

**PLAN DE MEJORAMIENTO PARA EL PROCESO DE
DETERMINACION DE ACEITES Y GRASAS EN LA
SUBDIRECCION DE MEDICION Y ANALISIS AMBIENTAL DE
CORPONOR**

Andres Felipe Reyes Ortega

**PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA AMBIENTAL, CIVIL Y
QUÍMICA
FACULTAD DE INGENIERÍAS Y ARQUITECTURA**



UNIVERSIDAD DE PAMPLONA

PAMPLONA, 2 de julio de 2021

**PLAN DE MEJORAMIENTO PARA EL PROCESO DE
DETERMINACION DE ACEITES Y GRASAS EN LA
SUBDIRECCION DE MEDICION Y ANALISIS AMBIENTAL DE
CORPONOR**

Andres Felipe Reyes Ortega

**Trabajo de grado presentado como requisito para optar al título de
INGENIERO QUÍMICO**

Directora: Daissy Lorena Restrepo Serna

MSc. Ingeniero Químico, Estudiante de doctorado

PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA

**DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA AMBIENTAL, CIVIL Y
QUÍMICA**

FACULTAD DE INGENIERÍAS Y ARQUITECTURA

UNIVERSIDAD DE PAMPLONA

Pamplona, 2 de julio de 2021

TABLA DE CONTENIDO

1	PLANTEAMIENTO Y JUSTIFICACION	6
1.1.	<i>Planteamiento.....</i>	6
1.2.	<i>Justificación.....</i>	7
2	OBJETIVOS	8
2.1.	<i>OBJETIVO GENERAL</i>	8
2.2.	<i>OBJETIVOS ESPECIFICOS</i>	8
3	MARCO TEORICO.....	9
3.1.	<i>El agua.....</i>	9
3.2.	<i>Oferta hídrica en Colombia.....</i>	9
3.3.	<i>Aceites y Grasas</i>	10
3.4.	<i>Tipos de Aceites usados en Latinoamérica.....</i>	10
3.5.	<i>Contaminación con aceite</i>	10
3.6.	<i>Estudio y control de los aceites y grasas.....</i>	11
3.7.	<i>Métodos para la determinación de aceites y grasas</i>	11
3.7.1.	<i>Método gravimétrico de partición liquido/liquido</i>	11
3.7.2.	<i>Método Soxhlet</i>	12
3.7.3.	<i>Método Gravimétrico de partición en fase solida.....</i>	12
3.7.4.	<i>Método Infrarrojo de Partición.....</i>	12
4	METODOLOGIA.....	13
4.1.	<i>Equipos y Materiales</i>	13
4.2.	<i>Reactivos y Estándares de Control.....</i>	13
4.3.	<i>Determinación de Aceites y Grasas.....</i>	13
4.4.	<i>Elaboración Curva de Calibración.....</i>	14
5	RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	15
5.1.	<i>Espectros Infrarrojos.....</i>	15

5.2.	<i>Análisis para el Primer Grupo de Muestra</i>	16
5.3.	<i>Análisis para el Segundo Grupo de Muestra</i>	17
5.4.	<i>Caracterización del Aceite de Oliva</i>	18
6	CONCLUSIONES	20
	BIBLIOGRAFÍA	21

INTRODUCCION

Uno de los métodos más utilizados actualmente para la determinación de aceites y grasas en muestras de agua es la espectrofotometría infrarroja, la cual es una alternativa rápida, eficaz y de fácil elaboración en comparación con los métodos gravimétricos empleados anteriormente en CORPONOR. Uno de los inconvenientes del método implementado en este laboratorio es el aceite utilizado para la elaboración de las muestras fortificadas, ya que se realiza a base de compuestos orgánicos altamente contaminantes y por este motivo se estudia la viabilidad de reemplazar esta mezclas de compuestos por uno más amigable con el medio ambiente y que no represente riesgos para la salud humana, siendo el aceite de oliva el caso de estudio, se concluyó que el aceite de oliva cumple adecuadamente con los estándares de control ya que arroja resultados semejantes a los reportados teóricamente.

1 PLANTEAMIENTO Y JUSTIFICACION

1.1. Planteamiento

Entre las diferentes cargas contaminantes que se presentan en aguas industriales, domésticas y de servicio nos encontramos con cantidades significativas de aceites y grasas, entre otros contaminantes, lo cual representa un impacto ambiental negativo en el agua, debido a que permiten la formación de películas en su superficie por la diferencia de densidad y a si mismo por su polaridad causando que no se genera un adecuado intercambio de oxígeno entre el agua y el aire.

Se puede encontrar en los diferentes cuerpos de aguas que muchos de los contaminantes que llegan o son depositados en cuerpos de agua son compuestos orgánicos como, por ejemplo: aceites, grasas, tinturas, fenoles pintura, herbicidas, insecticidas entre otros. Siendo el de más relevancia el análisis y estudio de los aceites y grasas contenidos en dichos cuerpos de agua, ya que estos no son de fácil biodegradabilidad.

CORPONOR como entidad reguladora y encargada por velar en el uso racional y eficiente del agua, debe velar que las diferentes fuentes de agua que transcurren y hacen parte del departamento de Norte de Santander cumplan con los requisitos establecidos para el uso y consumo de la misma, con el fin de generar un plan de sostenibilidad ambiental para las futuras generaciones. Por esto mismo regularmente hace estudios y chequeos de control a los diferentes cuerpos de agua que conforman la región.

Cuando se hacen estudios de control para la determinación de la cantidad de aceite y grasas en cuerpos de agua, existen varios métodos para esto; ya que *CORPONOR* cuenta con un laboratorio Ambiental de Análisis de Agua acreditado por el IDEAM en alta calidad, el método utilizado se debe basar en el "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater" el cual establece los métodos y las técnicas más apropiadas para el estudio de los cuerpos de agua. Esta guía nos ofrece cuatro métodos diferentes los cuales son: Método gravimétrico de partición liquido/liquido, Método infrarrojo de Partición, Método Soxhlet y el Método gravimétrico de partición en fase sólida. En este caso el método usado es el infrarrojo, debido a que las muestras de agua pueden contener hidrocarburos volátiles los cuales se perderían en operaciones de remoción de solvente de los procedimientos gravimétricos. Otro factor de relevancia en el cual se elige este método es que se pueden encontrar muestras de aguas las cuales contiene niveles bajos de aceites y grasas, lo cuales no podrían ser determinados a través de los métodos gravimétricos.

El método infrarrojo de partición, así como los diferentes métodos mencionados anteriormente siempre requieren de una elaboración de estándares de control necesarios con el fin de producir datos defendibles con precisión y exactitud. La primera prueba de control es un blanco fortificado de laboratorio (LFB) el cual es una muestra de agua de reactivo a la que se le agrega una concentración conocida de los analitos de interés. Además de este se debe realizar una matriz fortificada de laboratorio (LFM) la cual consta de adicionar una porción en exceso del analito de interés en una muestra de estudio.

1.2. Justificación

El método infrarrojo de partición para la determinación de aceites y grasas esenciales, sección 5520 C del “Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater” exige la elaboración de pruebas de control de calidad como lo mencionamos anteriormente, entre esas pruebas establece la utilización de un aceite comercial difícil de adquirir, para lo cual fue necesario la elaboración de un aceite de laboratorio que consta de una mezcla de compuestos orgánicos, los cuales son: Hexadecano ($C_{16}H_{34}$), Isooctano (C_8H_{18}) y Benceno (C_6H_6)¹. El uso de estos compuestos representa un alto riesgo para las personas que constantemente se encuentren en contacto con estas sustancias, ya que los tres compuestos son altamente contaminantes como lo establecen sus respectivas fichas técnicas de seguridad ²⁻⁴.

Una de las desventajas de esta mezcla de compuestos orgánicos es el corto tiempo de vida útil de la mezcla, ya que una vez preparada la solución se empiezan a evaporar los gases lo cual conlleva a la pérdida de sus propiedades, causando que se tenga que realizar constantemente este aceite de referencia, aumentando el costo por el continuo uso de estas sustancias orgánicas, CORPONOR al contar con un laboratorio de control de calidad, se somete constantemente a auditorias tanto internas como externas en donde su objetivo es generar resultados confiables y seguros, por lo mismo siempre está en constante mejora y búsqueda de alternativas viables y seguras que le permitan seguir cumpliendo con los estándares de calidad.

Entendiéndose eso, surge el planteamiento del uso de un aceite diferente para la elaboración de estas pruebas, siendo en este caso el aceite de oliva, en primera medida por ser un aceite con alto contenido de ácidos grasos⁵ y que al mismo tiempo no representa riesgos para la salud humana⁶

2 OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GENERAL

- Diseñar un procedimiento para la estimación de aceites vegetales empleando como técnica la fortificación con aceite de oliva como caso de estudio, con el propósito de asegurar la confiabilidad y eficacia del proceso de tratamiento brindado.

2.2. OBJETIVOS ESPECIFICOS

- Identificar y cuantificar los componentes del agua antes y después del tratamiento.
- Caracterizar el aceite de oliva.
- Analizar la influencia de la concentración de aceite adicionando por medio de la fortificación en la estimación de la concentración de aceite vegetal inicial.
- Desarrollar la metodología detallada para la estimación de la concentración de aceite vegetal en agua mediante la fortificación con aceite vegetal.

3 MARCO TEORICO

3.1. El agua

El agua es uno de los compuestos con diferentes características únicas generando un gran significado para la vida humana, primeramente tomando como referencia que es de los compuestos más abundantes de la naturaleza y de demasiado uso en la vida común y así mismo en los procesos físicos, químicos y biológicos, no solo realizados por los humanos sino también por los diferentes seres vivos que habitan en la tierra ⁷. Este compuesto al ser de los más abundantes y accesibles es usado sin conciencia lo que causa un impacto ambiental negativo, el cual es la generación de aguas residuales, estas aguas son generadas ya que el agua al ser usada en buenas condiciones para cualquiera que sea la actividad a realizar es contaminada por otro compuesto o grupo de sustancias y se pasa a ser depositada o llevada a cuerpos receptores de agua como ríos, canales, lagos, plantas de tratamiento de aguas, entre otros; a medida que se use una mayor cantidad de agua crece potencialmente el deterioro de los cuerpos receptores ⁸.

Estas aguas residuales son clasificadas dependiendo de su procedencia, por ejemplo, podemos encontrar aguas residuales industriales, domésticas y de servicio, entre los diferentes contaminantes que podemos hallar, nos centraremos en los aceites y grasas. Esto es debido a que generan un gran impacto en el agua, ya que llegan a formar películas o capas en la superficie de los cuerpos de agua, repercutiendo en que no haya un adecuado intercambio de oxígeno entre el agua y el aire, afectando tanto como a la flora y la fauna ⁹.

Todos los cuerpos de agua ya sean ríos, lagos, nacimientos, pozos, lagunas, entre otros. Cuentan con una serie de características que les permiten entrar en un equilibrio entre la vida vegetal y animal pero esto a lo largo de los siglos se han venido deteriorando y dañando debido a las diferentes fuentes de contaminación ¹⁰.

3.2. Oferta hídrica en Colombia

Colombia cuenta con una ubicación geográfica y una variada topografía que le permite atribuirse con unas de las mayores ofertas hídricas del planeta y aunque esta oferta hídrica no cuente con una distribución homogénea en el país se puede decir que Colombia cuenta con una extensa red fluvial superficial garantizando condiciones que facilitan el almacenamiento de aguas subterráneas ⁷

Según el *IDEAM* se promedia que en Colombia la precipitación media anual es de 3000 mm y cuenta con una escurrentía media anual de 1830 mm y si se toman como referencia estos datos podemos decir que se obtiene un caudal medio de 6700 m³/seg lo que equivaldría a un volumen anual de 2084 Km³ que escurren alrededor de las cinco regiones hidrológicas que componen el país distribuyéndose de la siguiente forma: 11% para la región Magdalena-Cauca, 5% región del Caribe, 18% región del Pacífico, 34% en la Amazonia y por último un 32% para la región de la Orinoquía ¹¹

La región que está comprendida en Norte de Santander la podemos nombrar como la zona del Catatumbo debido a que está representado con la cuenca del río que posee el mismo

nombre, caracterizada por una variación entre los 1.000 y los 1.500 mm de su escorrentía. Municipios como Abrego y Ocaña cuentan con cuentas de menor rendimiento, mientras que las zonas de la parte baja del río Catatumbo posee los mayores rendimientos y esto se debe a sus características hidroclimáticas, obteniendo así una clasificación a nivel nacional como una zona con disponibilidad de agua entre normal y deficiente ⁷.

3.3. Aceites y Grasas

Los aceites y grasas están conformados por triglicéridos (TG). Estos triglicéridos están comúnmente compuestos por tres ácidos grasos, que se mantienen unidos por un enlace formado por el glicerol dando paso a la formación de una estructura molecular única. La cual depende del tipo específico de ácido graso que lo compone ¹². Las grasas aparte de incluir todos los TG también se relacionan con productos lipídicos de origen animal y una pequeña parte de origen vegetal, mientras que los aceites están relacionados con todos los lípidos de origen vegetal ¹³.

3.4. Tipos de Aceites usados en Latinoamérica

América Latina se caracteriza por ser un gran productor de aceites vegetales de diferente tipo, en donde la gran mayoría de estos se obtienen de manera industrial a través de prensado del fruto o semilla del mismo, como es el caso del aceite de soja, aceite de girasol, aceite de palma, aceite de maíz que surge como subproducto de la molienda húmeda del maíz, el aceite de oliva y el aceite de canola ⁶

3.5. Contaminación con aceite

A pesar de que la humanidad depende y hace gran uso del agua somos nosotros mismos los encargados de deteriorarla y contaminarla, en donde muchos de los contaminantes son compuestos orgánicos que en su mayoría son productos que podemos encontrar tanto en la industria como en los hogares tales como: aceites, grasas, tinturas, insecticidas, entre otros ⁹. La contaminación emanada por compuestos orgánicos genera un cambio en las características organolépticas, creando un riesgo para la salud si esta se consume sin su debido tratamiento, no siendo esto suficiente también genera riesgos en el ecosistema. ¹⁴.

Si los aceites son depositados de forma inapropiada en los cuerpos de agua, estos pueden llegar a generar una alta fuente de contaminación, ya que se estima que un litro de aceite contiene aproximadamente 5.000 veces más carga de contaminante que la que puede contener el agua que circula a través de las alcantarillas, así mismo este litro de aceite puede llegar a contaminar 40.000 litros de agua, que es el equivalente a la cantidad de agua que consume una persona al año ¹³.

No solo se debe considerar la contaminación generada por la mala deposición de estos aceites y grasas, sino las otras problemáticas que se presenta cuando están en concentraciones elevadas y es que estos provocan que se eleve la demanda química de oxígeno (DQO), lo que también ocasiona problemas en la actividad fotosintética, creando una disminución para la producción interna de oxígeno disuelto¹³.

3.6. Estudio y control de los aceites y grasas

Todas las aguas naturales así sean superficiales o subterráneas presentan una características que las permiten compaginar con la vida vegetal y animal, para que estas características no cambien se establecieron una serie de sistemas de control de calidad del agua, los cuales al pasar de los años aumenta su exigencia y es que estos controles incluyen parámetros establecidos desde los muestreos ya que se deben establecer el número de muestras a tomar, la frecuencia, el lugar en donde se toma, la conservación y transporte de la muestra. Finalmente se hace la elección los parámetros de control, los métodos analíticos para determinarlos y el control de calidad de los análisis realizados ¹⁰.

Es de gran importancia la determinación de aceite y grasas por las entidades ambientales debido a los deterioros que causan en el ambiente, por lo cual se han establecido parámetros reglamentarios y normativos para el monitoreo del agua y sus efluentes, siendo indispensable el uso de una metodología apropiada que asegure la calidad analítica de los resultados ¹⁴.

En Colombia los aceites y grasas se encuentran regulados por el decreto nacional 3930 de 2010 expedido por el ministerio de salud¹⁵ y la resolución 30 de 2005 expedido por el ministerio de minar y energía ¹⁶, quienes reconocen los efectos perjudiciales que tienen estas sustancias para la salud humana y para el medio ambiente ¹⁴

3.7. Métodos para la determinación de aceites y grasas

Cuando se hace la determinación de aceites y grasas no se mide una cantidad absoluta de una sustancia específica. Se determina cuantitativamente grupos de sustancias con características físicas similares sobre la base de su solubilidad común en un solvente orgánico¹⁷. Existen diferentes métodos analíticos que hacen fácil la determinación de estos aceites y grasas como lo es la cromatografía de gases, partición liquido-liquido, soxhlet, y también nos encontramos con métodos espectroscópicos como el infrarrojo y ultravioleta. Cada uno de estos posee sus ventajas y limitantes, siendo uno de los primordiales el alto costo de los equipos y de los patrones de alta pureza comercial¹⁴.

Tomando como referencia el “Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 23RD Edition” (2017) establece cuatro métodos diferentes para la determinación de aceites y grasas en muestras líquidas los cuales son: método gravimétrico de partición liquido/liquido, método infrarrojo de partición, método Soxhlet y el método gravimétrico de partición en fase sólida¹⁷.

3.7.1. Método gravimétrico de partición liquido/liquido

Este método consiste en que los aceites y grasos son extraídos del agua mediante el contacto con un solvente orgánico (n-hexano)¹⁸. Todo el método se basa en la diferencia de pesos, entre el inicial y final del material volumétrico destinado para contener la extracción, pero una de las desventajas de este método es en la eliminación del solvente puesto que se pueden perder algunos compuestos orgánicos de cadena corta por la volatilización, así mismo se puede presentar la formación de emulsiones y pérdidas de los analitos de interés¹⁹.

3.7.2. Método Soxhlet

El principal factor para elegir este método es cuando hay fracciones polares de petróleo o cuando se presentan niveles de grasa no volátiles que alcanzan el límite de solubilidad del solvente orgánico²⁰, el principio del método se basa en que los aceites y grasas son separadas de la parte líquida por filtración para después ser llevados a una extracción por Soxhlet con n-hexano, seguidamente se procede a pesar el residuo, producto de la evaporación del disolvente, el cual vendría siendo la cantidad de aceites y grasas contenidas en la muestra¹⁹.

Unas de las limitaciones para este método es que es un método netamente empírico y para obtener resultados confiables se deben seguir de manera estricta todos los procedimientos, además factores como la velocidad y el tiempo de extracción deben ser los especificados por el método debido a la solubilidad variables de los aceites y grasas contenidos, pero una de las limitaciones más importantes es que no es útil para la determinación de fracciones de bajo punto de ebullición, ya que todo aquel compuesto que se volatiliza por debajo de los 103°C se pierden cuando estos son secados en el filtro²¹.

3.7.3. Método Gravimétrico de partición en fase sólida

Este método parte de que la muestra que contienen los aceites y grasas se presentan emulsionados para lo cual el método hace pasar la muestra a través de un disco de extracción en fase sólida, generando así que los aceites y grasas sean adsorbidos por el disco para posteriormente ser eludido con n-hexano²².

Es importante resaltar que este método no es aplicable a materiales que se volatilicen a temperatura inferiores a los 85°C o aceites compuestos por cadenas grandes, haciéndolos insolubles en n-hexano, este método termina siendo una de las alternativas más viables para muestras emulsionadas difíciles de separar²³.

3.7.4. Método Infrarrojo de Partición

La espectroscopia infrarroja estudia la interacción entre la radiación infrarroja y la materia, se basa en la interacción de la radiación infrarroja en una molécula, donde una energía incidente a una frecuencia específica es absorbida cuando esta coincide con la frecuencia vibracional en un movimiento molecular específico, genera vibraciones en los enlaces químicos de la materia, alterando de esta manera el momento dipolar²⁴. En los ensayos para la determinación de aceites y grasas se mide la vibración de tensión del enlace carbono-hidrogeno por lo cual es importante que el disolvente a utilizar no presente ningún tipo de enlace de este tipo, debido a que los hidrógenos estarán reemplazados por halógenos²⁵.

Como los demás métodos este no es exento de tener limitantes y ventajas, en este caso el método se basa en la extracción de compuestos orgánicos de margen no polar ya que presentan una gran afinidad con el tetracloroetileno pero pueden ser extraídos, así mismo otro tipo de compuestos que no necesariamente son polares como pigmentos, ya que no existe un disolvente selectivo¹⁴.

4 METODOLOGIA

4.1. Equipos y Materiales

- Espectrofotómetro infrarrojo Nicolet iS10 doble haz.
- Balanza analítica con precisión 0,1 mg, repetibilidad 0,1 mg, linealidad $\pm 0,3$ mg.
- Campana extractora de gases BIOBASE modelo FH1200, velocidad del aire 0,3 a 0,8 m/s.
- Horno secador eléctrico, exactitud de temperatura $\pm 0,2$ °C, rango de temperatura (40 a 250 °C) tiempo para lograr la máxima temperatura: 70 minutos, Frecuencia 50/60 Hz.
- Desecador.
- Embudos de separación de 2 litros de vidrio con llave de paso de teflón.
- Embudos de vidrio para líquidos.
- Balones volumétricos de 25 ml. Clase A.
- Papel filtro de 11 cm de diámetro.
- Celdas de Sílice de paso de luz de 10 mm.

4.2. Reactivos y Estándares de Control

Todos los reactivos que se mencionan a continuación deben ser de grado analítico, cuando se habla de agua hace referencia a agua des-ionizada.

- Ácido Clorhídrico (HCl).
- Tetracloro-etileno (C_2Cl_4)
- Sulfato de sodio anhidro (Na_2SO_4): Secar entre 200 – 250 °C durante 24 horas.
- Aceite de referencia: en este caso es aceite de oliva comercial marca éxito.
- Solución madre de aceites y grasas.
- Blanco de Reactivo (MB): Agua des-ionizada acidulada con HCl para obtener un $pH \leq 2$.
- Blanco Fortificado de Laboratorio (LFB): Preparación de Estándares entre 4,00 a 40,0 mg /L
- Muestra Fortificada de Laboratorio (LFM): Tomar 1 ml de la solución madre de 18816 y adicionarlos al volumen de la muestra.

Recordar que el volumen del aforo final será: Volumen de la muestra (ml) + 2 ml.

4.3. Determinación de Aceites y Grasas

A todos los estándares de control y muestras se aplica el siguiente procedimiento

- Marque el frasco que contiene la muestra con su respectivo nivel de muestra para la determinación del volumen.
- Si la muestra no ha sido acidificada anteriormente, acidifique con ácido clorhídrico o ácido sulfúrico, hasta obtener un $\text{pH} \leq 2$.
- Transfiera la muestra al embudo de separación de 2 L.
- Vierta 30 mL del solvente al frasco que contenía la muestra, enjuague y vierta al embudo de separación.
- Agite vigorosamente durante 2 minutos y luego deje separar las capas.
- Una vez separadas las fases, drene toda la capa inferior de solvente dejando solo una porción muy pequeña de solvente.
- El drenado debe pasar a través de un embudo de vidrio que contiene papel filtro y 10 g de sulfato de sodio (Na_2SO_4).
- Este drenado se debe pesar en un balón aforado de 100 mL.
- Tome nuevamente 30 mL del solvente proceda a enjuagar primero en el recipiente que contenía la muestra, agite vigorosamente y luego drene con el papel filtro y el sulfato de sodio.
- Repita este paso una vez más para obtener un volumen de aproximadamente 90 mL en el balón aforado.
- Por último realice un lavado final con un volumen de aproximadamente 15 mL de solvente haciendo uso del papel filtro y el sulfato de sodio. Afore a 100mL con solvente y proceda a leer Aceites y Grasas.
- Purgue dos veces la celda de muestras de 10mm para hacer la primera lectura.
- Realice COL BAKG con el blanco de reactivo en la celda
- Lea los extractos (COL SMP) y registre la concentración leída.
- Si la concentración del extracto resulta ser mayor a 40 mg/L hacer diluciones tomando entre 0.5 a 5 ml del blanco de reactivo (considere el factor de dilución).

4.4. Elaboración Curva de Calibración.

- Transfiera rápidamente cerca de 1 mL de aceite de oliva comercial a un vaso precipitado de 100 mL previamente tarado en la balanza analítica.
- En este caso el peso del aceite comercial fue de 0,9408g.

- La densidad del aceite es de 940800 mg/L
- Tome 0,5 mL del aceite de oliva comercial y transferir rápidamente a un balón aforado de 25mL previamente lavado con solvente y llene hasta el aforo con el solvente.
- La concentración de esta solución es de 18816 mg/L
- Todos los estándares utilizados para la curva de calibración se preparan a partir de esta solución intermedia.
- LFB (4.0 mg AyG) Tomar 0,212 mL (18816mg/L) y llevar a 25mL con solvente.
- LFB (6.0 mg AyG) Tomar 0,318 mL (18816mg/L) y llevar a 25mL con solvente.
- LFB (10.8 mg AyG) Tomar 0,574 mL (18816mg/L) y llevar a 25mL con solvente.
- LFB (15.0 mg AyG) Tomar 0,797 mL (18816mg/L) y llevar a 25mL con solvente.
- LFB (20.6 mg AyG) Tomar 1,094 mL (18816mg/L) y llevar a 25mL con solvente.
- LFB (31.4 mg AyG) Tomar 1,668 mL (18816mg/L) y llevar a 25mL con solvente.
- LFB (40.0 mg AyG) Tomar 2,125 mL (18816mg/L) y llevar a 25mL con solvente.
- Lea los estándares y reporte los valores de la absorbancia leída y la concentración calculada para cada estándar a partir de la ecuación obtenida.

5 RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

A continuación, se encuentran los resultados obtenidos para la determinación de aceites y grasas, usando como fortificado el aceite de oliva comercial.

5.1. Espectros Infrarrojos

En la figura 1 se observa el espectro infrarrojo para todas las muestras estudiadas en esta investigación, evidenciando que el pico que se aprecia a la longitud de onda cercana a los 3010-3000 cm^{-1} hace referencia a la presencia de compuestos orgánicos de dobles enlaces *cis* (=CH-) ²⁶. Además se observa que las muestras analizadas contienen enlaces primarios C-H de metilos (CH₃) y metilenos (CH₂) que son detectados en la longitud de onda comprendida entre 2953-2900 cm^{-1} ²⁷. En la longitud de onda de 2850 cm^{-1} se encuentran enlaces de tipo C-H, perteneciente a grupos metilenos con una vibración de tipo estiramiento asimétrico ²⁷.

Todas las pruebas se realizaron con una temperatura constante e igual a 20 °C y evitando que las muestras y el material de trabajo entraran en contacto con cualquier agente contaminante externo que interfiera con la lectura y resultados esperados. Un vector contaminante muy posible puede ser el agua presente en el analista, pues el laboratorio cuenta con las condiciones de aislamiento de humedad para el correcto desarrollo de las pruebas.

El análisis realizados de las muestras representadas en la figura 1 nos permite apreciar que no se presentó ni se hizo uso de reactivos contaminados, ya que en el espectro no se evidencian picos en las longitudes de ondas representativos de compuestos ajenos a los estudiados.

Comparando los espectros de la figura 1 con los obtenidos en la investigación, se comprueba nuevamente un buen desarrollo de las muestras estudiadas ya que los picos de longitud de onda que se presentan en el rango de medición comprendido entre los 3200-2700 cm^{-1} son semejantes.

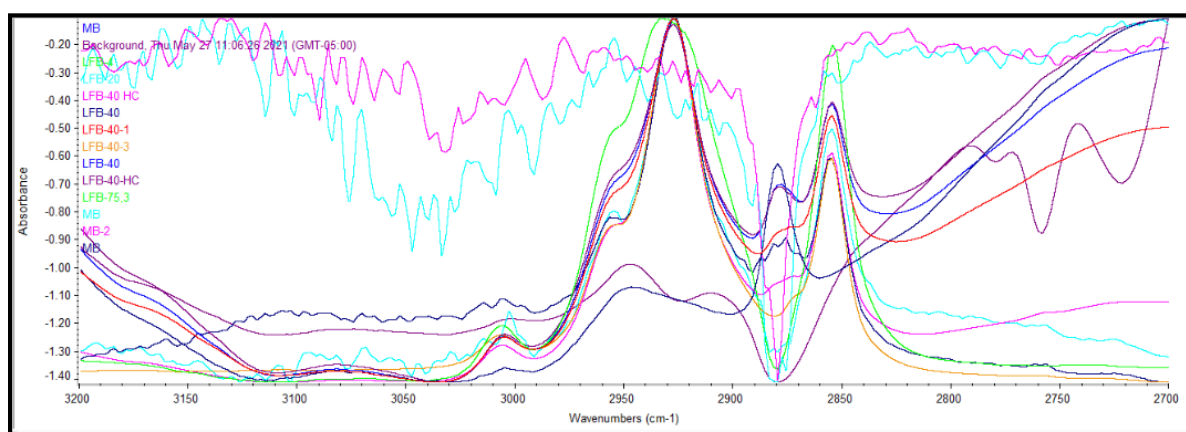


Figura 1 Espectro FTIR en la región del infrarrojo medio (3200-2700 cm^{-1}) del aceite de olivar en diferentes concentraciones

5.2. Análisis para el Primer Grupo de Muestra

En la tabla 1 se encuentran las concentraciones obtenidas a lo largo del primer conjunto de muestras, lo que se buscó en este grupo fue realizar disoluciones que estuvieran comprendidas entre el rango de medición establecido por el *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23RD Edition (APHA-AWWA-WEF,2017)*¹⁷ comprendido entre: 4,00 mg a 40,00 mg. Solo la muestra 1 se encuentra fuera del rango de medición, esto debido a una mala elaboración de dilución, puesto que se hizo un mal uso de la micropipeta en el momento de establecer el volumen a tomar.

Es indispensable realizar de manera correcta la calibración y el ajuste de los volúmenes a tomar para las disoluciones con la micropipeta, ya que debido a la densidad del aceite de oliva comercial, es posible que no se dosifique la cantidad determinada y por tal motivo también variarían las concentraciones de las soluciones.

Tabla 1 Resultados obtenidos con el aceite de oliva en el primer grupo de muestras.

Muestra	Componentes	Concentración [mg/L]
1	Aceites y Grasas	1,945
2	Aceites y Grasas	4,25
3	Aceites y Grasas	20,57
4	Aceites y Grasas	27,567
5	Aceites y Grasas	29,408
6	Aceites y Grasas	37,676

5.3. Análisis para el Segundo Grupo de Muestra

En la tabla 2 se encuentran las concentraciones obtenidas del segundo grupo de muestras, con este conjunto se buscó lograr soluciones cuya concentración fueran cercanas a las establecidas para la elaboración de la curva de calibración, las cuales están contempladas en la metodología.

Algo relevante por resaltar en los dos grupos de muestras, es la importancia que juega el solvente en las pruebas, debido a que si se usan mezclas de lotes de solventes o solventes vencidos llegan a alterar los resultados de los espectros, lo cual se evidencia en el momento de realizar los blancos de reactivo (MB). Estos MB permiten la calibración del equipo y así mismo cumplen el papel de cuantificar la cantidad de aceites y grasas en las muestras, un buen MB reporta en los espectros concentraciones entre 0,030 hasta 0,090 mg.

Tabla 2 Resultados obtenidos con el aceite de oliva en el segundo grupo de muestras.

Muestra	Componentes	Concentración [mg/L]
1	Aceites y Grasas	4,168
2	Aceites y Grasas	6,176
3	Aceites y Grasas	10,751
4	Aceites y Grasas	15,097
5	Aceites y Grasas	20,246
6	Aceites y Grasas	30,32
7	Aceites y Grasas	40,909

Cuando se elaboró el primer conjunto de muestras, la primera mitad de estas soluciones se realizaron con mezclas de solventes de diferentes lotes, mientras que la segunda mitad se hicieron con un mismo lote de solvente. Cuando se realizaron las mediciones de las muestras, se notó que las muestras que contenían el solvente del mismo lote reportaban concentraciones superiores a las esperadas, así que fue necesario la elaboración y lectura de un nuevo MB procedente del solvente del mismo lote. Una vez se volvieron a tomar las lecturas, las concentraciones que reportó el equipo del solvente del mismo lote, eran las esperadas, mientras que las concentraciones de las soluciones de la mezcla de solventes reportaron valores mayores a los reportados inicialmente.

Tabla 3 Resultados obtenidos del Blanco Reactivo (MB) de laboratorio.

Muestra	Componentes	Concentración [mg/L]
MB1	Aceites y Grasas	0,08
MB2	Aceites y Grasas	0,074
MB3	Aceites y Grasas	0,154

5.4. Caracterización del Aceite de Oliva

En la figura 2 se aprecian los espectros infrarrojos individuales de algunas de las soluciones analizadas en el espectrofotómetro infrarrojo, las concentraciones obtenidas de estos espectros corresponde a valores de: 4,250, 1,945, 31,747, 37,676, 29,408 respectivamente, cabe resaltar que estas concentraciones están medidas en miligramos (mg).

De las imágenes a) y b) de la figura 2 se aprecia la relación entre la absorbancia y la concentración, estas dos primeras imágenes presentan los valores más bajos de absorbancia y así mismo las concentraciones más bajas. Si comparamos las imágenes c) y d) de la figura 2 encontramos valores de absorbancia con una diferencia considerablemente alta para concentraciones relativamente cercanas, en estas lo que sucede es que la lectura correspondiente a la imagen c) tiene valores de absorbancia negativa, con un valor de -0,30 Abs, lo que significa que la muestra debe ser cambiada de dilución o que el solvente ha cambiado²⁹.

Otro aspecto a resaltar de la figura 2 es que a medida que aumenta la concentración en las muestras, se observa como los picos de longitud de onda son más definidos y terminan de comprobar la existencia de compuestos orgánicos, más específicamente grupos funcionales de tipo de doble enlace cis, metilos y metilenos, lo que se puede comparar con trabajos similares^{30,31}.

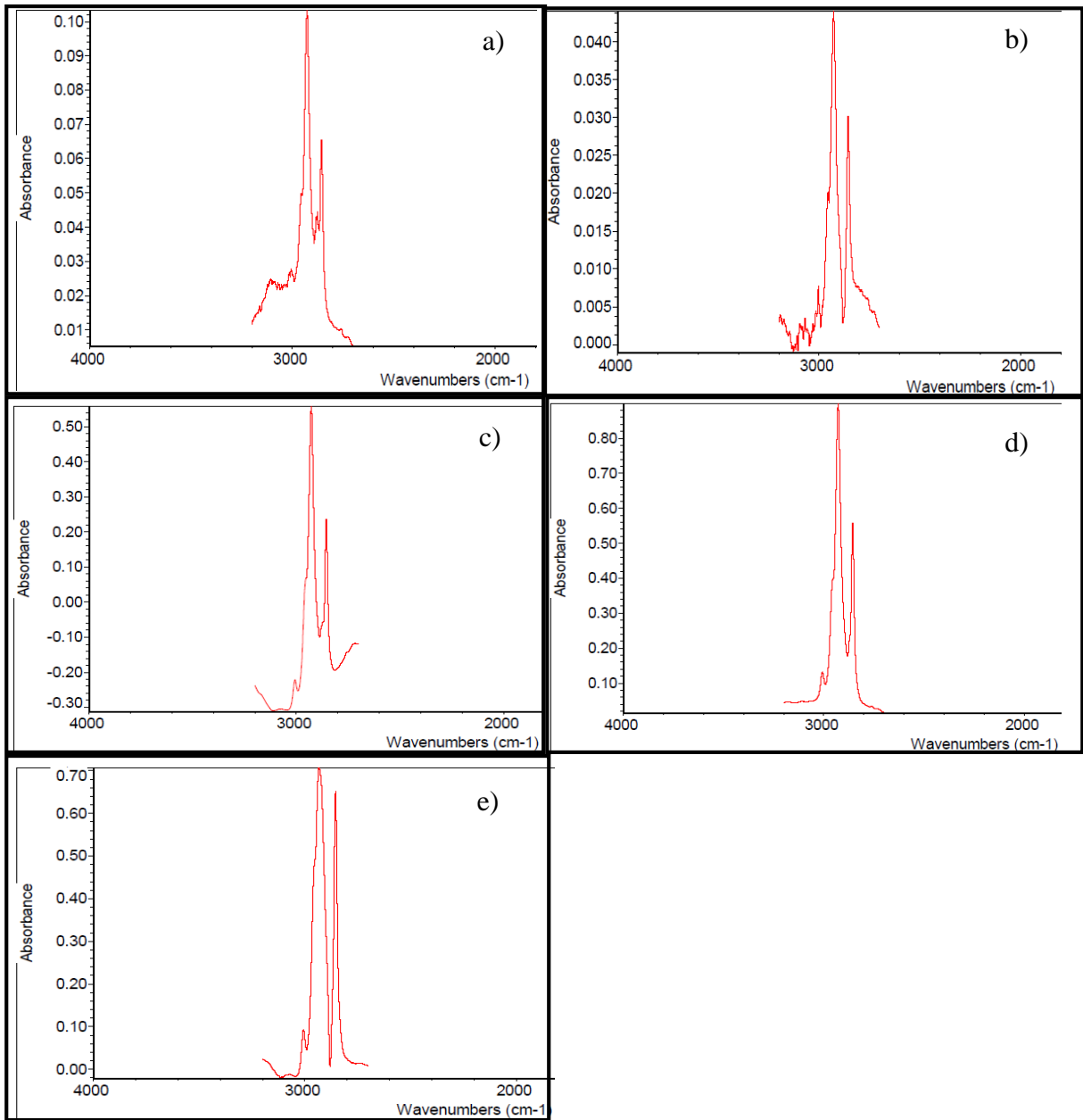


Figura 2 Espectro FTIR en la región del infrarrojo medio (3200-2700 cm⁻¹) del aceite de olivar de diferentes concentraciones.

6 CONCLUSIONES

- Se diseñó e implementó un método para la determinación de aceites y grasas, en donde el aceite de oliva se usó para la elaboración de pruebas fortificadas obteniendo resultados similares a pruebas realizadas anteriormente con otros aceites.
- Se identificó la presencia de compuestos orgánicos en el agua, en donde se notó la presencia de ácidos grasos provenientes de desechos urbanos.
- Mediante la espectroscopia infrarroja se caracterizó el aceite de oliva, evidenciando la presencia de ácidos grasos y logrando resultados similares a los reportados en la literatura.
- Se analizó la influencia en la cantidad de aceite de oliva adicionado, tomando como punto inicial un volumen de 0,5 mL y llevando a diferentes disoluciones hasta obtener las concentraciones deseadas.
- Los resultados obtenidos con el aceite de oliva reportaron valores cercanos a los reportados históricamente en el laboratorio, lo que garantiza la obtención de resultados confiables y seguros de alta calidad.

BIBLIOGRAFÍA

1. Carolina M, Viracachá O. Validación del Método Analítico para Determinación de Hidrocarburos en Muestras de Agua en el Laboratorio Ambiental de la Corporación Autónoma Regional de Cundinamarca CAR. Published online 2012.
2. ROTH. *Ficha de Datos de Seguridad - Isooctano*. Vol 2006.; 2019.
3. ROTH. *Ficha de Datos de Seguridad - Benceno*. Vol 2006.; 2019.
4. Thermo Fisher Scientific. *Ficha de Datos de Seguridad - Hexadecano.*; 2020.
5. Mailer RJ. Rapid Evaluation of Olive Oil Quality by NIR Reflectance Spectroscopy. 2004;81(9):823-827.
6. Agüero SD, Torres J, Sanhueza J. Aceites vegetales de uso frecuente en Sudamérica : características y propiedades. 2015;32(1):11-19. doi:10.3305/nh.2015.32.1.8874
7. Garcia M, Dario S, Marin R, et al. El agua. In: *El Medio Ambiente En Colombia.* ; :1-76.
8. Antonio L, Rubio S, Medina C. *Tratamiento de Aguas Residuales.*; 2014.
9. Jiménez Morales S. Estudio Teórico Para El Control De La Contaminación Por Grasas Y Aceites Generada Por La Actividad Industrial , Doméstica Y De Servicios. Published online 2012.
10. Federation WE. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.*; 1999.
11. Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial C. *Política Nacional Para La Gestion Integral Del Recurso Hídrico.*; 2010.
12. G M. Aceites y grasas: Funciones y propiedades de las grasas y los aceites hidrogenados y su relación con los no hidrogenados *. *Vol 12 N 4*. Published online 1991:61-67.
13. En I, Saneamiento RDE, Del YC. *Aceites Usados de Cocina. Problemática Ambiental, Incidencias En Redes de Saneamiento y Coste Del Tratamiento En Depuradoras*. Vol 1.; 2000.
14. Marlon E, José G, Rosa L, et al. Evaluación Analítica Para La Determinación De Hidrocarburos Totales En Aguas Por Espectroscopia Infrarroja. *Rev Boliv Química*. 2013;30(2):146-152.
15. Ministerio del medio ambiente vivienda. *Decreto 3930 Del 2010.*; 2010. <http://www.minambiente.gov.co/images/normativa/app/resoluciones/bf-Resolución%0A610%0Ade%0A2010%0A-%0ACalidad%0Ade%0AAire.pdf>
16. Energia M de M y. RESOLUCION 30 DE 2005. Published 2005. <http://www.suin-juriscal.gov.co/viewDocument.asp?ruta=Resolucion/4047281>

17. Baird R, Eaton A, Rice E. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.*; 2017.
18. Bojaca Barrero R del P. *Grasas y Aceites En Agua Extraccion Liquido-Liquido y Gravimetria.* Vol 02.; 2007.
19. Reisancho L. Implementacion de un Sistema de Validacion de Métodos Físico-Químicos para Análisis de: Aceites y Grasas, Cloruros, Fósforo Total y Nitratos en Muestras de Agua. Published online 2009.
20. Severiche-Sierra C, Castillo-Bertl M, Barreto-Martinez P. Evaluacion de la Precision y Exactitud de un Método Gravimetrico para la Determinacion de Grasas y Aceites en aguas. *Chem Sci.* Published online 2013:4.
21. Bojaca R del P. *Determinacion de Grasas y Aceites En Aguas Por El Metodo Soxhlet.*; 2007.
22. Simó Peiró J. Métodos de Extracción y Determinacion de Plaguicidas por Cromatografía de Gases Masas en Muestras de Origen Vegetal. Published online 2018.
23. Vidales Olivo A, Leos Magallanes MY, Campos Sandoval MG. *Extracción de Grasas y Aceites En Los Efluentes de Una Industria Automotriz.*; 2010.
24. Blanco Chavez IY, Caballero CA. Propuesta de Validacion del Metodo de Espectroscopia Infrarroja para la Cuantificacion de Grasas Trans en Margarina. Published online 2015.
25. Luis de Miguel. Determinación de Aceites y Grasas en Aguas Mediante FTIR – Cookbook Laboratory. Published February 11, 2011. Accessed June 1, 2021. <https://www.cookbooklaboratory.com/8/>
26. Che Man YB, Setiowaty G, Van De Voort FR. Determination of iodine value of palm oil by Fourier transform infrared spectroscopy. *JAACS, J Am Oil Chem Soc.* 1999;76(6):693-699. doi:10.1007/s11746-999-0161-9
27. Guillén MD, Cabo N. Characterization of edible oils and lard by fourier transform infrared spectroscopy. Relationships between composition and frequency of concrete bands in the fingerprint region. *JAACS, J Am Oil Chem Soc.* 1997;74(10):1281-1286. doi:10.1007/s11746-997-0058-4
28. Mir ATR. Análisis Cuantitativo de Ácidos Grasos Trans Mediante Ftir. Aplicaciones. Published 2019. <https://www.notijenck.com.ar/aplicaciones/analisis-cuantitativo-de-acidos-grasos-trans-mediante-ftir>
29. Fisher. *Bioblock Scientific.*
30. Hernández Martínez DM. Desarrollo de Métodos Quimiométricos Mediante Espectroscopia FTIR-HATR para cuantificar parámetros químicos y perfil de ácidos grasos cis y trans en margarina. Published online 2010.
31. Bruno Rodriguez EB, López Miranda CE. Adecuacion del Metodo de Espectroscopia Infrarroja en la Identificacion de Grasas Trans en Margarina. Published online 2012.

