

01177

7



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE INGENIERIA

DIFERENCIACION ANALITICA, POR VIA HUMEDA, DE GLICERIDOS E HIDROCARBUROS EN LA DETERMINACION DE GRASAS Y ACEITES PRESENTES EN AGUAS RESIDUALES

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Que para obtener el Grado de
MAESTRO EN INGENIERIA AMBIENTAL
P r e s e n t a
ING. GEORGINA FERNANDEZ VILLAGOMEZ

México, D. F.

2002



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

DIFERENCIACION ANALITICA, POR VIA HUMEDA, DE GLICERIDOS
E HIDROCARBUROS EN LA DETERMINACION DE GRASAS Y ACEITES
PRESENTES EN AGUAS RESIDUALES

Dedicado a:

José Gabriel

Rosalba Alejandra

Francisco Javier

José Luis

Jesús David y

Jorge Alfredo

TESIS QUE PRESENTA LA
ING. GEORGINA FERNANDEZ VILLAGOMEZ

Para obtener el grado de
"MAESTRO EN INGENIERIA AMBIENTAL"

CREDITOS POR TESIS 12 (Doce)

JURADO:

DR. PEDRO MARTINEZ PEREDA

P. Martínez Pereda

DR. RAUL CUELLAR CHAVEZ

R. Cuellar Chavez

M. EN I. SALVADOR AYANEGUI JARITZ

S. Ayanegui Jaritz

M. EN I. FRANCISCO MONTEJANO URANGA

F. Montejano Uranga

M. EN I. GABRIELA MOELLER DE JALIFE

G. Moeller de Jalife

COORDINADOR DE LA SECCION

SECRETARIO ACADEMICO

R. Cuellar Chavez
DR. RAUL CUELLAR CHAVEZ

M. Sergio Tirado L.
M. I. SERGIO TIRADO L.

C.U., México, D.F. Octubre de 1981.

CONTENIDO

	Pag.
AGRADECIMIENTOS	
I. INTRODUCCION	1
II. OBJETIVOS	4
III. DISEÑO Y DESCRIPCION DEL EXPERIMENTO	5
IV. RESULTADOS OBTENIDOS Y SU EVALUACION	13
V. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	23
VI. APENDICES	28
APENDICE 1. Norma Oficial Mexicana "Determinación de grasas y aceites en aguas residuales". DGN-AA-5-1973	29
APENDICE 2. Composición Típica de Desechos Domésticos.	35
APENDICE 3. Gráficas de Infrarrojo	36
APENDICE 4. Precisión y Exactitud del Método Desarrollado.	37
APENDICE 5. Métodos Instrumentales.	42
APENDICE 6. Métodos utilizados en la Extracción de Grasas y Aceites.	44
REFERENCIAS	53
BIBLIOGRAFIA	55

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

A G R A D E C I M I E N T O S

Por la Dirección y Asesoría en este trabajo de los Profesores:

DR. PEDRO MARTINEZ PEREDA

DR. RAUL CUELLAR CHAVEZ

M. EN I. SALVADOR AYANEGUI JARITZ

M. EN I. GABRIELA MOELLER DE JALIFE

M. EN I. FRANCISCO MONTEJANO URANGA

Por su colaboración en la Investigación:

AL PERSONAL DE COLGATE PALMOLIVE, S.A. EN ESPECIAL A:

ING. ARMANDO PATIÑO O.

ING. RODOLFO ROCHA GONZALEZ

ING. GENARO RODRIGUEZ ESPINOSA

ING. BENJAMIN DEL ARCO ORTIZ

Por su colaboración en la obtención de las Muestras:

ING. CARLOS SALAZAR SALAZAR

Por su colaboración en la obtención de la Información:

ING. MARIA TERESA ALARCON HERRERA

Por las diapositivas y material del Laboratorio:

SR. JORGE JALIFE ESCARZA

A G R A D E C I M I E N T O S

Por la Dirección y Asesoría en este trabajo de los Profesores:

DR. PEDRO MARTINEZ PEREDA

DR. RAUL CUELLAR CHAVEZ

M. EN I. SALVADOR AYANEGUI JARITZ

M. EN I. GABRIELA MOELLER DE JALIFE

M. EN I. FRANCISCO MONTEJANO URANGA

Por su colaboración en la Investigación:

AL PERSONAL DE COLGATE PALMOLIVE, S.A. EN ESPECIAL A:

ING. ARMANDO PATIÑO O.

ING. RODOLFO ROCHA GONZALEZ

ING. GENARO RODRIGUEZ ESPINOSA

ING. BENJAMIN DEL ARCO ORTIZ

Por su colaboración en la obtención de las Muestras:

ING. CARLOS SALAZAR SALAZAR

Por su colaboración en la obtención de la Información:

ING. MARIA TERESA ALARCON HERRERA

Por las diapositivas y material del Laboratorio:

SR. JORGE JALIFE ESCARZA

I. INTRODUCCION

La presencia de grasas y aceites en las aguas residuales de origen tanto urbano como industrial, origina problemas en los drenajes que las conducen, por ejemplo; depósitos, obstrucciones, peligros de incendio, explosión, etc.; en las plantas que tratan estas aguas hay formación de natas, interferencia en la transmisión de oxígeno a la biomasa, disminución en la velocidad de digestión anaeróbica de lodos, etc.; y en los cuerpos receptores de los efluentes, se presenta la formación de películas superficiales que impiden o retardan la reoxigenación de los ríos y lagos, existe interferencia en la respiración de los peces por obstrucción de las branquias, desarrollo de olores y sabores desagradables en la carne de peces y moluscos y efecto tóxico sobre algunas especies menores.

Las grasas y aceites pueden ser de origen vegetal y animal (glicéridos), o bien de origen mineral (hidrocarburos), ya que los primeros son biodegradables en su mayoría; en contraste con la baja biodegradabilidad de los segundos, debido a su toxicidad, en la actualidad es de mucho interés conocer para una agua residual, en su contenido de grasas y aceites, la fracción que pertenece a cada uno de los grupos químicos anteriores.

Existe otro factor que justifica la clasificación entre ambos grupos de compuestos debido a que actualmente en México se construyen y diseñan más plantas regionales de tratamiento para aguas residuales domésticas e industriales dentro de los distritos de control de contaminación de aguas. - Estos distritos funcionan como empresas independientes obteniendo los fondos necesarios para la construcción, operación y mantenimiento de sus instalaciones en base a las cuotas que paga cada usuario del sistema, uno de cuyos parámetros de cobro es precisamente el contenido de grasas y aceites, por lo que resulta necesario conocer cuáles usuarios descargan porciones más biodegradables de estos compuestos.

Las diferencias en el comportamiento de cada grupo de grasas y aceites se debe fundamentalmente a su estructura química, ya que los aceites de origen animal y vegetal, son susceptibles de reaccionar con los hidróxidos alcalinos, como la sosa o la potasa, para formar compuestos denominados jabones, los cuales son solubles en agua y en alcohol. Por otra parte, los hidrocarburos no reaccionan bajo las condiciones de saponificación con los hidróxidos antes mencionados, por lo que se les denomina "materiales insaponificables". Por ejemplo el n-octano es un hidrocarburo que no saponificaría, debido a la saturación de la molécula.

La característica anterior se aprovecha en el análisis de grasas y aceites de origen vegetal y animal para conocer su pureza.

En la bibliografía consultada no se encontró un método cuantitativo sencillo por vía húmeda que permita esta diferenciación, se pensó en la necesidad de desarrollar uno para su uso en trabajos de campo principalmente, o bien, en los laboratorios de control de las plantas de tratamiento, en los cuales se carezca de equipos suficientes para efectuar determinaciones instrumentales de alta precisión que permitan llevar a cabo la separación antes mencionada, como es el caso de cromatógrafo de gases y del espectrofotómetro de absorción -- infrarroja.

El método analítico empleado recibe el nombre de "Determinación de materia insaponificable" y uno de los objetivos fundamentales del presente trabajo consiste en asociar la determinación de grasas y aceites totales, que se realiza mediante la norma oficial (Ver Apéndice 1), con la determinación de materia no saponificable para conocer, por diferencia, el contenido de lípidos los cuales si son saponificables.

II. OBJETIVOS

Dado que no se conoce un solvente selectivo que nos permita separar glicéridos de hidrocarburos, el presente trabajo esta orientado hacia los siguientes objetivos:

1. Complementar la Norma Oficial Mexicana. "Determinación de grasas y aceites en aguas residuales". DGN-AA-5-1973 con una etapa posterior, que permita la diferenciación de los grupos químicos bajo estudio por vía húmeda en forma lo más sencilla posible.

2. Comprobar si el método analítico desarrollado es de uso práctico y proporciona resultados de precisión y exactitud convenientes.

III. DISEÑO Y DESCRIPCIÓN DEL EXPERIMENTO

Esta etapa del trabajo experimental estuvo integrada por las siguientes actividades:

- a. Investigación bibliográfica de los principales métodos analíticos empleados en la determinación de grasas y aceites en las fuentes de información que se presentan en el capítulo denominado bibliografía.
- b. Selección de métodos o combinación de métodos que permitan lograr la separación pretendida, por vía húmeda, con probabilidad de ofrecer resultados satisfactorios.
- c. Comprobación, a partir de muestras sintéticas de la eficiencia alcanzable en la separación deseada por el método seleccionado.
- d. Verificación de los resultados obtenidos en el inciso anterior mediante un procedimiento analítico instrumental de alta precisión.
- e. Aplicación del método seleccionado a muestras de -- aguas residuales.
- f. Evaluación de los resultados obtenidos.
- g. Elaboración de conclusiones y recomendaciones.

Para realizar esta parte del trabajo se estudió la norma Oficial Mexicana "Determinación de grasas y aceites en aguas residuales" DGN-AA-1973, y con base a sus recomendaciones se planteó la toma, transporte y conservación de las muestras reales, así como la preparación de las muestras sintéticas.

Preparación de las Muestras Sintéticas

Se efectuaron 17 muestras sintéticas para obtener un marco comparativo de precisión y exactitud del método en relación a las muestras de la planta (reales). Las muestras sintéticas se prepararon pesando porciones variables de:

Sebo blanqueado,

Aceite de Coco y ,

Aceite mineral NF-8, para integrar muestras de aproximadamente un gramo de peso; cada una se pesó directamente en un matraz de bola fondo plano de 500 ml. puesto previamente a peso constante.

El tratamiento efectuado a estas se describe a continuación:

1. Al matraz conteniendo la muestra se le agregó un volumen aproximado de 50 ml. de KOH alcohólica 0.5 N (se emplea esta

concentración para muestras que contienen de 1 a 2 gramos de materia saponificable).

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

2. Se efectuó un reflujo durante tres horas.

i) Si no se conoce cuanta materia saponificable hay - en la muestra y se supone sea superior a dos gramos, se puede adicionar al matraz unas gotas de fenolftaleína, si no hay vire a color rosa en la solución, - significa que se ha consumido la potasa y se debe de agregar mayor cantidad de esta, o elevar la concentración del reactivo inicial.

3. Se retira de la camisa o manta eléctrica, se deja -- enfriar un poco y se le vierten 100 ml. de agua destilada previamente calentada.

4. El contenido del matraz se transfiere a un cilindro de 250 mls. o a un frasco de boca esmerilada, se tapa y se agita lentamente.

5. Se le agregan 5 mls. de alcohol etílico.

6. Se le agregan unas gotas de fenolftaleína (2 ó 3) y si no hay vire a color rosa la solución se alcaliniza con NaOH.

7. Se efectúan 5 extracciones con porciones de 50 ml. de

eter de petróleo cada una. Tarar previamente el matraz en donde se va a realizar la recolección del eter con el hidrocarburo (fase superior).

- i). Si se presenta emulsión (turbiedad en las fases) se pueden adicionar unos gramos de NaCl para romper ésta.
- ii) Lavar el tapón del matraz con eter de petróleo después de cada agitación y antes de colocarlo en la mesa.
- iii) Las fases se separan por medio de un dispositivo de vidrio, diseñado de acuerdo a las dimensiones del cilindro o matraz.

8. El matraz se pone en Baño María para evaporar el disolvente a 50°C aproximadamente.

9. Se seca el matraz, se enfría y se coloca en un desecador, durante 20 minutos.

10. El matraz se pesa hasta que no exista variación en él.

11. Los resultados correspondientes se reportan en el cuadro número 1.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Extracción y Tratamiento de las Muestras Reales.

Dado que el contenido de grasas y aceites que se esperan en estas es baja, por tratarse de aguas residuales de origen doméstico e industrial, en las cuales la proporción de estas últimas es superior a las de origen doméstico, la tercera parte de ellas se reforzó mediante la adición de cantidades conocidas de los tres componentes de las muestras sintéticas.

De acuerdo con lo anterior, se efectuaron las siguientes actividades:

A. Muestreo

- A.1. Se tomaron tres muestras en frascos de vidrio de boca ancha a intervalos de 15 minutos, por duplicado. Estas muestras se tomaron en el influente de la planta de tratamiento.
- A.2. Se midieron: el pH, la temperatura del influente, así como la temperatura ambiente.
- A.3. Se acidularon las muestras con 2 ml. de HCl concentrado cada una, de acuerdo con el procedimiento que se sigue en la planta de tratamiento.

A.4. Las muestras se conservaron en el refrigerador del laboratorio hasta el momento de su análisis.

B. Extracción de Grasas y Aceites

B.1. La extracción se realizó de acuerdo al procedimiento de las Normas Oficiales de Muestreo y Análisis de Laboratorio para Aguas Residuales, ver Apéndice 1.

B.2. Las muestras se reforzaron con 100 mg. de grasas y aceites en las proporciones adecuadas. Estos 100 mg. se transfirieron directamente al dedal de extracción, después de ser pesados en un vidrio de reloj y con las mismas precauciones que se tuvieron al pasar las grasas y aceites de el frasco de boca ancha donde se tomó la muestra.

Al término de estos dos tratamientos, se efectúa exactamente el mismo método descrito para las 17 muestras sintéticas; con excepción de que al final del proceso se restan las cantidades conocidas de hidrocarburo (aceite mineral), que se adicionó para reforzar las muestras.

Los resultados de esta parte se encuentran repor-

tados en el cuadro número 2.

Posteriormente se tomaron 4 muestras simultáneas - en el desarenador de la planta y se trataron de acuerdo al - procedimiento mencionado para muestras reales, éstas últimas no fueron reforzadas y se efectúan con el fin de obtener pre cisión del método en este tipo de muestras. Los resultados se encuentran reportados en el cuadro No. 3.

Aparatos y Equipos

- Aparato de extracción Soxhlet estilo II.
- Fuente de vacío.
- Embudo Buchner subestilo III a de 12 cm. de diámetro.
- Manto eléctrico de calentamiento.
- Material común de laboratorio.
- Aparato para "baño maría".
- Balanza analítica.
- Cilindro o matraz con tapón esmerilado y con tapón de - hule horadado.
- Tubo de vidrio para doblar.

Materiales y Reactivos

- Papel filtro "Whatman" No. 40 de 11 cm. de diámetro.
- Discos de tela muselina de 11 cm. de diámetro

- Suspensión filtro ayuda, tierra de diatomáceas-sílice;
10 g/l de agua destilada.
- Acido clorhídrico concentrado.
- Hexano normal con punto de ebullición de 69°C o tricloro
rotrifluoretano (freón) de punto de ebullición de 47.5°C.
(Es preferible utilizar el freón en virtud de que no es
inflamable. Cualquiera que sea el solvente usado, éste
no debe dejar residuo al evaporarse).
- Matraz de boca ancha (1 l)
- Hidróxido de potasio 0.5 N.
- Alcohol etílico.
- Fenolftaleína.
- Eter de petróleo.
- Cloruro de sodio.

IV. RESULTADOS OBTENIDOS Y SU EVALUACION

Los resultados obtenidos se encuentran en los cuadros del 1 al 3, siendo el cuadro número 4, el que únicamente presenta la precisión y recuperación de los métodos reportados en los Métodos Estándares para extracción de grasas y aceites.

El cuadro No. 1, contiene los datos obtenidos para las 17 muestras sintéticas integradas por diferentes proporciones de grasa y aceite de origen animal, vegetal y mineral, así como el material recuperado en mg y en % en peso.

- Solamente se le tomó análisis cualitativo en el infrarrojo a la muestra número 9, sus gráficas se compararon con las obtenidas del aceite mineral que se tomó para preparar las muestras sintéticas, resultando bastante similares, con lo cual se comprueba que el 0.03 gramos que aparece en exceso en el peso final del matraz, no es materia saponificable.

- De las 17 muestras sintéticas que se trataron en el laboratorio se desecharon cuatro datos, debido a errores experimentales, como son:

- i) No se efectuaron las cinco extracciones con el solvente.
- ii) Se efectuó una agitación violenta en las prime-

ras extracciones, lo que originó una proyección del solvente, perdiéndose parte del hidrocarburo.

- iii) Se incendió una muestra debido a lo inflamable del solvente.
- iv) El tubo en U, se colocó en la interfase líquido-líquido, la cual contiene jabón el que es arrastrado hacia el matraz en donde se recibe el hidrocarburo, alterando el peso del recipiente.

- La exactitud del método es de 83%, que corresponde a la recuperación promedio de hidrocarburos, la cual resulta relativamente más baja que en otros métodos reportados en la literatura, cuyos valores se encuentran en el cuadro No. 4.

- La recuperación mayor es de 106% y la menor es de -- 63.57, con lo cual se deduce que con más experiencia el % de recuperación se puede mejorar y acercar a un 100%.

- La desviación normal es de 13.98 % , observando el cuadro No. 4, se puede afirmar que el método es menos preciso que los otros métodos reportados.

El cuadro No 2, representa los resultados en la primera etapa de la investigación con muestras reales, en la -- cual fueron tomadas estas en el influente de la planta de tra

tamiento, a intervalor de 15 minutos; en este cuadro se pueden observar las diferentes variaciones de algunos de los parámetros y de los mismos hidrocarburos que es el parámetro de interés.

- Las muestras tomadas a las 11.43 A.M., difieren en el contenido de grasa y aceites; esto se puede deber a errores gravimétricos o en la manipulación del matraz.

- Las muestras tomadas a las 12.00 A.M., contienen cantidades de grasas y aceites bastante parecidos, así como las muestras de las 12.15 P.M.

- Las muestras 3 y 5, aparecen como reforzadas, pues fué un intento para obtener la exactitud del método en muestras reales, lo cual no es fácil de lograr pues influye en gran parte el muestreo perfectamente bien hecho y un tratamiento de las muestras exactamente igual en todos los pasos.

- Se puede observar que el contenido de grasas y aceites totales varía entre 77,0000mg/l y 90.8219 mg/l, en un lapso de poco más de 30 minutos, lo cual es congruente, pues se arrojan grasas del lavado de los pisos de las fábricas y de las cocinas de las mismas.

- El pH también tiene una variación de 3 unidades, ten-

diendo a alcalinizarse las aguas residuales en ese lapso de tiempo, debido a las diferentes características de los efluentes de cada una de las industrias y de las de origen doméstico.

- En las muestras de las 12.15 hrs., disminuye nuevamente el contenido de glicéridos, puede deberse a que los desechos son de origen doméstico en mayor cantidad que de origen industrial a esa hora, o al aseo de los alimentos en las cocinas de las fábricas.

- Los espectros del infrarrojo, APENDICE 3, tomadas a los residuos de la saponificación, muestran la presencia de los hidrocarburos, (debido al pico característico entre 2800 y 3000 cm^{-1} de frecuencia, así como los grupos $-\text{CH}_2-$ en frecuencias menores de 1 900 cm^{-1} . También aparece el pico característico de los aromáticos en el intervalo de 700 a 800 cm^{-1}). - Estos espectros, aparecen más o menos claros para los residuos de las muestras de las 11.43 y de las 12.00 hrs., no así para las muestras de las 12.15 hrs.

- Las gráficas de los residuos de las muestras de las 12.15 hrs., aparecen como líneas rectas, esto se puede deber a dos causas:

- i) Que los cristales del aparato hayan estado mal colocados en el momento de hacer el análisis de la muestra.
- ii) Que la cantidad del hidrocarburo haya sido muy pequeña.

La segunda suposición es la más adecuada, ya que analizando este cuadro, se observa que estas últimas muestras tienen entre 8.14 y 9.90 % de hidrocarburos, que representa una cantidad muy pequeña.

El cuadro No. 3, tiene los resultados de cuatro muestras reales, tomadas simultáneamente en el desarenador de la planta de tratamiento de aguas residuales; con estas muestras, se obtuvo la precisión del método tanto en mg/l como en % en peso.

La muestra I, tiene un contenido mayor de hidrocarburos, comparativamente con la muestra II, que presenta un contenido de hidrocarburos menor; se puede deber a que el muestreo en paralelo, no fué perfecto, así como la extracción de las grasas y aceites, y su diferenciación no fue exactamente igual para las cuatro muestras.

La desviación normal en estas muestras reales es de 9.99% (precisión), o de 4.3 mg/l, observando nuevamente el cuadro No. 4 se puede apreciar que la desviación es mayor que las citadas para los otros métodos revisados.

CUADRO No. 1

MUESTRAS SINTETICAS

MUESTRA NO.	SEBO BLAN QUEADO mg	ACEITE DE COCO mg	ACEITE MINERAL ORIGINAL mg	ACEITE MINERAL RECUPERADO mg	ACEITE MINERAL RECUPERADO %
1	500	400	90	65.1	72.33
2**	500	350	160	38.6	
3	500	300	210	133.5	63.57
4	500	250	252.6	235.2	93.11
5**	500	200	302	88.1	
6	450	200	353.3	277.9	78.66
7	400	200	410	379.8	92.63
8	350	200	450	321.5	71.44
9	400	100	500	530.0	106.00
10**	250	200	550	172.8	
11	200	200	600	582.1	97.02
12	150	200	664.9	435.8	65.54
13	150	150	708.4	522.1	73.70
14	100	150	750	700.1	93.35
15	100	100	800	808.8	101.10
16**	50	100	860	438.6	
17	50	50	910	643.1	70.67

** errores fuera de control

% de recuperación promedio: 83.00 (exactitud). (ver apéndice 4).

Desviación normal: 13.98 (precisión)

% de recuperación mayor: 106.00

% de recuperación menor: 63.57

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

CUADRO No. 2

MUESTRAS REALES

Fueron tomadas en el influente de una planta de tratamiento. pH original: 6. (muestras 2 y 3); pH original: 9 (muestras 1, 5, 4 y 7).

MUESTRA No.	GRASAS Y ACEITES TOTALES mg/l	HIDROCARBUROS. mg/l	HIDROCARBUROS. %	GLICERIDOS. %	HORA
2	77.0000	22.0000	28.57	71.43	11.43 AM
3*	85.5319	13.6170	15.92	84.08	11.43 AM
1	81.1428	48.7100	60.03	39.97	12.00 AM
5*	84.6154	51.2308	60.94	39.46	12.00 AM
4	89.0588	8.8235	9.90	90.10	12.15 AM
7	90.8219	7.3970	8.14	91.86	12.15 AM

* Muestras reforzadas.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

CUADRO No. 3

MUESTRAS REALES

Fueron tomadas en el desarenador de la planta de -
tratamiento de aguas, simultáneamente a las 11:00 A.M. - -
pH original: 7.

MUESTRA No.	GRASAS Y ACEITES TOTALES	HIDROCARBU ROS. mg/l	HIDROCARBU- ROS. %	GLICERIDOS %
I	31.6	22.4	70.89	29.11
II	21.1	10.7	50.71	49.29
III	34.4	15.1	43.89	56.11
IV	25.5	13.4	52.55	47.45

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

CUADRO No. 4 PRECISION Y RECUPERACION PARA LOS SEIS
METODOS QUE SE ENCUENTRAN EN LOS METO-
DOS ESTANDARES.

METODO	EDICION DE METO DOS ES- TANDARES	PRECISION EN AGUAS NEGRAS (mg)	PRECISION MUESTRAS SINTETICAS	RECUPE RACION %	No. DE MUES- TRAS.
Partición Gravimétri ca.	11		0.9 mg	93	
Partición Infrarrojo	11	1.4		99	
Extracción Soxhlet	11	1.1		88	
Extracción de grasas y aceites en lodos.	11		4.6%		6
Hidrocarbu- ros(sílica)	11			97.2	10
Hidrocarbu- ros y glice ridos conte nidos en gra sas (cromato grafía).	13	0.26 y 1.06	2.68 mg	91.8	18

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

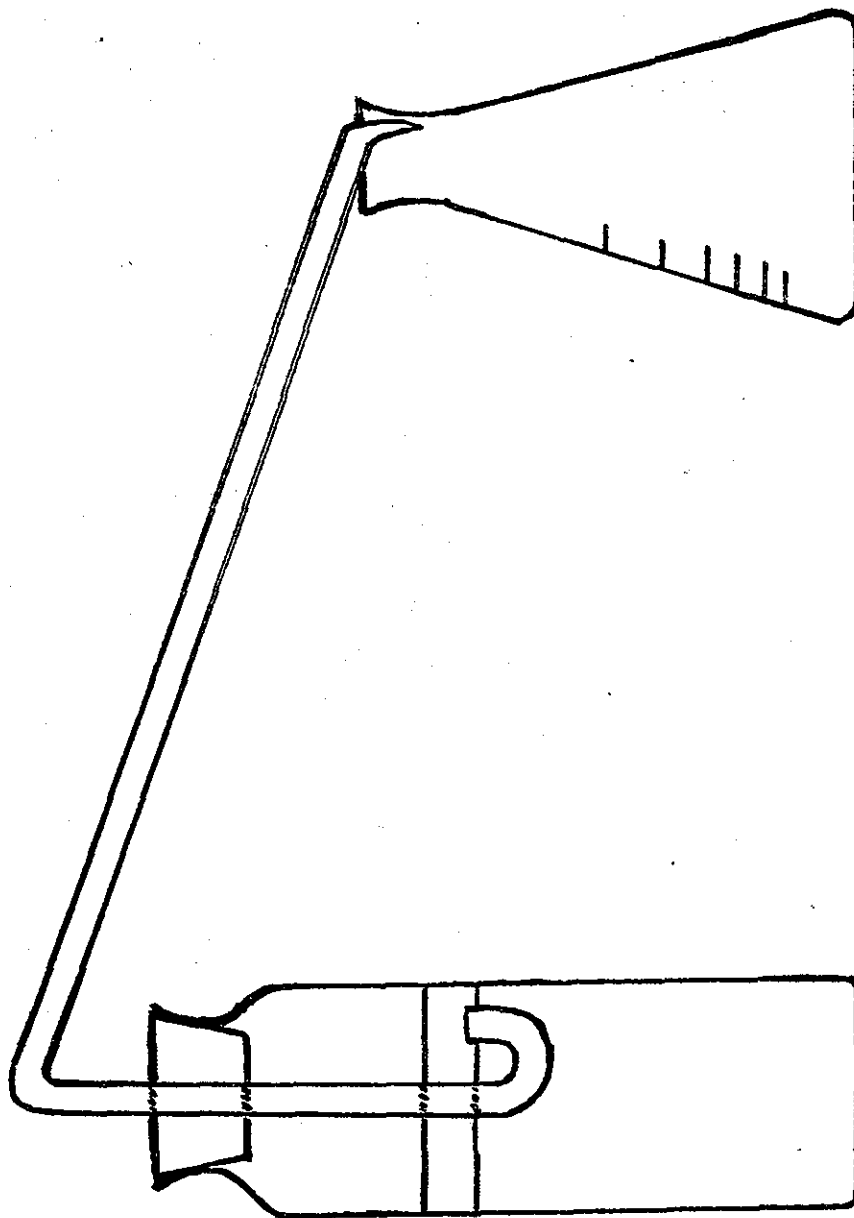


FIGURA 1.

Dispositivo para separar las fases.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

V. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

CONCLUSIONES

1. El método de saponificación se emplea ordinariamente en la industria de aceites, grasas y jabones para medir la pureza de los productos vegetales y animales que constituyen las materias primas principales, como base para determinar su precio.
2. El método estudiado acarrea todos los errores que presenta el procedimiento de extracción de grasas y aceites - por soxhlet, ya que se parte desde el momento en que se tiene en el matraz de bola los hidrocarburos y los glicéridos mezclados.
3. El método desarrollado, es útil en los laboratorios donde la disponibilidad del equipo electrónico no es muy grande, ya que en la actualidad se tiende a la semiautomatización desde el muestreo hasta el momento en que se hace el análisis de las aguas residuales. Esto se lleva a cabo en los sitios cuyos recursos económicos lo permiten. (Ver Apéndice 5).
4. El método presenta las siguientes ventajas respecto a los demás procedimientos actualmente empleados: (Ver Apéndice 6)

- a. Los únicos aparatos que se requieren son:
balanza de precisión
estufa
extractor soxhlet
material común de laboratorio.
 - b. Aún cuando el número de reactivos requeridos por el método es un poco mayor que el empleado en los otros métodos, su costo es menor.
 - c. En comparación con el método de separación de hidrocarburos (método D. Ed. 13), no se presenta interferencia con la polaridad de ciertos compuestos, ya que la separación se lleva a cabo por una reacción de sustitución que asegura una separación más completa.
5. El método presenta las siguientes desventajas respecto a los demás procedimientos que se emplean actualmente:
- a. Se tiene una duración de cuatro horas y media aproximadamente para cada separación de los glicéridos y de los hidrocarburos.
 - b. Se debe de considerar la presencia de materia no saponificable en los glicéridos, lo cual eleva el contenido aparente de hidrocarburos.
 - c. El número de manipulaciones es mayor, lo cual aumen-

ta la probabilidad de error experimental.

6. Para muestras sintéticas, todos los métodos estudiados - permiten conocer tanto su precisión como su exactitud; pero, para muestras reales solo es posible determinar su precisión (desviación normal), mediante la ejecución de varios análisis sobre muestras paralelas.

RECOMENDACIONES

1. En virtud de haberse experimentado la inflamación de una de las muestras sujetas a análisis, se propone modificar el método empleando freón, que no es inflamable, en vez de éter de petróleo y del n-hexano, en las extracciones. En caso de continuarse utilizando solventes inflamables es recomendable usar ropa de algodón, la cual no produce chispas.
2. Con objeto de reducir el costo por concepto de consumo de solventes, se sugiere recuperarlos por destilación.
3. Se recomienda para la parte de extracción del hidrocarburo un cilindro del menor diámetro posible, con objeto de obtener una mayor eficiencia en la separación de las fases.
4. Con el fin de conocer mejor las ventajas que este método

pueda ofrecer, se sugiere implantarlo como un método tentativo, ensayandolo a la par con otros métodos más precisos, como por ejemplo el de partición infrarrojo.

5. Se sugiere este método como una prolongación de la norma en vigor, para efectuar la diferenciación de hidrocarburos y glicéridos en aguas residuales. Esta práctica puede permitir identificar el origen de descargas contaminantes de industrias específicas. Por ejemplo, los efluentes de rastros, fábricas de aceites comestibles, empaca--doras y jaboneras, son ricas en glicéridos y muy escasas en hidrocarburos; en contraste, con los desechos líquidos provenientes de talleres, refinerías, industria petroquí--mica y servicios automotrices, los que son altos en contenidos de hidrocarburos.

6. Con el propósito de mejorar la precisión y exactitud de los métodos tradicionalmente utilizados, así como del que se -desarrollo para la ejecución de este trabajo, se propone -continuar la búsqueda de solventes selectivos, con los cuales podría suprimirse la etapa de extracción con soxhlet, lo que redundaría en una mayor sencillez y menor duración en el tiempo de realización del análisis.

7. Aún cuando el método desarrollado no tiene en esta etapa inicial una exactitud (83%) tal alta como se desearía, permite ya emplearse como una herramienta útil dentro de las plantas de tratamiento de aguas residuales para conocer en que medida se remueven, en cada etapa del proceso, tanto los hidrocarburos como los glicéridos.

VI. A P E N D I C E S .

APENDICE 1

Norma Oficial Mexicana "Determinación de grasas y aceites en aguas residuales". DGN-AA-5-1973

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: - Estados Unidos Mexicanos.-Secretaría de Industria Comercio. Dirección General de Normas.-Departamento de Normalización Nacional.-Química.-Expediente: 15/V.

AVISO AL PUBLICO

Con fundamento en lo dispuesto en los artículos 1º, 2º, 4º, 23 inciso C y 26 de la Ley General de Normas y de Pesas y Medidas, publicada en el "Diario Oficial" de la Federación con fecha 7 de abril de 1961, esta Secretaría ha aprobado la siguiente Norma Oficial Mexicana. "Determinación de Grasas y Aceites en Aguas Residuales". DGN-AA-5-1973.

NORMA Oficial Mexicana. "Determinación de grasas y aceites en aguas residuales". DGN-AA-5-1973.

1. ALCANCE

Esta Norma cubre el método para determinar el contenido de grasas y aceites hasta una concentración de 650 mg/l en -- aguas residuales, por medio de extracción con solvente emplea

do el aparato Soxhlet.

2. RESUMEN

El método consiste en acidificar una muestra líquida para formar una masa que se separa por filtración. De esta masa se hace la extracción usando un solvente con ayuda del aparato Soxhlet.

3. DEFINICIONES

3.1 Agua Residual

Es el líquido de composición variada proveniente de usos municipal, industrial, comercial, agrícola, pecuario o de cualquier otra índole, ya sea pública o privada, y que por tal motivo haya sufrido degradación o alteración en su calidad original.

4. APARATOS Y EQUIPO

Aparato de extracción Soxhlet, estilo II. (Ver inciso 9.2.5.). Fuente de Vacío.

Embudo Buchner subestilo III a. (Ver inciso 9.2.5), de 12 cm. de diámetro.

Manto eléctrico de calentamiento.

Material común de laboratorio.

5. MATERIALES Y REACTIVOS

Papel filtro "Whatman" No. 40 de 11 cm. de diámetro.

Discos de tela muselina de 11 cm. de diámetro.

Suspensión filtro ayuda, tierra de diatomáceas-sílice;
10 g/l de agua destilada.

Acido clorhídrico concentrado. Hexano normal con punto de ebullición de 69°C o triclorotrifluoretano de punto de ebullición de 47.5°C. (Ver inciso 9.1.2)

6. PREPARACION DEL ESPECIMEN

Se colecta la muestra de agua residual en un matraz de boca ancha aforado a un litro. Se agregan aproximadamente - 10 ml. del HCl hasta obtener un pH de 1.0.

7. PROCEDIMIENTO

7.1 Se prepara un filtro con el disco de tela de mulelina sobreponiéndole el disco de papel filtro, se coloca en el embudo "Buchner", se moja la tela y el papel, y se presiona - hacia abajo el contorno de este último.

7.2 Con ayuda del vacío, se pasan 100 ml. de la suspensión del filtro ayuda a través del filtro preparado. Se lava con 1 litro de agua destilada. Se aplica el vacío hasta que no pase más agua a través del filtro.

7.3 Se hace pasar la muestra acidificada a través del filtro preparado. Se aplica el vacío hasta que toda el agua haya sido filtrada.

7.4 Con una pinza se translada a un vidrio de reloj el papel filtro y el material adherido al disco de tela. Se limpian las caras y el fondo del recipiente colector, el agitador y el embudo Buchner con pedazos de papel filtro remojado en el solvente que se va a usar, teniendo cuidado de trasladar todas las capas de grasa formadas, y de recoger todo el material sólido. Se agregan los pedazos de papel filtro al vidrio de reloj. Se enrolla el papel filtro y los pedazos del mismo y se colocan en un dedal de extracción de papel. Se limpia bien el vidrio de reloj con papel filtro remojado en el solvente y se coloca éste y cualquier otro resto de material en el dedal.

7.5 Se seca el dedal con el papel filtro en una estufa de aire caliente a 103°C durante 30 minutos. Se llena el dedal con perlititas de vidrio. Se pesa el frasco de extracción y se extrae en el aparato Soxhlet usando hexano o triclorotrifluoretano a velocidad de 20 ciclos por hora, durante 4 horas.

7.6 Se destila el solvente del frasco extractor en un baño de agua a 85°C, o en el manto ajustado para una destila-

ción lenta, se seca el frasco colocándolo en un baño de vapor y se extrae el aire a través del frasco aplicando vacío por un tiempo de 15 minutos.

7.7. Se enfría el frasco en un desecador durante un período de 30 minutos y se pesa.

8. CALCULOS

La cantidad de grasas y aceites se calcula por medio de la siguiente fórmula:

$$G_t = \frac{1000 P}{v}$$

En Donde:

- G_t = Contenido de grasa total, en miligramos/litro
 P = Incremento en el peso del matraz, en miligramos.
 v = Volumen de la muestra, en mililitros

9. APENDICE

9.1 Observaciones

9.1.1 Cuando no se puedan hacer inmediatamente las determinaciones, las muestras deben preservarse agregando 1 ml. de ácido sulfúrico por cada 80 g. de muestra.

Las muestras no deben preservarse con cloroformo o benzoato de sodio cuando se vayan a hacer determinaciones

de grasas.

9.1.2 Es preferible usar el Triclorotrifluoretano en virtud de que no es inflamable. Cualquiera que sea el solvente usado, este no debe dejar residuo al evaporarse.

APENDICE 2Composición Típica de Desechos Domésticos. (7)

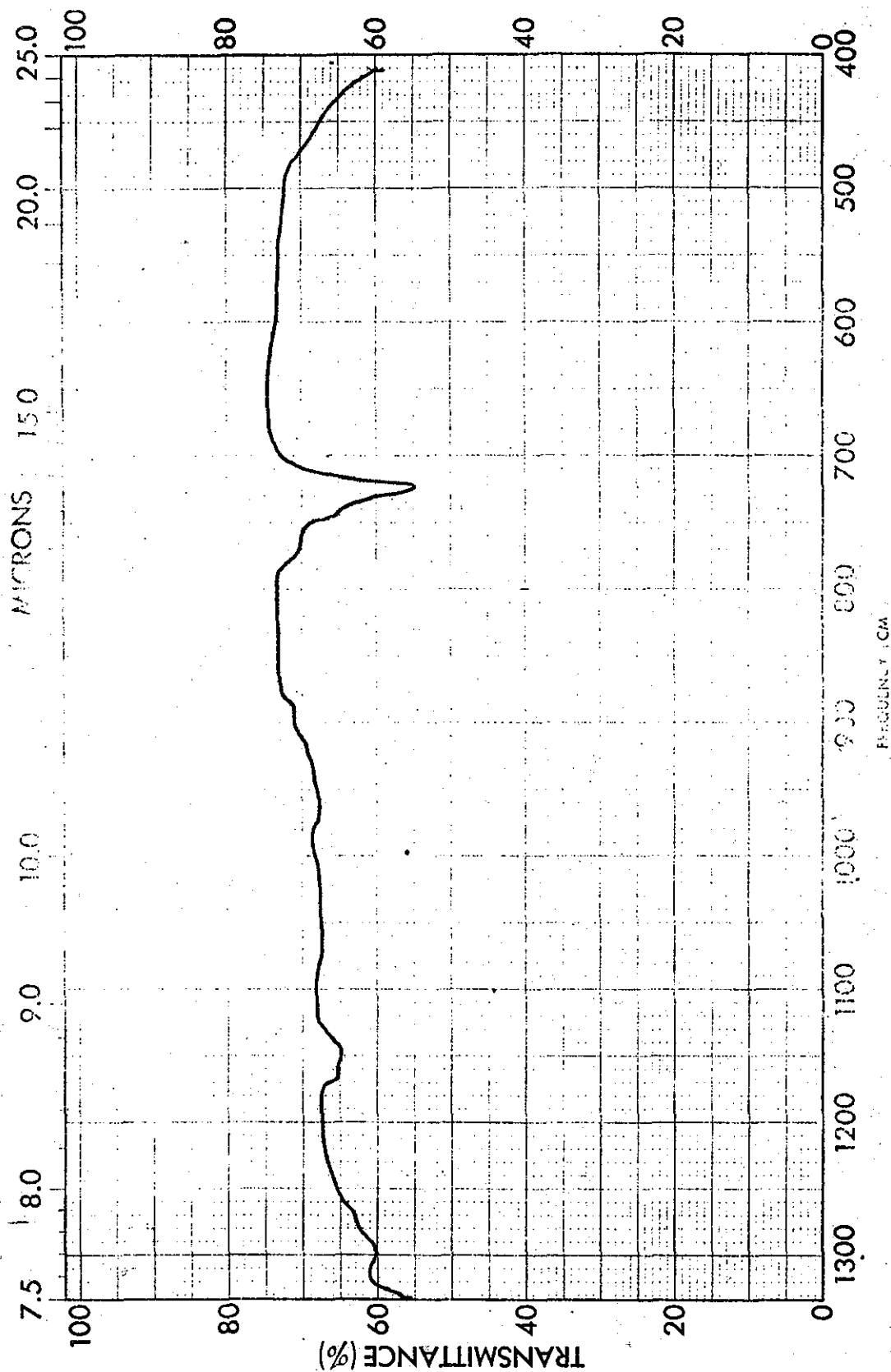
Todos los valores excepto los sólidos sedimentables es
tán expresados en mg/l .

CONSTITUYENTE	CONCENTRACION		
	FUERTE	MEDIA	DEBIL
. Sólidos Totales	1 200	700	350
. Disueltos, totales	850	500	250
Fijos	525	300	145
Volátiles	325	200	105
. Suspendidos, totales	350	200	100
Fijos	75	50	30
Volátiles	275	150	70
. Sólidos sedimentables (ml/l)	20	10	5
. Demanda Bioquímica de Oxígeno, 5 días 20°C (DBO ₅ -20°C)	300	200	100
. Demanda Química de Oxígeno (DQO)	1 000	500	250
. Nitrógeno, (Total como N)	85	40	20
Orgánico	35	15	8
Amoniacal libre	50	25	12
Nitritos	0	0	0
Nitratos	0	0	0
. Fósforo (Total como P)	20	10	6
Orgánico	5	3	2
Inorgánico	15	7	4
. Cloruros *	100	50	30
. Alcalinidad (como CaCO ₃)*	200	100	50
. Grasas	150	100	50

* Valores que se deben de incrementar por la cantidad existente en el agua de arrastre.

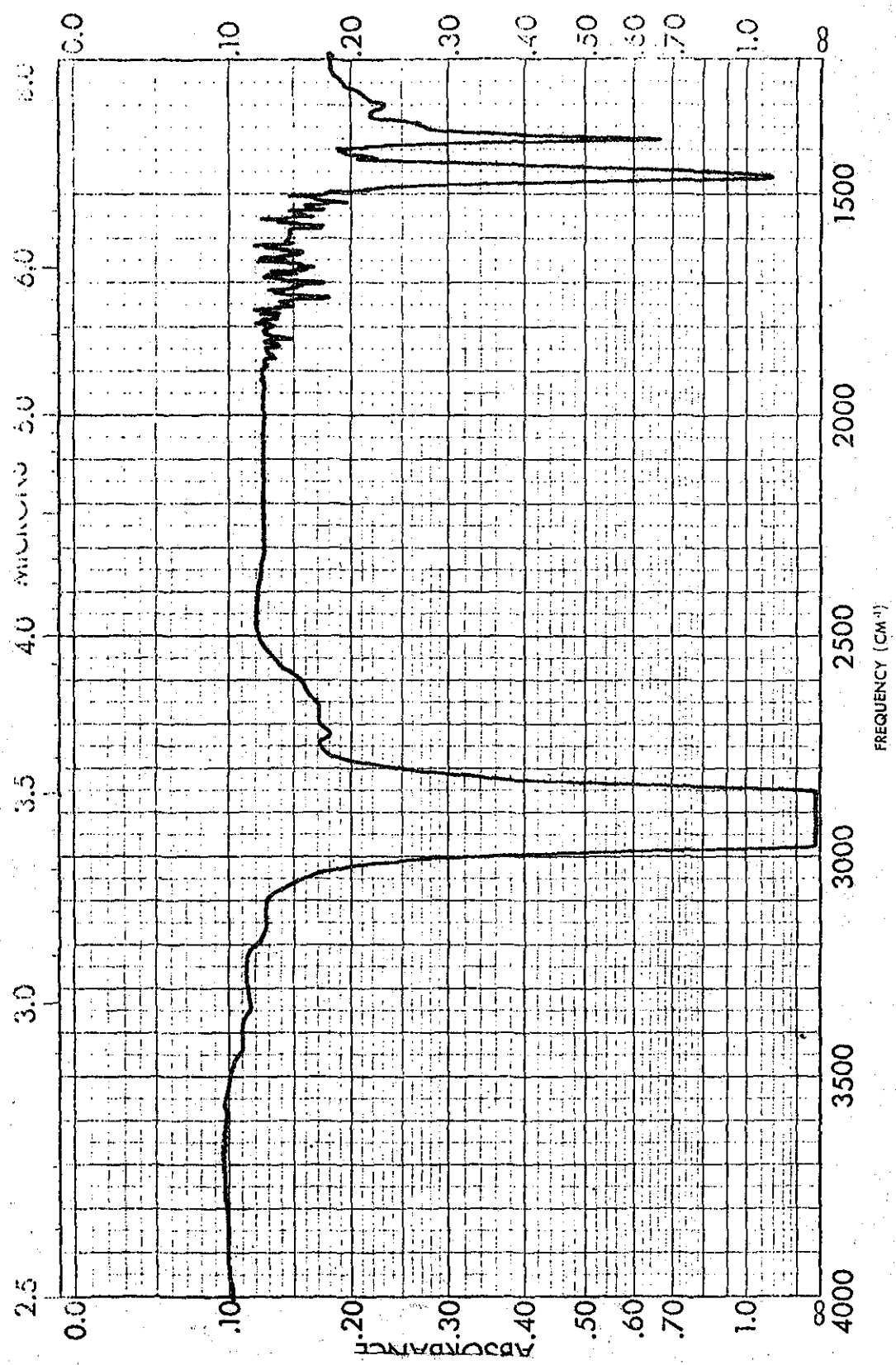
APENDICE 3

GRAFICAS DE INFRARROJO



SAMPLE <i>Acetic Mireal</i>	CURVE NO.	SCAN SPEED	OPERATOR
ORIGIN <i>Alabaria Prina</i>	CONC.	SIT	DATE <i>18 May 60</i>
SOLVENT	CELL PAIR	P. MARKS	
	REFERENCE		

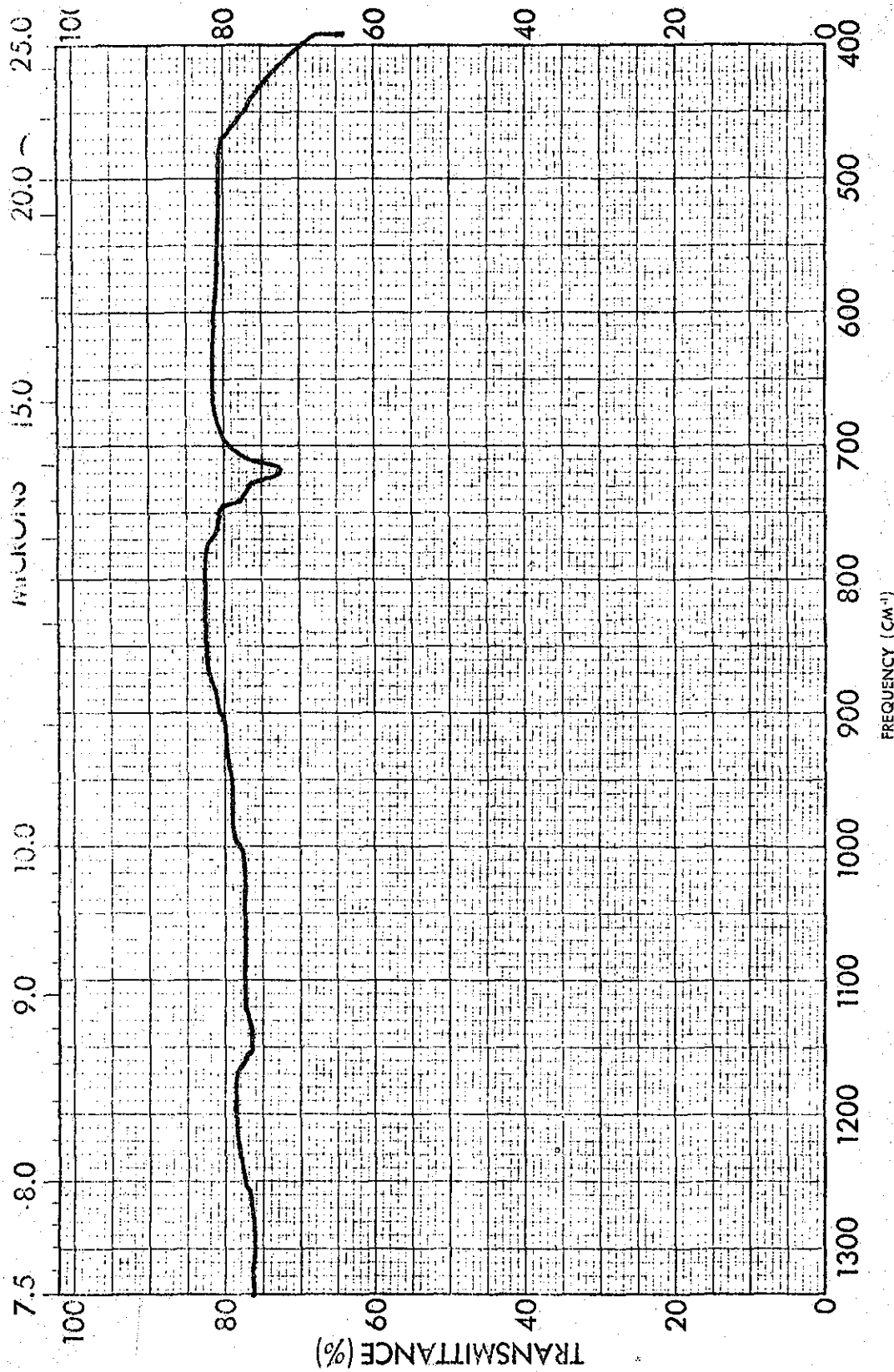
TESIS CON FALLA DE ORIGEN



SAMPLE <i>Acetic Mineral</i>	CURVE NO. _____	SCAN SPEED _____	OPERATOR _____
ORIGIN <i>Nature Prima</i>	CONC. _____	SPLIT _____	DATE <i>1/1/50</i>
SOLVENT _____	CELL PATH. _____	REMARKS _____	
	REFERENCE _____		

PERKIN-ELMER

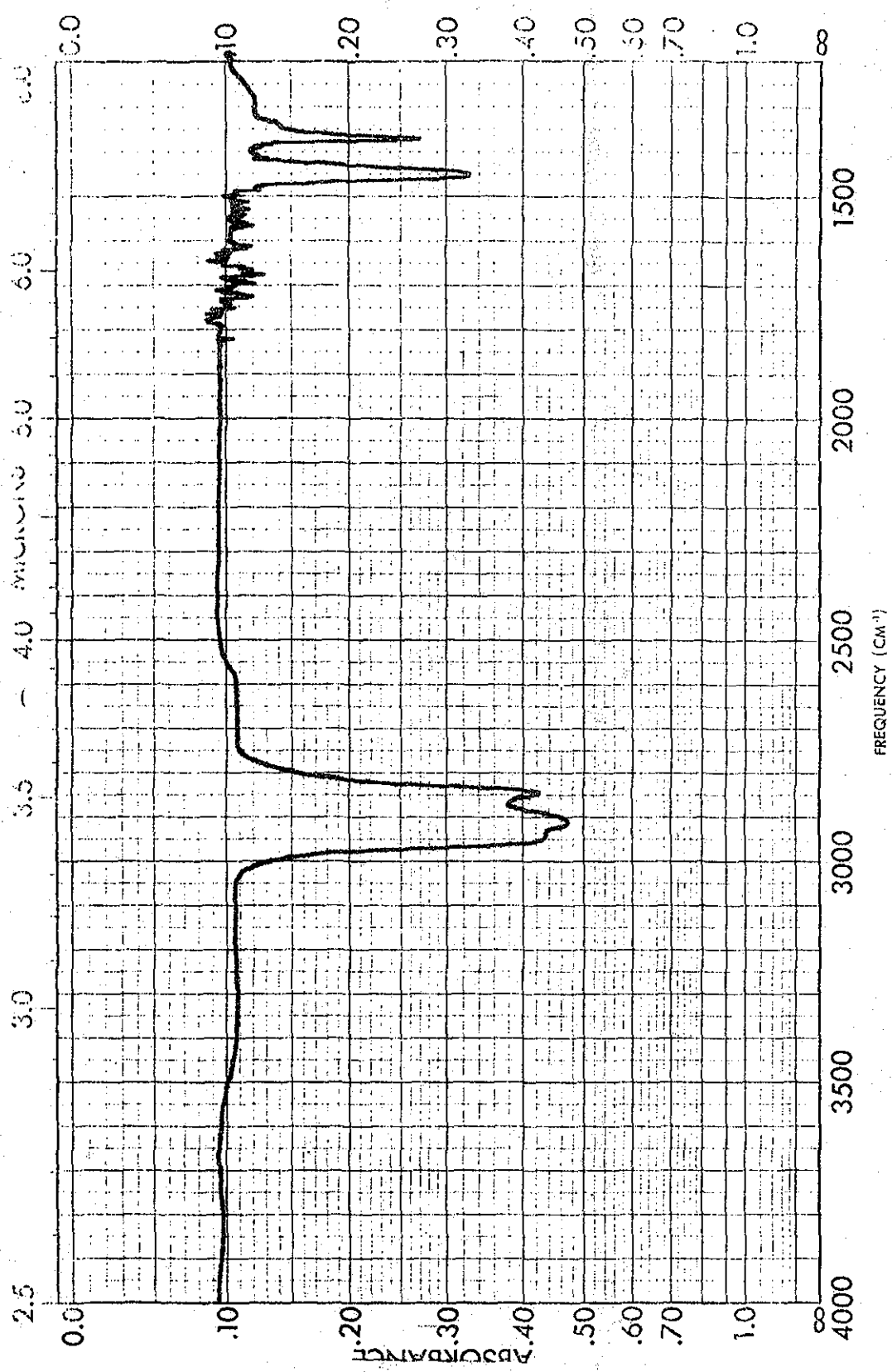
36-C



SAMPLE # 1	CURVE NO.	SCAN SPEED	OPERATOR
	CONC.	SUIT	DATE 2/11/51
ORIGIN	CELL PATH	REMARKS	
SOLVENT	REFERENCE		

PERKIN-ELMER®

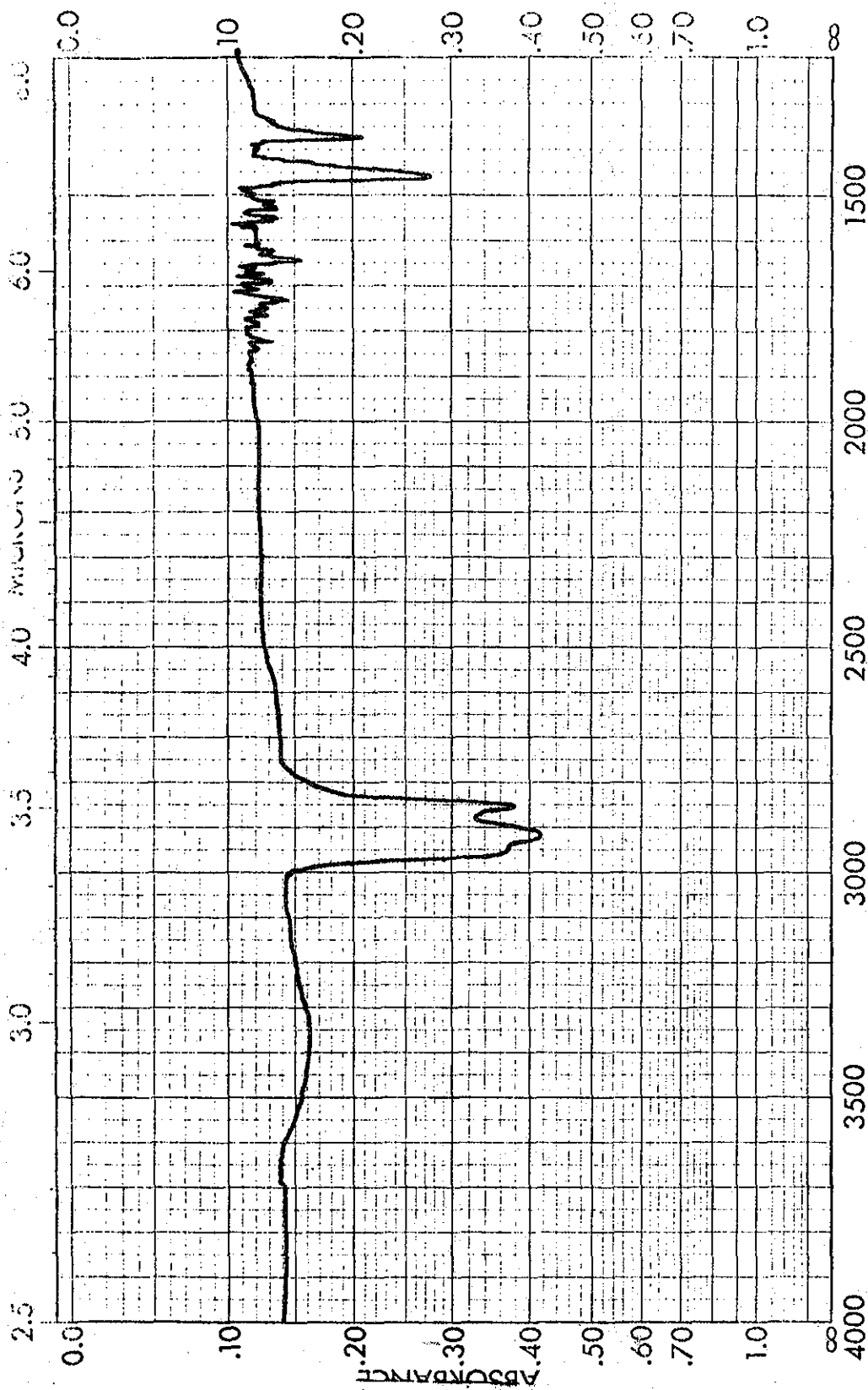
TESIS CON FALLA DE ORIGEN



SAMPLE # 1	CURVE NO.	SCAN SPEED	OPERATOR
	CONC.	SUIT	DATE 9/11/81
ORIGIN	CELL PATH	REMARKS	
SOLVENT	REFERENCE		

PERKIN-ELMER

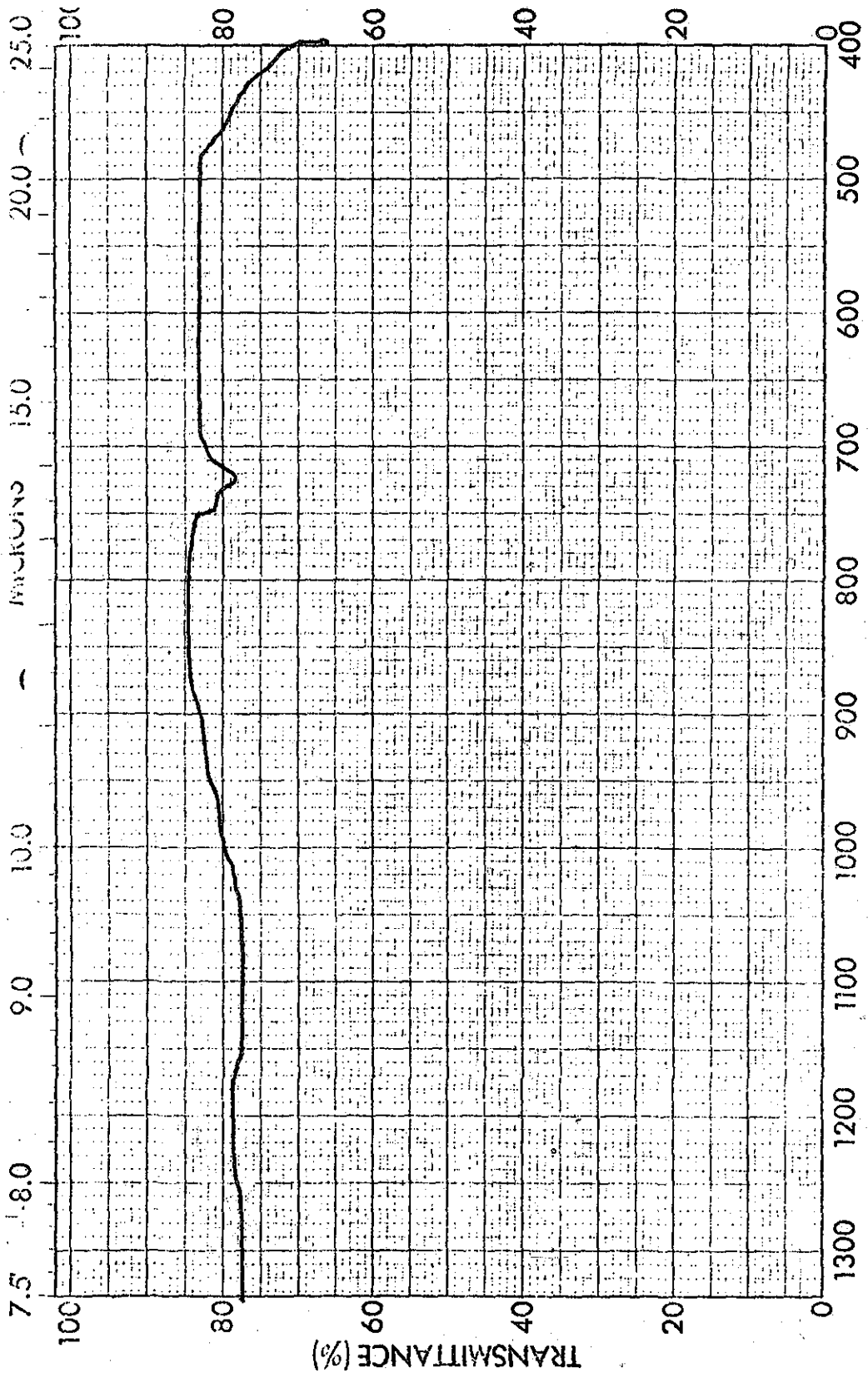
TESIS CON FALLA DE ORIGEN



SAMPLE # 2	CURVE NO.	SCAN SPEED	OPERATOR
ORIGIN	CONC.	SUIT	DATE 9/11/81
SOLVENT	CELL PATH	REMARKS	
	REFERENCE		

PERKIN-ELMER

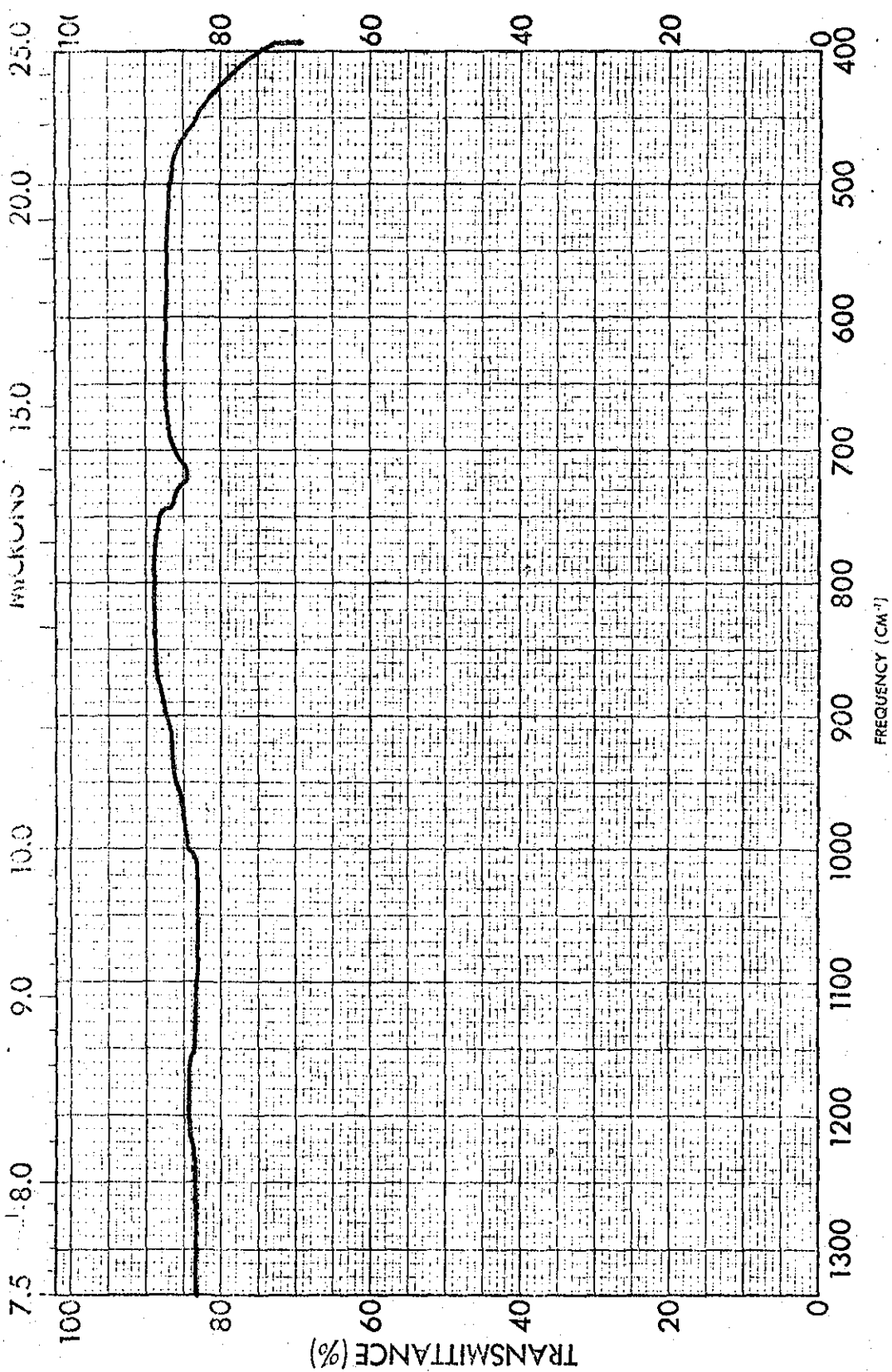
TESIS CON FALLA DE ORIGEN



SAMPLE <u>F 2</u>	CURVE NO.	SCAN SPEED	OPERATOR
	CONC.	SLIT	DATE <u>9/11/71</u>
ORIGIN	CELL PATH	REMARKS	
SOLVENT	REFERENCE		

PERKIN ELMER®

TESIS CON FALLA DE ORIGEN

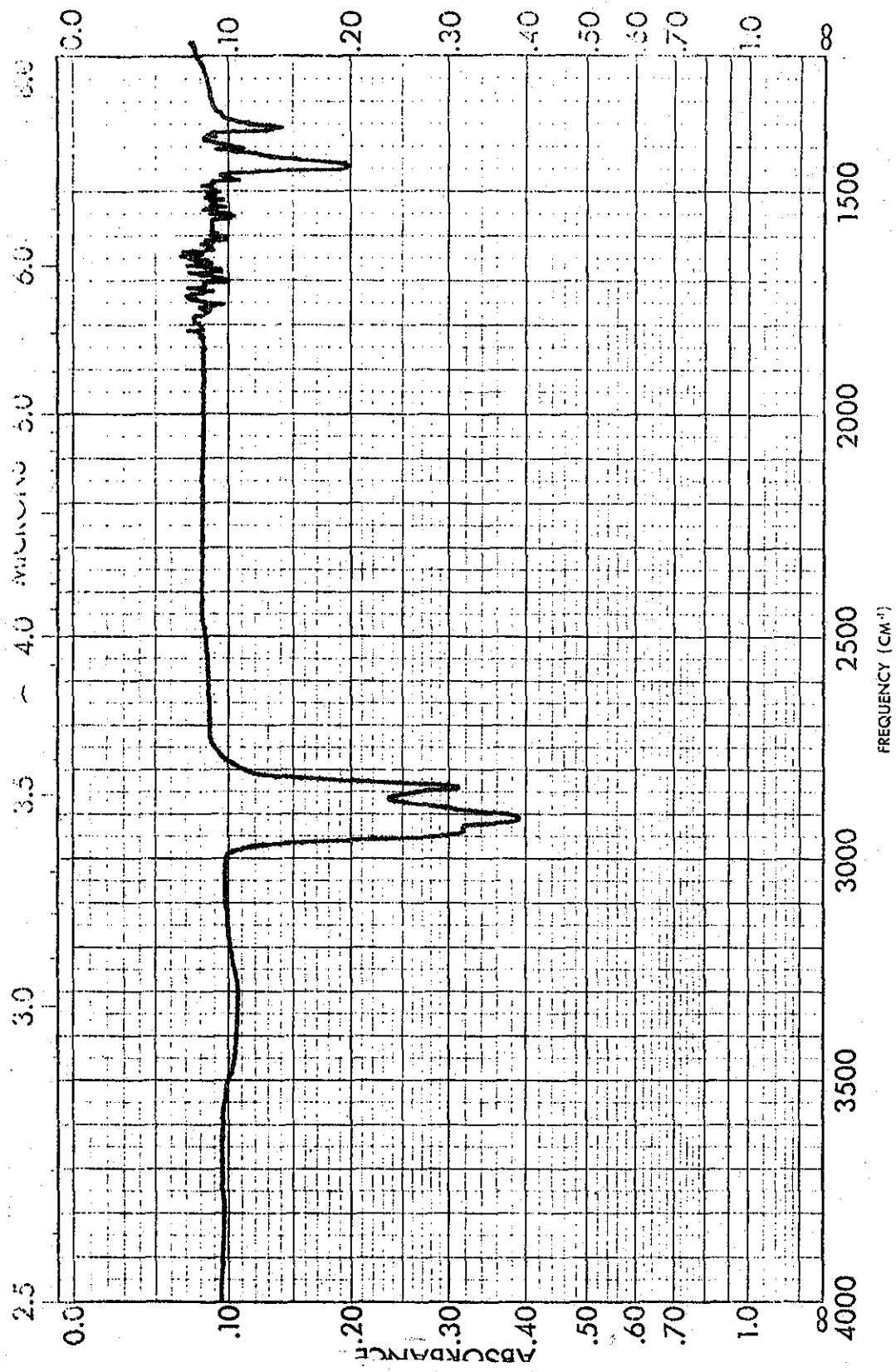


SAMPLE # 3	CURVE NO.	SCAN SPEED	OPERATOR
	CONC.	SLIT	DATE 9/11/81
ORIGIN	CELL PATH	REMARKS	
SOLVENT	REFERENCE		

PERKIN-ELMER®

PART NO. 92V 1504

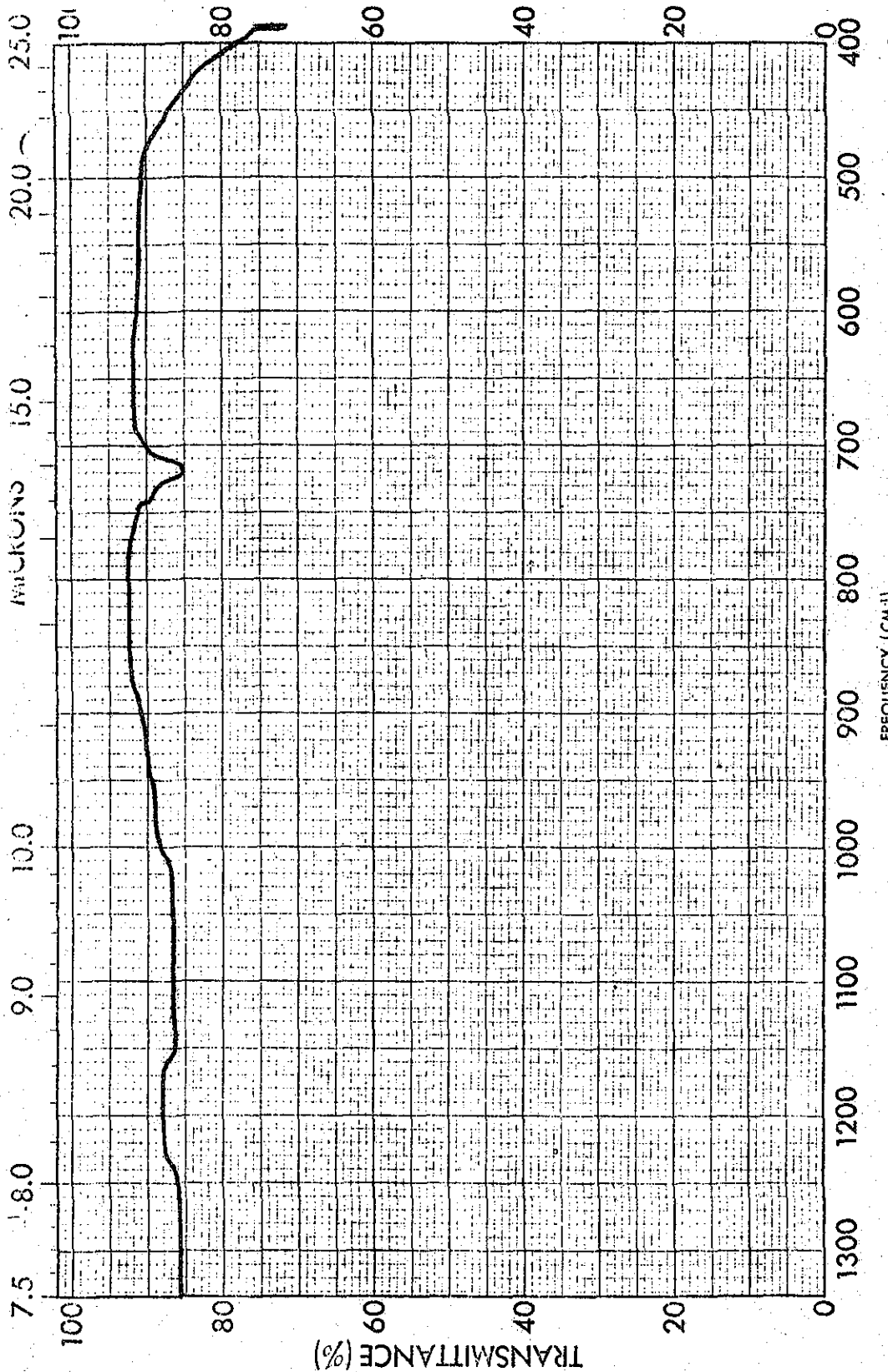
TESIS CON FALLA DE ORIGEN



SAMPLE # 3	CURVE NO.	SCAN SPEED	OPERATOR
	CONC.	SUIT	DATE 9/04/81
ORIGIN	CELL PATH	REMARKS	
SOLVENT	REFERENCE		

PERKIN-ELMER

TESIS CON FALLA DE ORIGEN

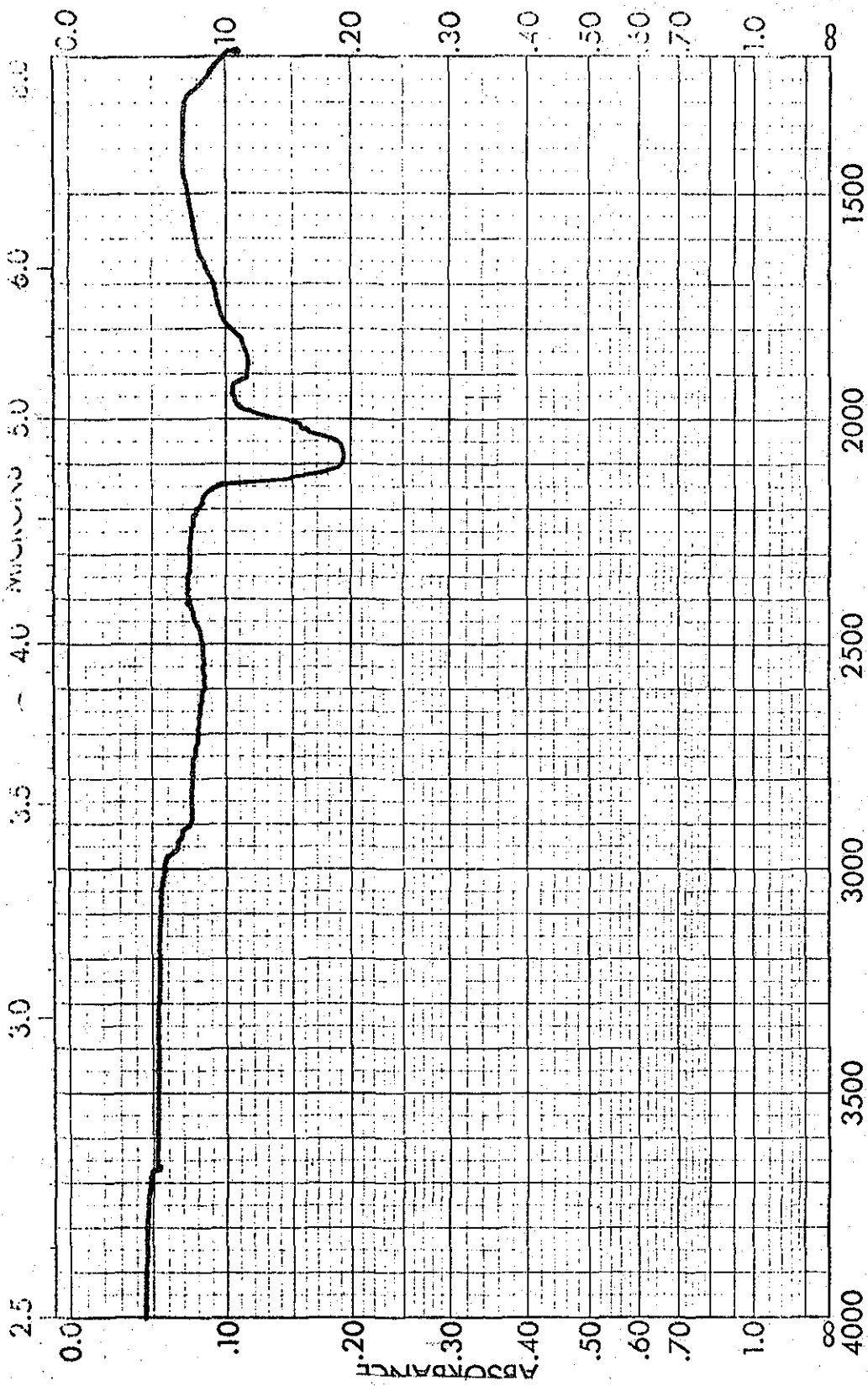


SAMPLE # 4	CURVE NO.	SCAN SPEED	OPERATOR
	CONC.	SLIT	DATE 9/11/81
ORIGIN	CELL PATH	REMARKS	
SOLVENT	REFERENCE		

PERKIN-ELMER®

PART NO. 977 1004

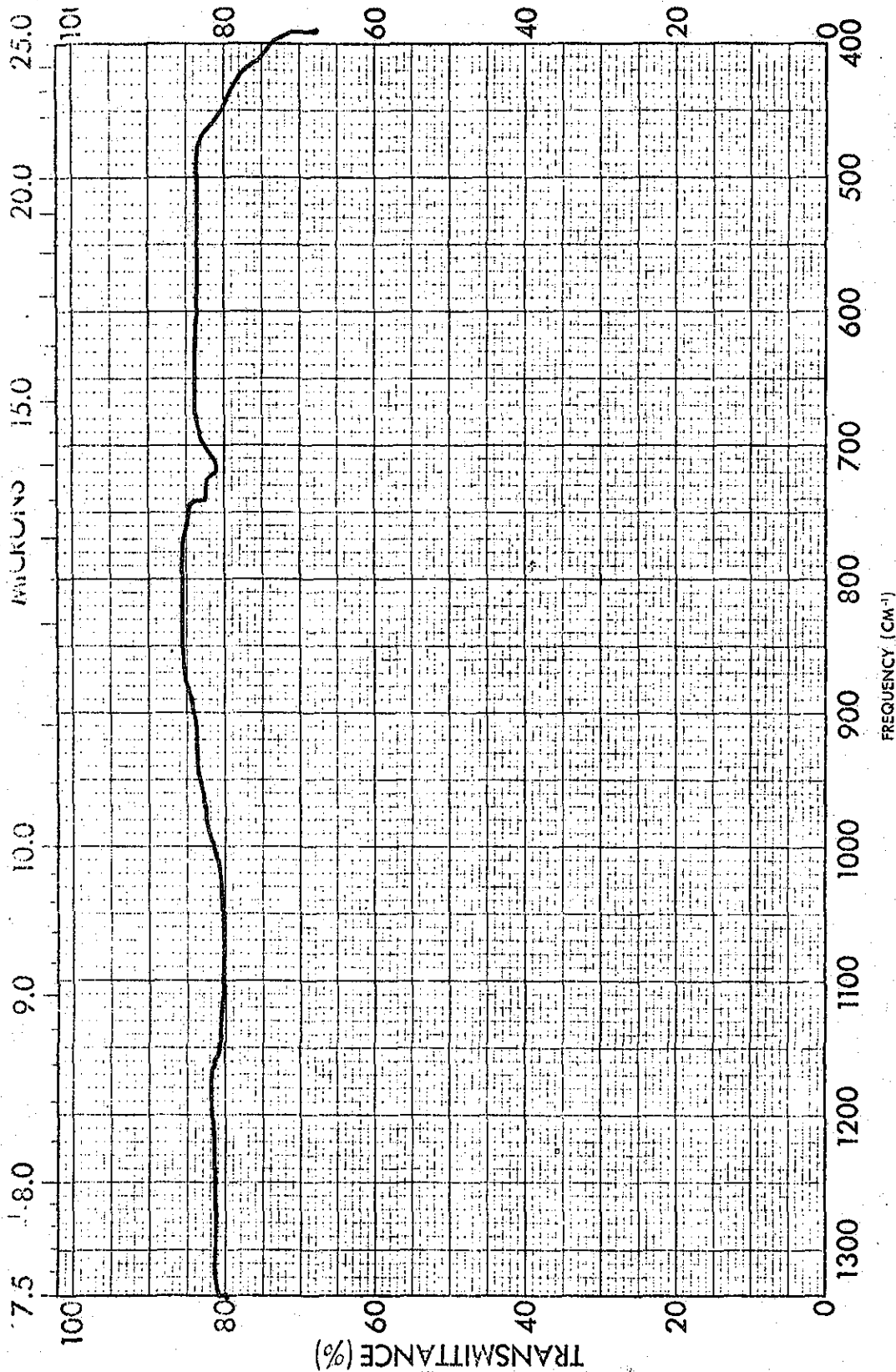
TESIS CON FALLA DE ORIGEN



SAMPLE # 4	CURVE NO.	OPERATOR
	CONC.	DATE 9/11/81
ORIGIN	CELL PATH	REMARKS
SOLVENT	REFERENCE	

PERKIN-ELMER

TESIS CON FALLA DE ORIGEN



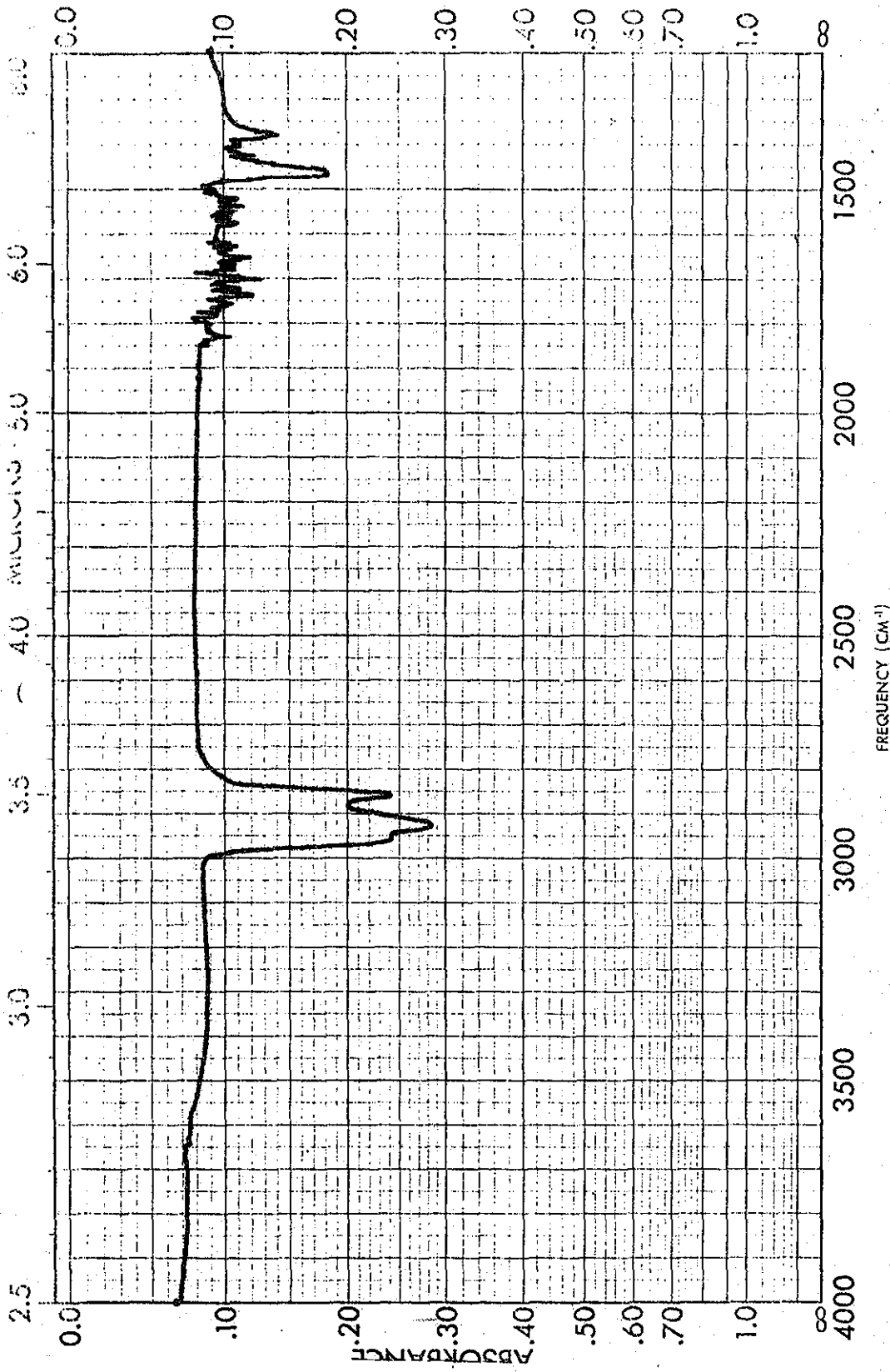
SAMPLE # 5	CURVE NO.	SCAN SPEED	OPERATOR
ORIGIN	CONC.	SLIT	DATE 9/11/81
SOLVENT	CELL PATH	REMARKS	
	REFERENCE		

PERKIN ELMER®

9209 510 117 1004

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

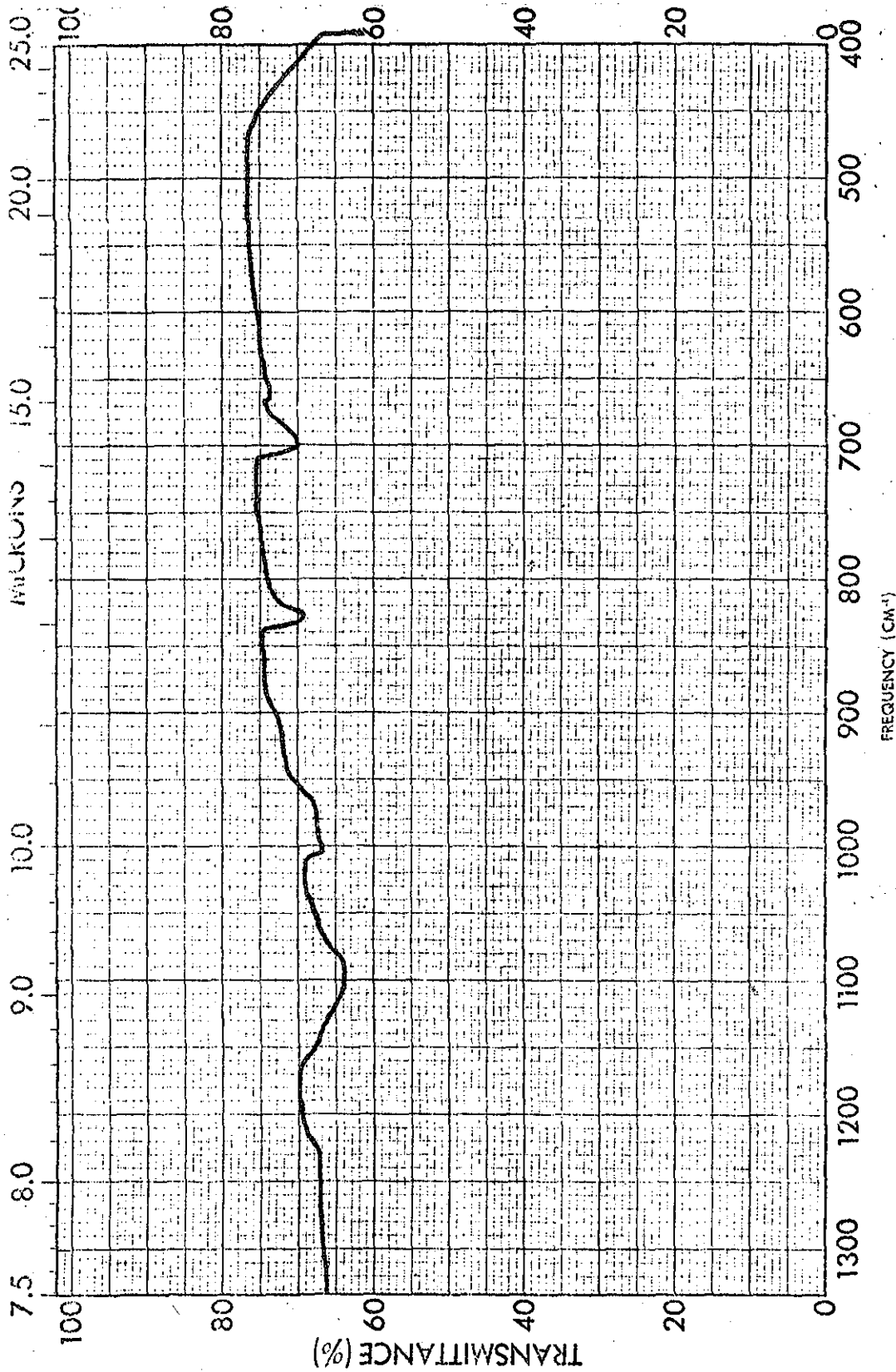
36-2



SAMPLE # 5	CURVE NO.	SCAN SPEED	OPERATOR
ORIGIN	CONC.	SUIT	DATE 2/10/81
SOLVENT	CELL PATH	REMARKS	
	REFERENCE		

PERKIN-ELMER

36-M

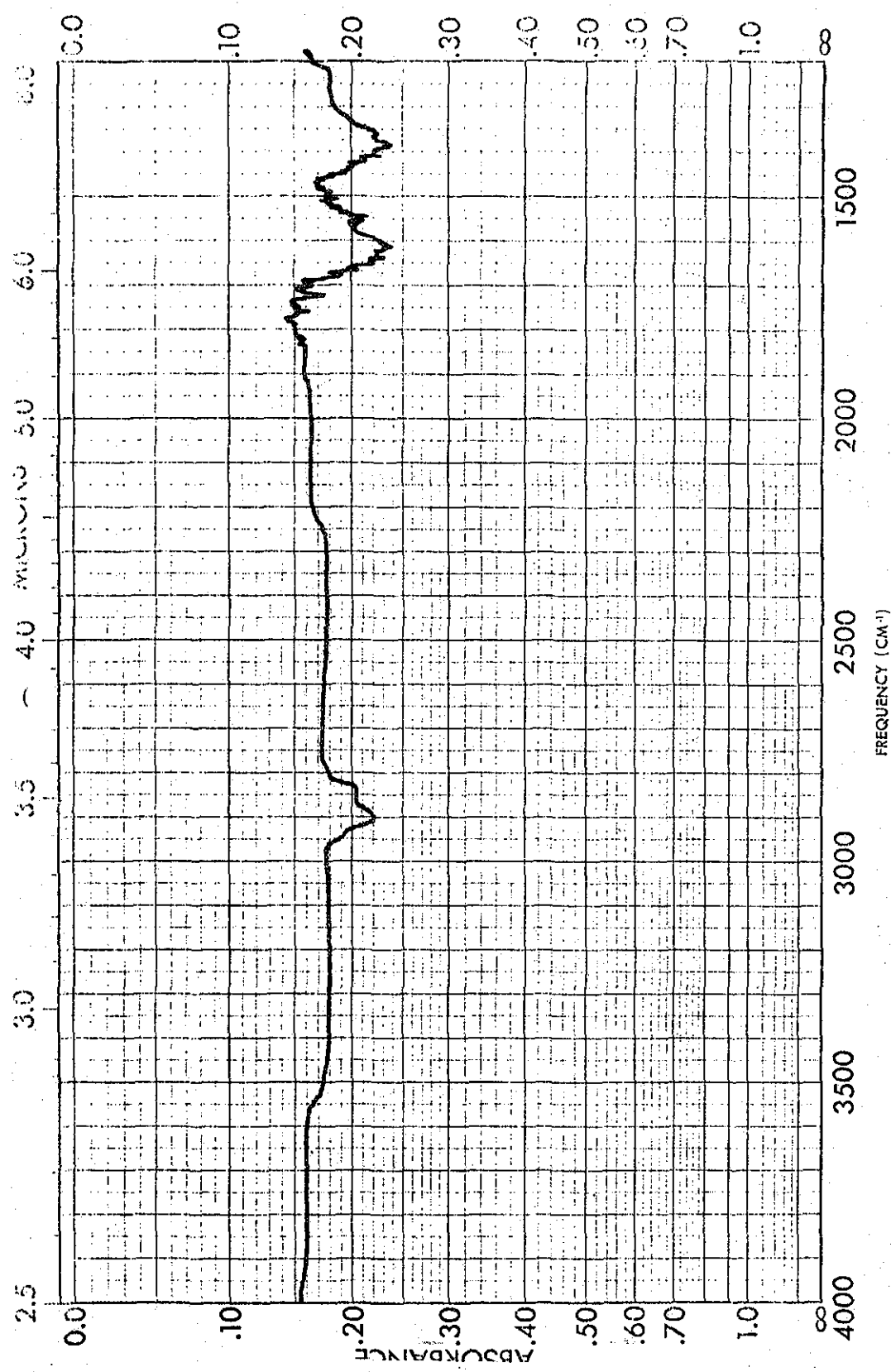


SAMPLE <u>7</u>	CURVE NO.	OPERATOR
ORIGIN	CONC.	DATE <u>9/11/81</u>
SOLVENT	SC. PATH	REMARKS
	SLIT	
	SCAN SPEED	

PERKIN-ELMER®

TESIS CON FALLA DE ORIGEN

36-N



SAMPLE #7	CURVE NO.	SCAN SPEED	OPERATOR
ORIGIN	CONC.	SUIT	DATE 9/11/81
SOLVENT	CELL PATH	REMARKS	
	REFERENCE		

PERKIN-ELMER®

TESIS CON FALLA DE ORIGEN

APENDICE 4 Precisión y Exactitud del Método Desarrollado.

Para obtener la precisión y la exactitud del método, se utilizó una calculadora de bolsillo, la cual, usa las siguientes ecuaciones:

Media o valor promedio : $\bar{X} = \frac{\sum X}{N}$

Donde: X es la variable y N es el número de datos.

Desviación normal de X : $\sigma_x = \frac{\sqrt{\frac{\sum X^2}{N-1} - \frac{(\sum X)^2}{N^2}}}{1/2}$

Pendiente: m $m = \frac{\sum X Y - \frac{\sum X \sum Y}{N}}{\sum X^2 - \frac{(\sum X)^2}{N}}$

y- intercepción: b $b = \frac{\sum Y - m \sum X}{N}$

Coefficiente de correlación: R

$R = \frac{m \sigma_x}{\sigma_y}$

TESIS CON FALLA DE ORIGEN

El programa tuvo la siguiente secuencia para obtener la exactitud y la precisión del método. Se trabajó con la sexta columna del cuadro número 1

2nd Pgm 1 SBR CLR

1 x:t
72.33 2nd $\Sigma+$
2 x:t
63.57 2nd $\Sigma+$
3 x:t
93.11 2nd $\Sigma+$
4 x:t
78.66 2nd $\Sigma+$
5 x:t
92.63 2nd $\Sigma+$
6 x:t
71.44 2nd $\Sigma+$
7 x:t
106.0 2nd $\Sigma+$
8 x:t
97.02 2nd $\Sigma+$
9 x:t
65.54 2nd $\Sigma+$
10 x:t
73.70 2nd $\Sigma+$
11 x:t
93.35 2nd $\Sigma+$
12 x:t
101.1 2nd $\Sigma+$
13 x:t
70.67 2nd $\Sigma+$

2nd \bar{x} valor promedio de y, 83.00

INV 2nd Op 11/ \sqrt{x} desviación normal de y,

13.98

Para obtener la correlación entre el Hidrocarburo recuperado y el que se había pesado originalmente, se trabajó con la 4^{ta} y 5^{ta} columnas del cuadro número 1.

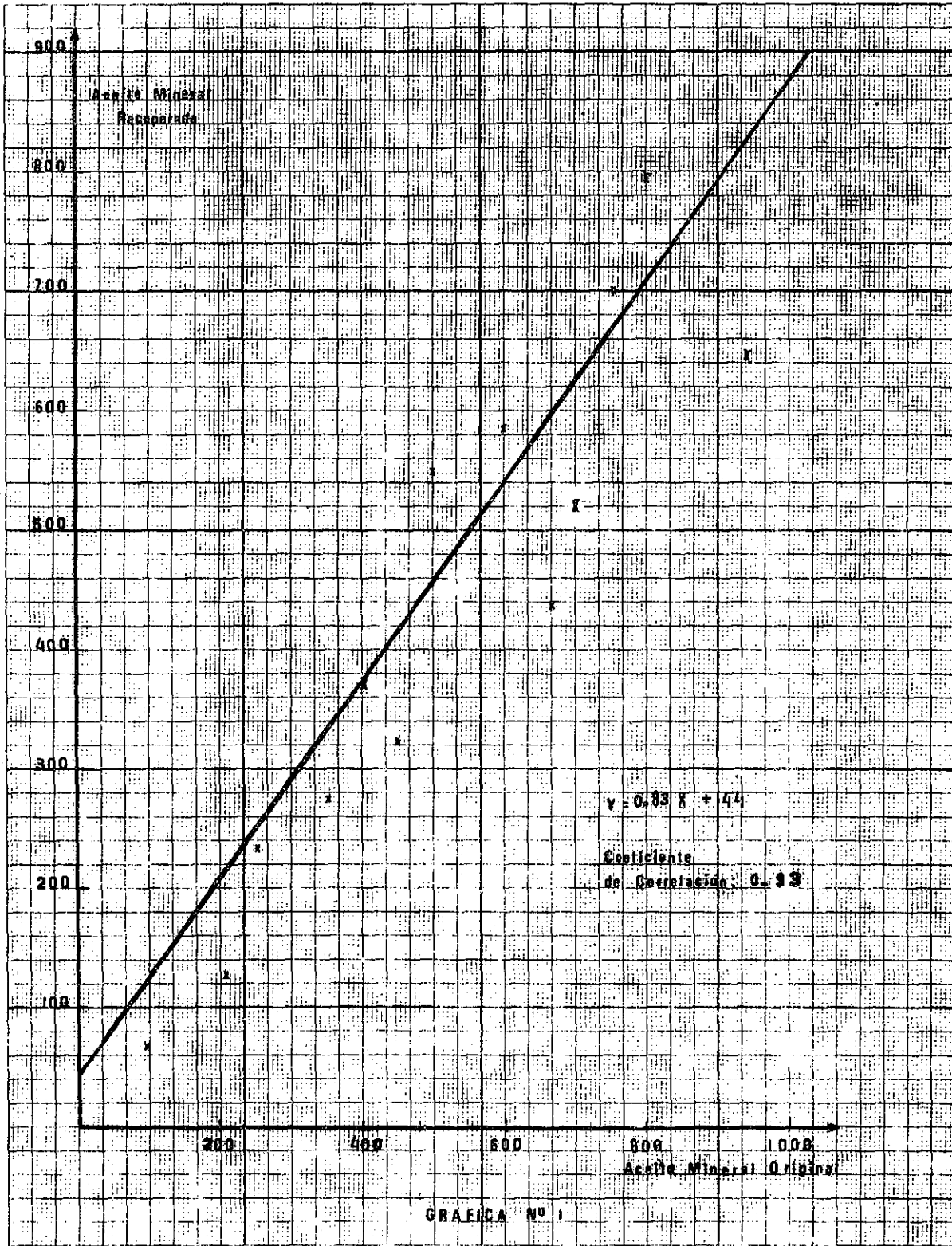
2nd pgm 1 SBR CLR
90 x: t
65.1 2nd. $\Sigma+$
210 x: t
133.5 2nd. $\Sigma+$
252.6 x: t
235.2 2nd. $\Sigma+$
353.3 x: t
277.9 2nd $\Sigma+$
410 x: t
379.8 2nd $\Sigma+$
450 x: t
321.5 2nd $\Sigma+$
500 x: t
530 2nd $\Sigma+$
600 x: t
582.1 2nd $\Sigma+$
664.9 x: t
435.8 2nd $\Sigma+$
708.4 x: t
522.1 2nd $\Sigma+$
750 x:
700.1 2nd $\Sigma+$
800 x: t
808.8 2nd $\Sigma+$
910 x: t
643.1 2nd $\Sigma+$

2nd Op 13 coeficiente de correlación,

0.93

2nd Op 12 y-intercepción, 44

x: t pendiente de la recta, 0.83



TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Para muestras reales se obtuvo la precisión utilizando los da
tos del cuadro número 3. Se trabajó con la cuarta columna.

2nd Pgm 1 SBR CLR

1 x:t

70.89 2nd $\Sigma+$

2 x:t

50.71 2nd $\Sigma+$

3 x:t

43.89 2nd $\Sigma+$

4 x:t

52.55 2nd $\Sigma+$

INV 2nd Op 11 \sqrt{x} desviación normal de y, 9.99.

APENDICE 5

Métodos Instrumentales

Hasta hace poco se utilizaban en el laboratorio tres instrumentos solamente, para análisis de grasas y aceites:

- cromatógrafo de gases
- espectrofotómetros de infrarrojo. (4) (5).
- espectrofotómetro de absorción atómica.

Ultimamente se ha empleado un cuarto instrumento, el espectrofotómetro de fluorescencia (6).

En el espectrofotómetro de infrarrojo, un rayo de luz infrarroja, se pasa a través de una solución de aceite y la cantidad de luz absorbida en una frecuencia específica es medida - precisamente. Esta cantidad es proporcional a la cantidad de aceite presente. A mayor cantidad de aceite en la trayectoria del rayo, mayor será la luz absorbida.

El cromatógrafo de gases, separa los diferentes materiales que compone el aceite. Los materiales individuales se registran como picos en una carta y la altura de cada pico es proporcional a la cantidad de material presente.

El instrumento de absorción atómica, mide trazas de

metales en aceite para determinar proporciones de vanadio y níquel. El principio de operación de este instrumento, se basa en la capacidad de los metales para emitir y absorber la luz. La frecuencia de luz emitida o absorbida identifica al metal, mientras que la cantidad absorbida determina cuanto metal esta presente. Este método permite identificar descargas o derrames de hidrocarburos crudos, los cuales contienen dichos metales.

En espectroscopia de fluorescencia, la muestra analizada se excita por medio de luz ultravioleta. El resultado final sobre el espectro, se grafica para identificar los componentes de la muestra.

APENDICE 6 Métodos Utilizados en la Extracción de Grasas y Aceites.

Edición: 10

Método: A. Extracción con Soxhlet

Es un método enteramente empírico. El tiempo requerido para secado y enfriado no se puede variar, pues puede haber variación en el peso, debido a la absorción de oxígeno y a la volatilización de algunas sustancias. Duración: 6 horas.

Descripción:

La muestra se acidula hasta pH de 2, se filtra en un medio adecuado, y se hace una extracción con éter de petróleo utilizando un soxhlet durante 4 horas a 20 ciclos por hora. Se enfría y se pesa el matraz de bola donde se hizo la extracción.

Presición y Exactitud:

Se colocaron 50 mg. del producto Grisco, se obtuvieron 50.02 mg. y una desviación normal de 1.57 mg. La desviación en aguas negras fué de 1.89 mg. (presición).

Método: B. Extracción Semi-húmeda.

Descripción:

La muestra se acidula, se filtra y se extrae en un matraz erlenmeyer con éter de petróleo (25 ml), se agita por inter

valo de un minuto; esta operación se repite 9 veces. Se lava el papel filtro con el mismo solvente y se destila hasta que solamente queden 25 ml. de solvente, entonces se pasa a un matraz pequeño y tarado para obtener por gravimetría el peso final de la grasa extraída.

Precisión y Exactitud:

Se colocaron 50 mg. de Crisco, se recuperaron 46.4 mg. la desviación estandar fué de 2,64 mg. En muestras de aguas negras fué de 1.56 mg. la desviación normal.

Edición: 11

Método: A. Partición gravimétrica

El freón disuelve además de grasas y aceites, otras sustancias orgánicas.

Descripción:

Acidular la muestra a pH de 2, por medio de un embudo de separación tratar la muestra con freón (30 ml). Pasar a un matraz tarado por medio de un filtro y este filtro, también se debe lavar con freón. Destilar el freón, enfriar y pesar. Utilizar Na_2SO_4 si se presentan emulsiones.

Precisión y exactitud:

En muestras sintéticas se recuperó el 93%, la desvia

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

ción normal es de 0.9 mg. Las muestras de aguas negras se dosificaron con 14 mg. de aceite combustible del No. 2 y aceite Wesson.

Método: B. Partición-Infrarrojo. (tentativo).

Descripción:

Se utilizan estandares en los rangos adecuados. Se prepara una curva de calibración. A la muestra se le acidula y se le extrae la grasa por medio de freón (1,1,2-tricloro -- 1,2,2,-trifluoretano). El extracto combinado se transfiere a un frasco volumétrico y se ajusta a un volumen final de 100 ml. Se utiliza celda de 1 cm. para rangos de 4 a 40 mg.

Precisión y Exactitud:

Las muestras se dosificaron con 14 mg. de aceite combustible No. 2 y aceite Wesson, la recuperación fué de 99% con una desviación normal de 1.4 mg.

Método: C. Extracción con Soxhlet

Descripción:

El método es igual que en la edición anterior, solo que el solvente que se utiliza en la extracción es el Freón.

Precisión y Exactitud:

Las muestras se dosifican con 14 mg. de la misma mez

cla del método B. de esta misma edición se obtuvo una recuperación del 88% con una desviación estandar de 1.1 mg.

Método: D. Extracción de Grasas y aceites en muestras de lodos.

Descripción:

Se parte el lodo secado y acidificado (pH: 2), se adiciona $MgSO_4 \cdot H_2O$ y se espera de 15 a 30 minutos agitando. Se pasa a un dedal de extracción y se continua como en el método C. de esta misma edición. Se utiliza freón como solvente, con el inconveniente de que el freón disuelve además de grasas y aceites otras sustancias.

Precisión y Exactitud:

En 6 muestras de lodo se obtiene una desviación normal de 4.6% (precisión).

Método: E. Hidrocarburos

A los materiales no eliminados por la adsorción se les designa como hidrocarburos por esta prueba. Los compuestos aromáticos complejos y los hidrocarburos derivados del cloro, azufre y nitrógeno pueden ser adsorvidos por la silica gel.

Descripción:

Se efectúa la extracción como en los métodos ante-

riores y una vez extraída se redisuelve la grasa y el aceite en 100 ml. de freón (por cada 100 mg. de material graso se utilizan 3 gramos de silica gel) se agita, se filtra y se puede combinar con el método B. de esta misma edición.

Precisión y Exactitud:

Para 10 muestras sintéticas se recuperó un 97.2% de grasa. La exactitud de este método no puede ser determinada en aguas negras.

Edición: 13

Método: A. Extracción con Soxhlet

Descripción:

El método es igual que en la edición 11, solo que dan la alternativa de utilizar n-hexano como solvente.

Precisión y Exactitud:

En muestras sintéticas la recuperación promedio fué de 98.7% con una desviación normal de 1.86%. Diez muestras por duplicado producen 0.76 mg. y 0.48 mg. de desviación normal.

Método: B. Extracción Semi-húmeda. (tentativo)

Descripción:

El método es igual que el descrito en la edición 11, solo que también se puede usar n-hexano como solvente en vez -

del freón.

Precisión y Exactitud:

No puede medirse directamente en aguas negras, sin embargo en 10 muestras tomadas por duplicado se obtiene una desviación normal de 2.58 mg. En muestras sintéticas la recuperación es de 98.2%

Método: C. Extracción de grasas y aceites en muestras de lodo.

Descripción:

El método es el mismo que el publicado en la edición 11, pudiéndose utilizar ahora n-hexano como solvente (Pe. 69°C).

Método: D. Hidrocarburos y glicéridos contenidos en grasas.

La alumina activada tiene la propiedad de absorber materiales polares. (El petróleo esta compuesto por hidrocarburos no polares. Los ácidos grasos y esterés son polares). Los hidrocarburos más polares tales como los compuestos aromáticos complejos y aquellos derivados del cloro, azufre y nitrógeno, quedaran retenidos en la columna y serán determinados como glicéridos.

Descripción:

Una vez extraída la grasa total, se disuelve en 10 ml de freón o de n-hexano; se pasa a través de una columna de alu

ESTA TESIS NO SALIR
DE LA BIBLIOTECA

mina y se eluye el material con 7 porciones de 10 ml. de sollvente, se hace la recolección en un frasco tarado. Se destilla el solvente en un "baño maría" se enfría, se seca y se pesa nuevamente el matraz.

Precisión y Exactitud:

En 18 muestras sintéticas se recuperó solamente el 91.8% con una desviación normal de 2.68 mg. En muestras por duplicado la desviación normal fué de 0.26 mg. y 1.06 mg.

Edición: 14

Método: A. Partición-gravimétrica.

El método es el mismo que el presentado en la edición 11, como método A. La grasa y el aceite disueltos o emulsificados se extraen del agua por contacto íntimo con el freón. Algunos extractables especialmente grasas no saturadas y ácidos grasos, fácilmente se oxidan. No se conoce ningún solvente que disuelva solamente grasas y aceites selectivamente.

Método: B. Partición-Infrarrojo.

El método es el mismo que el presentado en la edición 11 (método B.). La determinación por infrarrojo permite la medida de muchos hidrocarburos relativamente volátiles. Así los destilados de petróleo ligeros, con excepción de las gasolinas, pueden medirse exactamente. La instrumentación adecuada, per-

mite la medida de cantidades tan pequeñas como 0.2 mg/l de grasa y aceite. Los residuos más pesados de petróleo pueden contener una porción significativa de materiales que no sean solubles en freón. (1) (2).

Método: C. Extracción con Soxhlet.

El método es el mismo que el descrito en la edición 11 (método C.). Por definición, cualquier material recobrado es llamado grasa y aceite y cualquier sustancia soluble en freón tal como azufre elemental o ciertos colorantes orgánicos serán extraídos como grasas y aceites.

Método: E. Hidrocarburos.

Se puede combinar este método con los cuatro anteriormente citados. (3). El método es el mismo que el citado en la edición 11 (método D.).

Edición: 15

Método: A. Partición-gravimétrica.

Idem Método A. Edición 11.

Método: B. Partición-Infrarrojo (tentativo).

Idem método B. Edición 11.

Método: C. Extracción con Soxhlet.

Idem método D. Edición 11.

Método: D. Extracción de grasas y aceites en muestras de
Lodos.

Idem método D. Edición 12.

Método: E. Hidrocarburos

Idem Método E. Edición 11.

R E F E R E N C I A S

- (1) J.S. Mattson, C.S. Mattson, M.J. Spencer & F.W. Spencer
1977. Classification of Petroleum Pollutants by Linear
Discriminant Function Analysis of Infrared Spectral --
Patterns. Analytical Chemistry. 49:500
- (2) M. Gruenfeld. 1973. Extraction of Dispersed Oils from -
Wate for Quantitative Analysis by Infrared Spectrofoto-
metry. Environmental Science & Technology. 7:636
- (3) I. Lysyj, E.C. Russell. Determination of Aromatic and Pah
Content of Oily Wastewaters. Symposium on Analytical -
Chemistry of Petroleum Hydrocarbons in Marine/Aquatic --
Environmental presented before the Division of Petroleum
Chemistry, Inc. American Chemical Society. Miami Beach
Meeting, September 10-15, 1978.
- (4) A.N. Chernatskaya. Modern Methods for Determination of -
Contaminants in Refinery Waste Waters. Plenum Publishing
Corporation. Translated from Khimiya i Tekhnologiya Topliv
i Masel No. 9, pp 24-25, September, 1974.

- (5) V.M. Osipov. V.V.Luchinskii, and A.S. E gorov. Semiau
tomatic infrared Laboratory Instruments for Determining
Content of Petroleum products in wastewater. Plenum -
Publishing Corporation Translated from Khimiya i Tech
nologiya Topliv i Masel, No. 6 pp 59-60, june 1975.
- (6) New lab methods identify oil spill origins. World Oil,
pp 111-114, January 1975.
- (7) Metcalf Eddy Inc. Wastewater Engineering Collection
Treatment disposal. Mc.Graw-Hill Book Company, 1972.

B I B L I O G R A F I A

- 1.- Bailey Alton E. Aceites y Grasas Industriales, Ed. Reverté S.A. 1961.
- 2.- Devine J. Williams P.N. The Chemistry and Technology of Edible Oils and Fats. Proceedings of a Conference arranged by Unilever Limited at Research Department, Port Sunlight, March 10-12 th 1959. Pergamon Press 1961.
- 3.- Khalil H. Mancy. Instrumental Analysis for Water Pollution Control. Ann Arbor Science Publishers 4^{ta} Ed. 1975.
- 4.- Manual de Lubricantes PEMEX Preparado por la Superintendencia General de Asistencia Técnica, Sección de Lubricantes 3^{era} Ed. 1974.
- 5.- Metcalf & Eddy Inc. Wastewater Engineering. Collection Treatment disposal. Mc Graw-Hill Book Company. 1972.
- 6.- Official and Tentative Methods of the American Oil Chemist Society. Sampling and Analysis of Soap and Soap Products - Fatty Alkyl, Sulfates. 2^a Ed. 1947 a 1962 inclusive, E.U.A.
- 7.- Sawyer Clair N. Perry L. Mc Carty Chemistry for Sanitary Engineers, 2^a edición Mc Graw Hill 1967.

- 8.- Skoog Douglas A., West Donald M. Análisis Instrumental.
Ed. Interamericana. México 1975.

- 9.- Standar Methods for the Analysis of oils, and fats -
Section of the IUPAC. 5^a Edición incorporating first
Supplement up-to date to 1965,1966.

- 10.- Standard Methods for the examination of water and was-
tewater. AWWA. APHA. WPCF. Eds. de la 10^a a la 15^a
inclusive E.U.A.