambiar el agua de los tanques de agua, destinados para la refrigeración del proceso de extracción.
- Cambiar con frecuencia el agua que va destinada al proceso de destilación en el equipo rotaevaporador, para evitar que se formen algas.
- Es importante siempre mantener el sistema de refrigeración, como su nombre lo indica, lo más refrigerado posible; para esto se dispone de un refrigerador que contiene bolsas de hielo refrigerante, las cuales deben ser introducidas en el agua al momento de comenzar la extracción, pero también pasadas por lo menos 2 horas del proceso se debe cambiar las bolsas de hielo, para así garantizar que el agua de refrigeración siempre esté fría.
- La sílica gel que está contenida en el desecador, debe ser regenerada por lo menos cada 8 ó 10 días, esta regeneración se realiza en el horno a 150°C por 1 hora y media, así se garantiza que la sílica retenga la humedad.
- Es necesario pactar un horario de disponibilidad para el proceso de grasas y aceites, en cuanto a la utilización del horno, debido a que en muchas ocasiones el horno está ocupado con otros procedimientos de laboratorio.

Recomendación para el procedimiento de la determinación de grasas y aceites

- Adquisición de una balanza analítica, que en su mayor disposición sea para el proceso de grasas y aceites, debido a que la balanza actual presenta algunas veces inestabilidad.

- Adquisición de dedales de extracción, debido a que muchos de los que están actualmente disponibles, se encuentran en mal estado.
- Adquisición un nuevo desecador, ya que, debido a la alta disponibilidad de balones, es necesario acomodar los balones que quedan por fuera del desecador actual.
- Adquisición de Kitasato y un embudo büchner para el proceso de filtración.