
NORMA BOLIVIANA

NB 64010

**Calidad del Agua -
Determinación de Aceites
y Grasas en efluentes
industriales - Método
gravimétrico**

ICS 13.060.30 Aguas residuales

SEPTIEMBRE 2005

Prefacio

La redacción de la Norma Boliviana NB 64010 “Determinación de aceites y grasas en efluentes industriales – Método gravimétrico”; ha sido encomendada al Comité Técnico Normalizador N° 6.4 “Calidad del agua”, integrado por las siguientes personas e instituciones:

REPRESENTANTE	ENTIDAD
Eduardo Díaz	Dirección de cuencas - MDS
Gonzalo Lima	UMSA - Ing. Química
Rolando Bustillos	UMSA - Ing. Química
Gonzalo Gorrity	América Textil
Jorge Quintanilla	ABLEA - IIQ
Santiago Morales	Universidad Tecnológica Boliviana
Stana Stoeva	Escuela Militar de Ingeniería
Julio Cesar Calderón	IGEMA - UMSA
Christian Romero	CPTS
Luis Cáceres	IBTEN
Carolina Palacios	CNI
Lucía Alanoca	IE - UMSA / IRD
Jaime Chincheros	LCA - UMSA
Evel Álvarez	AISA
Brian Gonzáles	GECMA S.R.L
Mariana Rojas	GMLP - DCA
Martha Ameller	GMLP - DCA
William Choque	Consultor
Fernando Trigo	SAGUAPAC
Rosario Mena	SPECTROLAB
Rolando Álvarez	FLASH S.R.L
Ana María Romero	Centro de Aguas y Saneamiento Ambiental - UMSS
Luis Romero B.	IBNORCA

Fecha de aprobación por el Comité Técnico 2005-08-11

Fecha de aprobación por el Consejo Rector de Normalización 2005-08-25

Fecha de ratificación por la Directora de IBNORCA 2005-09-09

Calidad del Agua – Determinación de Aceites y Grasas en efluentes industriales – Método gravimétrico**0 INTRODUCCION**

La determinación de aceites y grasas, no es medida absoluta de la cantidad de una sustancia específica. En realidad, grupos de sustancias con características físicas similares son determinadas cuantitativamente sobre la base de su común solubilidad en un solvente extractante. “Aceites y grasas” es definido como cualquier material recuperado como una sustancia soluble en el solvente. Esto incluye otros materiales extractados por el solvente de una muestra acidificada (tales como compuestos sulfurados, ciertos compuestos colorantes orgánicos y clorofila) y no volatilizados durante la determinación.

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta norma establece un método de análisis para la determinación de grasas y aceites recuperables en efluentes industriales.

2 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta norma se aplican las siguientes definiciones:

2.1 Aguas residuales

Las aguas de composición variada provenientes de las descargas de usos industriales, comerciales, domésticos y similares, así como la mezcla de ellas.

2.2 Grasas y Aceites

Son los compuestos orgánicos constituidos principalmente por ácidos grasos de origen animal y vegetal, así como de hidrocarburos del petróleo que son extraídos de la muestra utilizando hexano como disolvente.

2.3 Peso constante

Es el peso que se registra cuando el material ha sido calentado, enfriado y pesado, y que en dos ciclos completos las pesadas no presentan una diferencia significativa.

2.4 Trazabilidad

Propiedad del resultado de una medición o del valor de un patrón por la cual pueda ser relacionado a referencias determinadas, generalmente patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones teniendo todas las incertidumbres determinadas.

3 MUESTREO

Colectar una muestra separada para la determinación de aceites y grasas. El contenedor de la muestra no debe ser sobrellenado. La muestra no debe ser subdividida. El material

del envase debe ser de vidrio color ámbar (véase NB 64002). Colectar muestras replicadas, para análisis replicados o para control de aseguramiento de la calidad. Colectar las réplicas en rápida sucesión, o en paralelo.

4 EQUIPOS Y MATERIALES

- 4.1 Embudo de separación de 250 ml con llave de teflón
- 4.2 Embudo de vidrio de vástago largo
- 4.3 Balones de fondo redondo de 250 ml de boca esmerilada
- 4.4 Estufa para secado de material y reactivos
- 4.5 Desecador
- 4.6 Papel filtro (Whatman N° 40)
- 4.7 Centrífuga, capaz de soportar a por lo menos cuatro tubos de centrífuga de 100 ml y rotarlos a por lo menos 2400 rpm o más.
- 4.8 Tubos para centrífuga, de vidrio de 100 ml.
- 4.9 Vaso de precipitados de 400 ml
- 4.1. Rotavapor para recuperación de solvente
- 4.10 Balanza analítica de 4 decimales

5 REACTIVOS

- 5.1 Ácido clorhídrico 1:1: Mezclar iguales volúmenes del ácido y de agua desmineralizada (desionizada).
- 5.2 N-Hexano (punto de ebullición 69 °C)
- 5.3 Sulfato de sodio, Na₂SO₄, cristales anhidros (llevar a una mufla para secar el material por un periodo de 1 hora a 100 °C, posteriormente colocar en desecador y mantenerlo allí hasta el momento de su empleo).
- 5.4 Cloruro de sodio, para análisis.

6 CALIBRACION E INCERTIDUMBRE

Se debe contar con un registro de verificación de calibración de los equipos y materiales siguientes:

- Material volumétrico, y
- Balanza analítica.

Los conceptos relacionados con la incertidumbre asociada a la medición del peso se encuentran en el Anexo A. Adicionalmente Véase Anexos del NB 64003.

7 PROCEDIMIENTO

- 7.1. Cuando la muestra es llevada al laboratorio, marcarla mediante el menisco de agua y pesar la botella, para posterior determinación del volumen de la muestra.
- 7.2. Si la muestra no ha sido acidificada previamente, acidificarla con HCl 1:1 hasta pH 2 ó menor (generalmente 5 ml es suficiente para 1 L de muestra).
- 7.3. Agitar vigorosamente la muestra, tomar 100 ml de la muestra empleando una probeta y trasvasarlos a un embudo de separación de 250 ml.
- 7.4. Enjuagar la probeta con 30 ml de disolvente n-hexano, transferir estos volúmenes de enjuague al embudo de separación.
- 7.5. Agregar de 3 g a 4 g de NaCl para evitar la formación de emulsiones. (Eliminar este paso en caso de muestras en las que el contenido de cloruros es alto, tal como en el caso de las aguas residuales provenientes de la industria de textiles, en las que se emplea NaCl como mordiente).
- 7.6. Agitar vigorosamente por dos minutos con movimientos verticales manteniendo el mismo ritmo de agitación y dejar reposar hasta separación de las fases (periodo aproximado de 10 minutos).
- 7.7. Si no se puede obtener una capa orgánica y se forma una emulsión de más de 5 ml, transferir la emulsión y la fase (capa) orgánica a un tubo de vidrio para centrifuga de vidrio, centrifugar por 5 minutos a aproximadamente 2400 rpm.
- 7.8. Transferir la capa orgánica al embudo separador y filtrarla a través de un embudo con papel filtro (Whatman No 40 o equivalente) y 10 g de Na_2SO_4 anhidro, previamente enjuagados, ambos, con el disolvente.
- 7.9. Recoger la capa orgánica (residuo resultante de la evaporación del solvente) seca en un balón de fondo redondo de 250 ml, limpio, seco y previamente llevado a peso constante en una estufa a 105 °C; el balón debe colocarse en posición vertical (boca abajo); antes de medir los pesos.
- 7.10. Recombinar la capa acuosa y cualquier emulsión remanente, en el embudo separador.
- 7.11. Realizar tres extracciones con 30 ml de n-hexano.
- 7.12. Repetir los pasos de centrifugación, si las emulsiones persisten en cada extracción.
- 7.13. Para muestras con emulsiones menores a 5 ml, sólo filtrar la capa orgánica a través de un embudo con papel filtro y 10 g de Na_2SO_4 anhidro, previamente enjuagados, ambos, con el disolvente.
- 7.14. Enjuagar el papel filtro que contiene el Na_2SO_4 con 10 ml a 20 ml de disolvente, y recoger los enjuagues junto con los extractos en el balón tarado.
- 7.15. Evaporar el disolvente colocando el balón en el rotavapor; una vez recuperado el disolvente, tomar el balón y colocarlo en una estufa a 105 °C hasta peso constante (Ver párrafo 3.3).

7.16. Retirar el balón de la estufa y colocarlo en un desecador por un periodo de 3 horas hasta que se enfríe y determinar su peso.

8 INTERFERENCIAS

8.1 Los hexanos tienen la facilidad de disolver no solamente las grasas y aceites minerales y vegetales, sino también otras sustancias como azufre elemental, tintes y otros compuestos orgánicos.

8.2 Existen pérdidas importantes de hidrocarburos de cadena corta y aromáticos simples con puntos de ebullición menores a 150°C

8.3 Puede obtenerse interferencia positiva durante el secado del residuo debido a la adsorción de humedad si no se utiliza un desecador.

9 CALCULOS

$$\text{mg grasas y aceites/l} = (\Delta \text{peso} \times 10^6) / V$$

donde:

Δ peso = Diferencia en gramos del peso final del balón con respecto al peso inicial

V = Volumen en mililitros de la alícuota de la muestra

10^6 = Factor de conversión para expresar el resultado en mg/l.

10 INCERTIDUMBRE Y SESGO

Véase Anexos A y B del PNB 64003

11 INFORME

El responsable de elaborar todo informe que sea resultado de la aplicación de la Norma mínimamente debe considerar los siguientes puntos:

- 1 Objetivos
- 2 Procedimiento y métodos empleados
- 3 Referencias de la industria (razón social, localización, código CAEB)
- 4 Identificación del personal responsable
- 5 Resultados
- 6 Tabulación y comparación de valores con normas legales
- 7 Conclusiones y recomendaciones

12 BIBLIOGRAFIA

- | | |
|---|--|
| NB 64002 | Calidad del agua - Muestreo de aguas residuales |
| NMX-AA-005-SCFI-2000 | Análisis de agua – Determinación de grasas y aceites en aguas naturales, residuales. |
| SMWW | Métodos Estándar para el análisis de aguas y aguas residuales.2000. 20ava edición. Método 5520 |
| http://www.quimica.urv.es/quimio/general/incmas.pdf | Incertidumbre de las medidas de masa |

Anexo A (Informativo)

INCERTIDUMBRE DE LAS MEDIDAS DE MASA

La incertidumbre de una medida de masa depende de los errores asociados al proceso de calibración de la balanza, a la deriva de la misma y al propio proceso de pesada de la muestra. Para calcularla es recomendable seguir la metodología propuesta por la ISO (Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement) [GUM 1993], la cual se basa en identificar, cuantificar y combinar todas las fuentes de incertidumbre del procedimiento de medida. La Figura 1 muestra las cuatro etapas diferenciadas propuestas por la ISO para calcular la incertidumbre. A continuación, se detalla cómo aplicar cada una de dichas etapas al cálculo de la incertidumbre de una medida de masa.

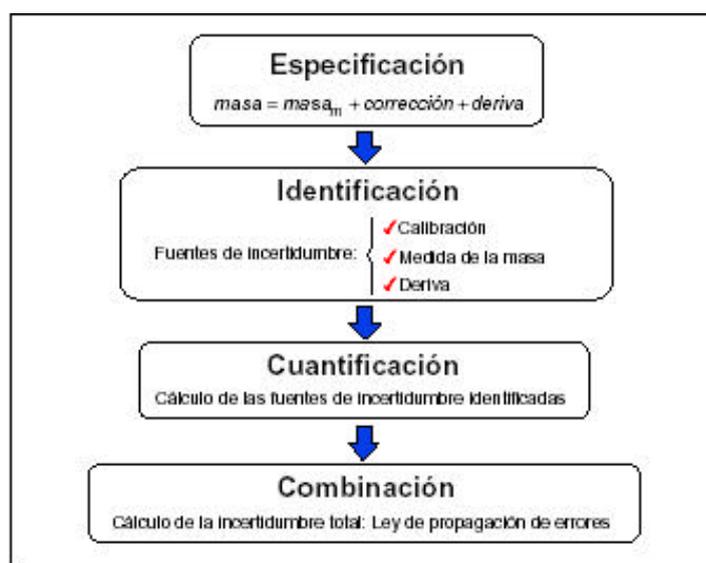


Figura 1. Etapas a seguir para calcular la incertidumbre de una medida de masa según el método de la ISO.

Especificación

En la etapa de la especificación debe establecerse cuál es la relación, si es posible a través de una ecuación matemática, entre el resultado de la medida (en este caso la masa de una muestra) y los parámetros de los que depende. La masa de una muestra se expresa como:

$$masa = masa_m + corrección + deriva \quad [1]$$

donde $masa_m$ es el peso de la muestra registrado por la balanza. La *corrección* se calcula en el proceso de calibración de la balanza y considera la diferencia entre el valor asignado de las masas patrón y el valor proporcionado por la balanza al pesar la masa patrón. La *deriva* de la balanza es debida a dos causas: 1) a que con el paso del tiempo la balanza se va descalibrando; y 2) al error sistemático debido a la diferencia entre la temperatura a la que se calibra la balanza (20°C) y la temperatura a la que se pesa la muestra. En esta expresión no se ha considerado el efecto del empuje del aire ya que suele ser despreciable porque la densidad de las muestras normalmente es mucho mayor que la densidad del aire.

Identificación

En esta etapa deben identificarse todas las fuentes de incertidumbre asociadas a la pesada de una muestra. Estas fuentes de incertidumbre son:

1. *Incertidumbre de la calibración.* Cualquier instrumento de medida debe calibrarse para garantizar la trazabilidad de los resultados que proporciona. Durante el proceso de calibración también se realizan medidas, las cuales, obviamente, no están exentas de error instrumental. La incertidumbre de esta etapa, está asociada a la corrección calculada durante la calibración de la balanza y depende de la incertidumbre de las masas patrón y de los errores asociados al propio proceso de calibración.

2. *Incertidumbre de la propia medida de la masa.* Depende de la resolución de la balanza y de la precisión de la pesada, a la cual contribuyen los errores aleatorios asociados al analista y a las magnitudes de influencia (temperatura, presión atmosférica, humedad,...).

3. *Deriva de la balanza.* Considera el error sistemático debido a que la balanza se va descalibrando con el paso del tiempo y a la diferencia entre la temperatura a la que se realiza la pesada y la temperatura a la que se ha calibrado la balanza.

Cuantificación

Una vez identificadas todas las fuentes de error que pueden contribuir a la incertidumbre final, la siguiente etapa consiste en cuantificar su magnitud:

1. Incertidumbre de la calibración

La incertidumbre de la calibración depende de que la balanza la calibre el propio laboratorio (calibración interna) o bien de que se calibre en otro laboratorio (calibración externa).

2. Incertidumbre de la medida de masa

Esta incertidumbre depende de la precisión (condiciones ambientales en las cuales se realiza la medida) y de la resolución de la balanza:

3. Deriva de la balanza

La incertidumbre de la deriva considera dos componentes: 1) la incertidumbre debida a que la balanza se va descalibrando con el paso del tiempo; y 2) la incertidumbre asociada al error sistemático debido a la diferencia entre la temperatura a la que se calibra la balanza (20°C) y la temperatura a la que se pesa la muestra.

Combinación

Una vez que en la etapa de cuantificación se han calculado todas las fuentes de incertidumbre, éstas deben combinarse aplicando la ley de propagación de errores a la expresión propuesta en la etapa de especificación. De esta forma, se obtiene una incertidumbre estándar combinada, u , asociada al peso de una muestra problema.

Calibración de la balanza	Medida de masa	Deriva de la balanza
↓	↓	↓
$u = \sqrt{\left[\left(\frac{s_i^2}{n} + \frac{res^2}{3} \right) + \left(\frac{U(m_{pat,i})}{2} \right)^2 + c_i^2 \right] + \left[s_i^2 + \frac{res^2}{3} \right] + \left[\frac{dif_i^2}{3} + \frac{(\text{sen} \cdot \Delta T \cdot m_{pat,i})^2}{3} \right]}$		

Figura 2. Expresión para calcular la incertidumbre de la masa de una muestra.

La Figura 2 muestra la expresión para calcular la incertidumbre total de la masa de una muestra. Se observa que esta expresión es la suma de los tres componentes de incertidumbre identificados durante la etapa de identificación: 1) Calibración de la balanza; 2) medida de masa; y 3) deriva de la balanza. La incertidumbre de calibración está calculada asumiendo que la balanza se calibra internamente.

Se observa, a partir de la ecuación de la Figura 2, que la incertidumbre estándar asociada a la medida de una masa, u , depende del valor de la propia masa medida, a través de los diferentes términos que contienen el subíndice i . Dichos términos se han obtenido a partir de medidas sobre la masa patrón de masa i .

El último paso, consiste en calcular la incertidumbre total expandida, U . Para ello, debe multiplicarse la incertidumbre estándar por un factor de cobertura, k :

$$U = k \times u \quad [2]$$

Normalmente, k es igual a 2. De esta forma, hay aproximadamente un 95% de probabilidad de que el intervalo $masa_i \pm U$ contenga la masa verdadera de la muestra problema.

Como se ha mencionado, la incertidumbre debe calcularse para cada punto donde se realiza la calibración de la balanza. Para asignar la incertidumbre de la masa de una muestra problema hay dos posibilidades: 1) asignar a la muestra problema el valor de incertidumbre del punto de calibración más próximo a la masa de la muestra problema; y 2) asignar a todas las muestras la incertidumbre mayor calculada, independientemente de la masa de la muestra problema.

IBNORCA: Instituto Boliviano de Normalización y Calidad

IBNORCA creado por Decreto Supremo Nº 23489 de fecha 1993-04-29 y ratificado como parte componente del Sistema Boliviano de la Calidad (SNMAC) por Decreto Supremo Nº 24498 de fecha 1997-02-17, es la Organización Nacional de Normalización responsable del estudio y la elaboración de Normas Bolivianas.

Representa a Bolivia ante los organismos Subregionales, Regionales e Internacionales de Normalización, siendo actualmente miembro activo del Comité Andino de Normalización CAN, del Comité Mercosur de Normalización CMN, miembro pleno de la Comisión Panamericana de Normas Técnicas COPANT, miembro de la International Electrotechnical Commission IEC y miembro correspondiente de la International Organization for Standardization ISO.

Revisión

Esta norma está sujeta a ser revisada permanentemente con el objeto de que responda en todo momento a las necesidades y exigencias actuales.

Características de aplicación de Normas Bolivianas

Como las normas técnicas se constituyen en instrumentos de ordenamiento tecnológico, orientadas a aplicar criterios de calidad, su utilización es un compromiso concienzudo y de responsabilidad del sector productivo y de exigencia del sector consumidor.

Información sobre Normas Técnicas

IBNORCA, cuenta con un Centro de Información y Documentación que pone a disposición de los interesados Normas Internacionales, Regionales, Nacionales y de otros países.

Derecho de Propiedad

IBNORCA tiene derecho de propiedad de todas sus publicaciones, en consecuencia la reproducción total o parcial de las Normas Bolivianas está completamente prohibida.