



MÉTODO ANALÍTICO GRASAS Y ACEITES E HIDROCARBUROS: GRAVIMÉTRICO, SM 5520 B, F.

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá

Código: D-7.2-39	Versión: 06
Revisó: Subdirector de Planeación y O.T.	Aprobó: Director General (E).
Fecha: 09 de Julio de 2025	Fecha: 09 de Julio de 2025
Resolución: 100-03-10-23-1338-2025	Páginas: 1 de 8

1. DESCRIPCIÓN

En la determinación de grasas y aceites no se mide una cantidad absoluta de un hidrocarburo o sustancia específica, es decir, se trata de la contabilidad de grupos de sustancias con características físicas similares. La determinación cuantitativa de éstos, se da en base a su solubilidad común en un disolvente de extracción orgánico, el cual se añade a una muestra acidificada (fijada).

Determinados componentes medidos a través del análisis de grasas y aceites pueden influir en los sistemas de tratamiento de aguas residuales, si están presentes en cantidades excesivas, pueden interferir con los procesos biológicos aeróbicos y anaeróbicos, y conducir a una menor capacidad en el tratamiento como tal de las aguas residuales. Cuando dichas sustancias se descargan en aguas residuales o efluentes tratados, pueden causar películas superficiales y depósitos que conduzcan a la degradación ambiental.

A lo largo del desarrollo de estas técnicas gravimétricas se han implementado diferentes solventes en asocio o mezcla, tales como el Triclorotrifluoroetano, pero debido a los problemas ambientales asociados con los clorofluorocarbonos, en la actualidad se han reemplazado por el n-hexano, siendo esto respaldado por estudios detallados que involucran matrices de aguas residuales y sólidos, que demostraron que el hexano produjo resultados estadísticamente diferentes y mejores de los resultados producidos al emplear triclorotrifluoroetano.

El método de determinación de grasas y aceites mediante extracción líquido-líquido expuesto en el presente documento, es adecuado para hidrocarburos minerales, así como para lípidos biológicos, pero también puede ser aplicado para aguas residuales industriales o efluentes tratados que contienen estos minerales, aunque la complejidad de la muestra puede dar lugar a resultados bajos o altos debido a la falta de especificidad analítica. El método no es aplicable a la medición de fracciones de bajo punto de ebullición que se volatilizan a temperaturas inferiores a 85°C.

2. ALCANCE

Este método gravimétrico es aplicable en las siguientes matrices: superficiales, y residuales tanto industriales como domésticas, para concentraciones a partir de 8 mg/L para las grasas y los aceites y de 4 mg/L para la determinación de los hidrocarburos en aguas.

3. FUNDAMENTOS DEL MÉTODO

3.1. Principio

Determinar gravimétricamente la cantidad de grasas y aceites e hidrocarburos no polares en aguas superficiales, residuales y domésticas por medio de una extracción líquido-líquido con solventes. Las grasas y aceites disueltas o emulsificadas son extraídas de muestras acuosas por contacto directo con un solvente de extracción, para su contabilidad por medio de la diferencia de pesos. Los efectos en la temperatura y el desplazamiento de los vapores del solvente son incluidos en el método, especialmente en extraíbles de algunas grasas insaturadas y ácidos grasos de fácil oxidación.

3.2 Interferencias

Dentro de las condiciones generales y las interferencias que pueden tener lugar en el presente proceso, es necesario tener en cuenta que:

Durante la extracción se pueden perder hidrocarburos de cadena corta y aromáticos simples debido a la volatilización (una porción significativa de gasolina y diesel se pierde durante la extracción).

Se puede presentar un incremento gradual en el peso, debido a absorción de aguas, si no se usa un desecador. En el método de hidrocarburos, los hidrocarburos más polares como compuestos orgánicos complejos, y derivados de hidrocarburos con S, Cl y N, pueden ser absorbidos en la sílica gel. Si se mezcla una solución de hidrocarburos y materiales grasos en hexano con gel de sílice, los ácidos grasos y los hidrocarburos polares son extraídos de forma selectiva de la solución. Los materiales no eliminados por adsorción al gel de sílice son considerados hidrocarburos no polares en la prueba de determinación de hidrocarburos.

Los solventes orgánicos tienen la capacidad de disolver además de las grasas y aceites, otras sustancias orgánicas (compuestos azufrados, compuestos orgánicos complejos derivados de hidrocarburos de S y N). Aún no se conoce el solvente selectivo para disolver solo grasas y aceites.

Los residuos pesados de hidrocarburos pueden contener una cantidad significativa de materiales que no se extraen con solventes. El método es enteramente empírico y los resultados de las réplicas con alto grado de precisión pueden ser obtenidos solo por estricta observación de los datos.

4. TOMA DE MUESTRA Y ALMACENAMIENTO

Para el muestreo se deben usar recipientes de vidrio de boca ancha, los cuales si se van a reutilizar deben ser lavados siguiendo el siguiente procedimiento:

- Lavar con solución jabonosa.
- Juagar con abundante agua.
- Lavar con agua destilada y secar.
- Lavar con el solvente que se empleará en el análisis.
- Dejar secar al aire completamente.

La muestra para grasas y aceites se recolecta separada, llenar $\frac{3}{4}$ partes del volumen del recipiente de boca ancha y preservar con HCl o H₂SO₄ grado analítico, no subdividir la muestra en el laboratorio. Recolectar entre 500 y 1000 ml de muestra, el tamaño de la muestra puede ser proporcional a la concentración de grasas y aceites e hidrocarburos.

Si el análisis tarda más de dos horas acidificar a pH < 2 con HCl o H₂SO₄ [1:1] y refrigerar. Para el caso de toma de muestra en superficie, recolectar la muestra desplazando casi horizontalmente el recipiente sobre la superficie del agua.

Finalmente tapar lo antes posible y refrigerar a una temperatura de 4°C ± 2 hasta el momento del análisis.

5. MATERIALES Y EQUIPOS

- Embudo de separación de 2 Litros (Teflón o equivalente).
- Balones de fondo plano de 250 o 500 ml (esmerilados).
- Embudo de filtración.
- Horno para secado.
- Papel filtro de 11 cm de diámetro.
- Rota-evaporador: sistema de calentamiento y destilación.
- Balanza analítica.
- Desecador.

6. REACTIVOS

- Ácido clorhídrico o sulfúrico 1:1 – mezclar volúmenes iguales de cada ácido y agua desionizada.
- N-Hexano al 85% de pureza mínima.
- Sulfato de sodio Na₂SO₄ anhídrido en cristales (secar a 200 – 250°C por 24 horas)

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá		
D-7.2-39	Versión: 06	Página: 3 de 8

- Sílica gel activada.
- Acetona.
- Hexadecano 98% de pureza.
- Ácido esteárico 98% de pureza.
- Mezcla estándar: (Hexadecano/ácido esteárico o palmítico 1:1 W/W).

Solución de 4.000 mg/L de aceite, grasas e hidrocarburos: pesar 0,2 g de ácido esteárico y 0,2 g de hexadecano, disolver en acetona y aforar a 100 ml. La solución puede requerir calentar para disolver el ácido. Transferir la solución a un recipiente de 100 o 150 ml con tapa hermética, marcar el volumen del recipiente y almacenar en la obscuridad a la temperatura del laboratorio.

Antes del uso, verificar si es necesario calentar un poco para disolver el precipitado visible.

NOTA 1: Si se presenta duda sobre la concentración, medir exactamente $10 \pm 0,1$ ml y transferir a un recipiente tarado, evaporar hasta sequedad en una plancha de calentamiento, el peso del ácido debe ser de 40 ± 1 mg, de no ser así, entonces preparar nuevamente la solución.

PATRONES:

Std_{8 mg/L} = Tomar 2 ml de la solución de 4.000 mg/L de grasas y aceites, adicionar a 1 L de agua destilada en un frasco tapa azul y acidificar con ácido clorhídrico 1:1, esta solución queda de 8 mg/L en grasas y aceites, y de 4 mg/L de hidrocarburos no polares.

Std_{16 mg/L} = Tomar 4 ml de la solución de 4.000 mg/L de grasas y aceites, adicionar a 1 L de agua destilada en un frasco tapa azul y acidificar con ácido clorhídrico 1:1, esta solución queda de 16 mg/L en grasas y aceites, y de 8 mg/L de hidrocarburos no polares.

Std_{120 mg/L} = Tomar 15 ml de la solución de 4.000 mg/L de grasas y aceites, adicionar a 0,5 L de agua destilada en un frasco tapa azul y acidificar con ácido clorhídrico 1:1, esta solución queda de 120 mg/L en grasas y aceites, y de 60 mg/L de hidrocarburos no polares.

La **sílica gel** 100 – 200 mesh (Activación: se debe secar a 110°C por 24 horas y almacenar en un recipiente bien cerrado).

7. PROCEDIMIENTO

7.1. Método de Extracción para Grasas y Aceites

1. Tarar los balones de fondo plano, previamente lavados, secados a 40°C y estabilizados en un desecador, pesar y registrar el peso en la bitácora de la prueba como peso inicial (P_i).
2. En el recipiente que contiene la muestra, marcar el nivel de ésta, para posteriormente medir el volumen de muestra procesado. Si la muestra no está preservada añadir HCl (1 ml) para obtener pH<2.
3. Transferir el volumen de la muestra a un embudo de separación de 1000 o 2000 ml, y lavar el recipiente de la muestra con 30 ml de n-hexano, y mezclar con la muestra.
4. Extraer dos veces más con porciones de solvente (n-hexano) de 30 ml, y agitar el embudo vigorosamente por espacio de 2 minutos y liberar esporádicamente los gases producidos.
5. Dejar estabilizar la mezcla y que se separen las capas, drenar la fase acuosa (inferior) y una pequeña porción de la fase orgánica (superior) al recipiente original de la muestra.
6. Seguidamente, depositar la fase orgánica (en cada una de las oportunidades) a un balón de fondo plano de 100 a 250 ml, que contenga un embudo con papel filtro previamente lavado con n-hexano e impregnado con 10 g de Na₂SO₄ (para extracción de la humedad contenida en la fase orgánica). Además del hexano utilizado para el lavado final del mismo filtro de trabajo.
7. Llevar el extracto a rota-vaporación (500 mbar y 85°C) hasta separar por completo el solvente.
8. Secar el balón en el horno durante 1 hora a 40°C, para evaporar por completo el n-hexano.
9. Enfriar el balón en un desecador durante 24 horas, tomando el peso final a 12 horas y el peso constante al término de las 24 horas.
10. Medir el volumen inicial de la muestra (V_m), llenando el recipiente hasta la marca con agua y determinar el volumen usando una probeta graduada.

NOTA 2: Tener en cuenta el punto de ebullición del solvente usado, para controlar la separación flash.

NOTA 3: Para muestras limpias los volúmenes de extracción son de 20 ml. Tener en cuenta que cada vez que se realiza una extracción se debe lavar el papel filtro con aproximadamente 10 ml adicionales de n-hexano.

NOTA 4: Si la fase orgánica presenta más de 5 ml de emulsión después de agitar vigorosamente el embudo de separación, se debe drenar la emulsión junto con el solvente y llevarlos a una centrífuga durante 5 minutos a aproximadamente 2400 rpm. Seguidamente, transferir el material centrifugado al embudo de trabajo y drenar la capa del solvente a través de un filtro apropiado

y una porción de sulfato de sodio, para proseguir con la rota vaporación, el secado y el desecado.

7.2. Método para determinación de hidrocarburos no polares

1. Tomar un balón de 100 a 250 ml de fondo redondo, tararlo y tomar su peso inicial.
2. Tomar el balón resultante del análisis de grasas y aceites, volver a disolver el extracto contenido en él, añadiendo 100 ml de n-hexano.
3. Adicionar 3 g de sílica gel activada por cada 100 mg de grasas y aceites presentes en la muestra, hasta un total de 30 g (1000 mg de grasa y aceite).
NOTA 5: Usar la cantidad correspondiente de sílica gel activa dependiendo de la cantidad de grasas obtenida.
NOTA 6: Para muestras con más de 1000 mg de grasa y aceite realizar diluciones a 100 ml y adicionar a cantidad de sílica gel apropiada para la cantidad de grasas en la porción de la muestra.
4. Tapar el recipiente y agitar durante 5 minutos.
5. Filtrar la solución a través de papel filtro humedecido con el solvente, recoger el filtrado en el balón de fondo previamente tarado en el primer paso. Lavar la sílica y el filtro con 10 ml de solvente y llevar al anterior filtrado.
6. Llevar el extracto a rota-vaporación (500 mbar y 60°C) hasta separar por completo el solvente.
7. Secar el balón en el horno durante 1 hora a 40°C, para evaporar por completo el n-hexano.
8. Enfriar el balón en un desecador durante 24 horas, tomando el peso final a 12 horas y el peso constante al término de las 24 horas.

8. CÁLCULOS Y RESULTADOS

Para muestras que requieran de la determinación de grasas y aceites, el cálculo se realiza de la siguiente forma:

$$G \text{ y } A = [(P_f - P_i) \times (1000/V_m)]$$

Para el cálculo de hidrocarburos se procede de la misma manera matemática que con las grasas, así

$$\text{Hidrocarburo no polar} = (P_f - P_i) \times (1000/V_m)$$

Dónde:

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá		
D-7.2-39	Versión: 06	Página: 6 de 8

G y A, Hidrocarburos [=] mg/L.

P_f: peso final del balón fondo plano (mg)

P_i: peso inicial del balón fondo plano (mg)

V_m: volumen de la muestra.

9. SEGUIMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD

Por cada lote de máximo 20 muestras analizadas, ejecute los siguientes controles de calidad:

- Analizar un blanco, realizar una acción correctiva si su resultado es >1/2 del límite de cuantificación.
- Analizar un estándar igual al MRL. % Error aceptado ≤ 30%.
- Analizar un estándar de 16 mg/L. % Error aceptado ≤ 15%.
- Analizar un estándar de 120 mg/L. % Error aceptado ≤ 15%.
- Analizar una muestra por duplicado. RPD ≤ 20%.
- Analizar una muestra enriquecida por duplicado. RPD ≤ 20%. Porcentaje de recuperación aceptado 80 – 120%.

10. MANTENIMINETO

Se debe tener previamente calibrada la balanza analítica, los balones de fondo plano y balones de separación en perfecto estado; tanto el rota evaporador como el horno deben estar en óptimas condiciones y calibrados y ajustes de partes móviles y mecánicas.

11. BIBLIOGRAFÍA

American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. In: Lipps Wc, Braunt-Howland Eb, Baxter Te. Eds. Standard Methods For The Examination Of Water And Wastewater, 24th Ed. Washington Dc: APHA PRESS;2023. Sección 5020 B.

12. CONTROL DE CAMBIOS

Fecha	Resolución	Versión	Detalle
11/08/2017	300-03-10-23-0990	01	Aprobación inicial con código y nombre D-5.4-78: MÉTODO GRASAS Y ACEITES E HIDROCARBUROS NO POLARES: GRAVIMETRÍA.

06/10/2017	300-03-10-23-01270	02	<p>Se adicionó en el encabezado el método la referencia exacta del método de hidrocarburos y se especificó el uso del sulfato de sodio como agente de secado de la fase orgánica en la sección de procedimiento.</p>
5/08/2018	300-03-10-23-1436	03	<p>Se actualizó en el encabezado la nueva versión debido al cambio del Standard Methods.</p> <p>En el ítem de bibliografía se cambió el dato de "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. APHA – AWWA – WEF. 22° ed. 2012. Grasas, Aceites e Hidrocarburos no polares: Gravimétrico, SM 5020 B." por "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. APHA – AWWA – WEF. Edición 23 de 2017. Grasas Aceites e Hidrocarburos no polares: Gravimétrico, SM 5020 B."</p> <p>En la sección 6. PREPARACION DE REACTIVOS se indicó la preparación del estándar equivalente al MRL (8 mg/L).</p> <p>En el ítem Seguimiento y Control se cambió el criterio de aceptación del blanco, indicado así: "Analizar un blanco, realizar una acción correctiva si su resultado es >1/2 del límite de cuantificación". Se añadió "Analizar un estándar igual al MRL. % Error aceptado ≤ 30%".</p> <p>En el ítem Seguimiento y Control se cambió el dato de "Cada 20 muestra, se debe realizar y registrar en la captura de datos lo siguiente:" por "Cada 20 muestra o cada lote, se debe realizar y registrar en la captura de datos lo siguiente:".</p>
19/11/2019	300-03-10-23-1429	04	<p>De acuerdo a lo indicado por el método de referencia SM 5520 B, se adiciona en la sección 7 – PROCEDIMIENTO la NOTA 4, donde se indica el tratamiento debido de un extracto con más de 5 ml de emulsión.</p> <p>Por otro lado, en la sección 3 - FUNDAMENTOS DEL MÉTODO se elimina el numeral 3.2. Definición, donde parte de la información se tomó para adicionar la sección 2 – ALCANCE, así: "Este método gravimétrico es aplicable en las siguientes matrices: superficiales, y residuales tanto industriales como domésticas, para concentraciones a partir de 8 mg/L para las grasas y los aceites y de 4 mg/L para la determinación de los hidrocarburos en aguas".</p> <p>Se agregó el numeral 12 – MANTENIMIENTO donde se indican condiciones de trabajo de los elementos y equipos usados en el desarrollo de la prueba.</p> <p>Se cambia la codificación del documento pasando de D-5.4-78 a D-7.2-39 de acuerdo a la nueva versión de la Norma – ISO/IEC 17025:2017.</p>
24/11/2023	300-03-10-23-2554	05	<p>Se actualiza el documento para la determinación de Grasas y Aceites e Hidrocarburos de acuerdo con la metodología normalizada de Standard Methods 5020 B, F de 2022, edición 24.</p>
09/07/2025	100-03-10-23-1338	06	<p>Se corrigió el año de publicación de la versión vigente de Standard Methods (2023).</p>

Última línea-----última línea-----última línea