



Universitat d'Alacant  
Universidad de Alicante  
V Máster en Gestión Sostenible y Tecnologías del Agua

**DETERMINACIÓN DE HIDROCARBUROS EN MUESTRAS DE AGUA POR  
EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO ASISTIDA POR ULTRASONIDO**

Realizado por:

Ing. María Fernanda Morales Bermúdez

Tutor Labaqua: Francisco García

Tutor Universidad: Daniel Prats

Alicante, junio 2011

*Agradezco a todo el personal de Labaqua por permitirme la realización de este proyecto dentro de sus instalaciones, y especialmente a todo el personal del Departamento de Vertidos y Residuos, Joana, Paula, Cristian, Pepe, Nacho, Felipe, Roxana y muy especialmente a Pepa, por su paciencia y colaboración durante el desarrollo de todo el proyecto y a Carol del Departamento de Cromatografía por su valiosa ayuda en el diseño experimental.*

## **LABAQUA**

Labaqua es un laboratorio de análisis y control de calidad de todo tipo de aguas, suelos, lodos, lixiviados, residuos y aire; medición y control de olores mediante olfatometría; control ambiental y bioseguridad; gestión ambiental (auditorías técnicas, planificación de muestreos, diagnóstico ambiental). Dispone de acreditaciones conforme a la UNE-EN ISO 17025 y a la UNE-EN ISO 17020 y certificaciones conforme a las normas ISO 9001 e ISO 14001.

Labaqua, con sede central en su Centro Tecnológico de Alicante, ofrece servicios que pretenden dar una respuesta integrada a todas las necesidades y en todos los ámbitos (análisis, diagnóstico y certificación medioambiental), estos servicios son:

- ✓ Laboratorio de análisis y control de calidad de todo tipo de aguas, suelos, lodos, lixiviados, residuos y aire (emisiones, inmisiones y atmósferas laborales).
- ✓ Ensayos analíticos: físico-químico, metales, microcontaminantes orgánicos, microbiología (bacterias y virus), toxicidad, radioactividad.
- ✓ Control microbiológico ambiental y bioseguridad (limpieza, mantenimiento y desinfección de instalaciones).
- ✓ Diagnóstico, medición y control de olores mediante olfatometría (auditorías y soluciones).
- ✓ Gestión ambiental (auditorías técnicas, planificación de muestreos, diagnóstico ambiental, servicios medioambientales).
- ✓ Desarrollo y organización de Ejercicios de Intercomparación entre laboratorios (aguas potables, residuales, microbiología, Legionella, suelos, lodos, soportes de muestreo, etc.).
- ✓ Líneas y proyectos de investigación, desarrollo e innovación (I+D+i).
- ✓ Elaboración de materiales de referencia físico-químicos y microbiológicos certificados.
- ✓ Kits de detección y/o cuantificación de microorganismos mediante PCR y kits de preparación de muestras para el análisis de Legionella mediante PCR.

## INTRODUCCIÓN

En el ámbito de la caracterización de la contaminación de muestras medioambientales tanto líquidas como sólidas se encuentra la cuantificación de hidrocarburos disueltos o emulsionados, aceites y grasas. Los métodos de cuantificación de este analito implican el uso de técnicas de extracción del mismo mediante el uso de solventes orgánicos, la presente memoria plantea el uso de ultrasonido como método sustitutivo de la agitación utilizada para lograr la extracción de dicho analito.

Diferentes técnicas de extracción pueden ser utilizadas para extraer compuestos orgánicos volátiles y semivolátiles de matrices sólidas y líquidas. Por lo general las técnicas tradicionales consumen mucho tiempo, son tediosas y requieren el uso de grandes cantidades de solventes orgánicos tóxicos que pueden ser relativamente caros.

Por ello, la tendencia actual en preparación de muestras para la caracterización de su contenido en este tipo de analitos se ha enfocado en el desarrollo de métodos con las siguientes características:

- Simplicidad y preferiblemente en un solo paso.
- Bajo costo, reduciendo tiempo y consumo de solventes.
- Miniaturización, reduciendo el tamaño de las muestras.
- Respetuoso con el ambiente, reduciendo el uso de solventes orgánicos tóxicos.
- Posibilidad de automatización.

Recientemente, el uso de ultrasonido como ayuda para extracciones ha sido introducido como una nueva técnica de preparación de muestras para la extracción de compuestos orgánicos de matrices líquidas y sólidas. Esta técnica se basa en el uso de la energía ultrasónica para asegurar una mejor eficiencia en el contacto entre la muestra y el solvente de extracción, permitiendo rápidas extracciones de compuestos orgánicos en matrices líquidas y sólidas minimizando tanto el volumen de muestra procesada como el de solvente utilizado.

## **Extracción asistida por ultrasonido**

El sonido, incluyendo el ultrasonido es transmitido a través de cualquier medio físico por medio de ondas que comprimen y estira el espacio molecular a través de su paso por el medio. A medida que el ultrasonido va atravesando el medio, sus oscilaciones varían a su punto de salida. Cuando una onda del ultrasonido cause una presión negativa suficiente a través de un líquido, la distancia entre las moléculas del mismo excede la mínima distancia molecular requerida para mantener el líquido intacto, lo que origina que las fuerzas de cohesión se rompan y se cree un vacío. A este vacío es a lo que se denomina burbujas de cavitación.

Las colisiones entre las burbujas de cavitación constituyen la primera fuente de los efectos químicos y mecánicos de la energía de ultrasonido. Cada choque puede ser considerado como un microreactor en donde se crean instantáneamente temperaturas de varios miles de grados centígrados y presiones mayores a mil atmosferas.

Por lo general, la utilización de ultrasonidos ayuda a las técnicas de análisis químicos de diferentes formas:

- Favorecer la extracción sólido-líquido.
- Reducir extracción secuencial.
- Acelerar la extracción sólido – líquido de especies orgánicas.
- Acelerar la medición electroanalítica ya que se favorece la eficiencia del transporte de masa.
- Acelerar reacciones enzimáticas.
- Acelerar técnicas de extracción líquido-líquido.
- Favorecer el desempeño de extracción y microextracción en fase sólida.
- Incrementar la precisión en técnicas de dispersión en matrices solidas.

## **Parámetros que afectan la cavitación ultrasónica**

La cavitación ultrasónica es un fenómeno físico que depende de los siguientes parámetros:

- Frecuencia

Con frecuencias de sonificación altas en el orden de los MHz, la producción de burbujas de cavitación se torna más difícil que con frecuencias bajas, en el orden de kHz. Para lograr la cavitación, cuando la frecuencia aumenta, también debe aumentar la intensidad del sonido aplicado, para asegurarse que las fuerzas de cohesión del medio líquido se han vencido y se ha creado vacío.

- Intensidad

La intensidad de sonificación es proporcional a la amplitud de vibración de la fuente de ultrasonido, por lo que un aumento en la amplitud de vibración producirá un incremento en la intensidad de vibración y por lo tanto se producirá un incremento en el efecto sonoquímico.

- Solvente

El solvente utilizado debe ser mínimamente inhibitorio respecto al proceso de cavitación, (cuanto mayor sea su viscosidad y tensión superficial más difícil será obtener la cavitación).

- Temperatura

Las difusiones más rápidas se producirán a altas temperaturas, pero la cavitación se obtiene mejor a bajas temperaturas cuando el poder de generación del ultrasonido es constante. Cuando la temperatura del solvente aumenta éste pasa a formar parte de la presión de vapor, por lo que mayor cantidad de solvente en forma de vapor se encontrará en las burbujas de cavitación, lo que produce choques menos violentos y por lo tanto los efectos de la sonificación serán menores a los esperados.

- Presión externa y burbujas de gas

El aumento de la presión externa implica un aumento de energía para producir cavitación, es decir, mayor energía para romper las fuerzas moleculares.

- Aplicación ultrasónica directa e indirecta

La ultrasonificación puede realizarse de dos maneras: directamente en la muestra o indirectamente a través de las paredes de un contenedor.

La primera de ellas tiene como desventajas que la muestra puede ser contaminada por metales desprendidos de las paredes del contenedor del ultrasonido, aunque los más modernos, fabricados de vidrio, reducen este riesgo. Otra desventaja de este sistema es que, por lo general, la ultrasonificación se realiza en contenedores abiertos, por lo que puede haber pérdida de los analitos más volátiles, por otro lado.

La segunda, la ultrasonificación indirecta presenta la desventaja que el ultrasonido necesita pasar primero por el líquido dentro del equipo de ultrasonido y luego a través de las paredes del contenedor de la muestra, por lo que la intensidad que llega a la muestra es menor a la esperada.

### **Parámetros que afectan en la extracción asistida por ultrasonido**

Para obtener una extracción eficiente, es importante optimizar los parámetros operacionales en función del tipo de analito y matriz con la que se quiera trabajar.

Los factores que influyen en el proceso de extracción son los siguientes:

- Volumen de muestra

Para mejorar el límite de detección del método la cantidad de muestra debería subir, aunque algunos autores observaron que aumentando el volumen de muestra manteniendo el volumen de extractante constante, disminuye la eficiencia de la extracción.

- Tamaño de partícula de la muestra

Debe ser optimizado para matrices sólidas.

- Solvente de extracción

Debe ser elegido tomando en cuenta la polaridad y solubilidad del compuesto que debe ser extraído, en general solvente con características similares al solvente que quiere ser extraído, proveen buenas extracciones.

- pH de la solución extractante

En algunos casos es necesario ajustar el pH, para asegurarse de lograr una eficiente desorción de la matriz de muestra.

- Volumen del solvente de extracción

Debe ser acorde al volumen de muestra para lograr una extracción eficiente del compuesto, volúmenes mayores al óptimo no incrementan la recuperación, por lo contrario, bajo estas condiciones la concentración del analito se diluye causando una disminución de la sensibilidad del método y consumo innecesario del solvente.

- Frecuencia de sonicado

La frecuencia influye en la formación de burbujas de cavitación. A frecuencias más altas, la producción de burbujas de cavitación es más difícil.

- Tiempo de extracción

El aumento de la eficiencia de extracción con el tiempo de sonicación, se obtiene hasta que se alcanza un equilibrio, tiempos mayores al óptimo producen una reducción en las recuperaciones obtenidas, probablemente por la degradación del compuesto o por la descomposición del solvente orgánico causada por las ondas del ultrasonido.

- Temperatura de extracción

En general, el uso de altas temperaturas produce mejores recuperaciones que cuando se trabaja en extracciones frías. En UAE (ultrasonic assisted extraction) un incremento en la temperatura de trabajo implica mayor eficiencia en el proceso de extracción debido al incremento del número de burbujas de cavitación y del área de la superficie de contacto, Sin embargo este efecto tiende a desaparecer cuando se está trabaja a temperaturas próximas a la de ebullición .Por otra parte, hay que tener en cuenta que algunos analitos se degradan rápidamente con el aumento de la temperatura y en caso de compuestos orgánicos volátiles con altas presiones de vapor, estos pueden perderse por evaporación. Cuando la recuperación pueda disminuir debido a un aumento de la temperatura, esta debe ser controlada durante el proceso de extracción.



## **OBJETIVOS**

El objetivo de este trabajo consiste en optimizar la extracción líquido - líquido para la determinación de hidrocarburos, aceites y grasas en muestras de aguas para conseguir:

- Disminuir el tiempo utilizado para la determinación de hidrocarburos, aceites y grasas en muestras de agua utilizando el método convencional.
- Disminuir el volumen de muestra utilizado para la determinación.
- Disminuir el volumen de extractante utilizado.
- Disminuir el volumen de residuo generado.

## **METODOLOGIA**

La propuesta de optimización consiste en el uso de ultrasonido como sustitución de la agitación convencional, para optimizar la extracción de los hidrocarburos disueltos o emulsionados, aceites y grasas en muestras de aguas utilizando solvente orgánicos.

Para la optimización de la extracción líquido – líquido, se realizó una revisión bibliográfica del funcionamiento y uso del ultrasonido y las variables a considerar a la hora de trabajar con dicho equipo.

Considerando tanto estas variables como las involucradas en el proceso de extracción, y con la ayuda del programa Statgraphics Plus, se trabajó en el diseño estadístico del experimento para determinar las variables críticas del proceso global y proceder a su optimización.

## **PLAN DE TRABAJO**

En primer lugar se realiza una revisión de las variables de operación que pueden afectar al proceso de extracción. Se considera, en principio las siguientes:

- Volumen de la muestra.
- Volumen de extractante.
- Volumen de ácido (ácido clorhídrico).

- Tiempo de sonicado.
- Temperatura de sonicado.
- Peso de desecante (sulfato sódico).
- Tiempo de centrifugación (parámetro no mencionado en la bibliografía pero que ayuda a la recuperación).
- Velocidad de centrifugación.
- Peso separador (Silica gel).

Una vez realizada la revisión bibliográfica, la fase experimental se llevó a cabo de la siguiente manera:

1. Diseño experimental según las variables consideradas.
2. Preparación de muestras de aguas para extracción líquido – líquido, esta preparación incluye dilución y medición de volúmenes de muestra.
3. Acidificación de la muestra con ácido clorhídrico.
4. Adición volumen de extractante (tetracloruro de carbono).
5. Ultrasonificación según el tiempo y temperatura establecidos para cada experimento.
6. Centrifugación según tiempo y velocidad establecidos para cada experimento.
7. Extracción de la fase orgánica utilizando pipeta de Pasteur.
8. Adición de sulfato sódico para la eliminación de cualquier resto de agua presente en la fase orgánica extraída que pudiese interferir en la cuantificación.
9. Cuantificación de hidrocarburos totales, aceites y grasas en la fase orgánica mediante espectrofotómetro FTIR.
10. Separación de TPH's y aceites y grasas añadiendo sílica gel activado al extracto previamente cuantificado. La sílica gel retiene los compuestos más polares (aceites y grasas).

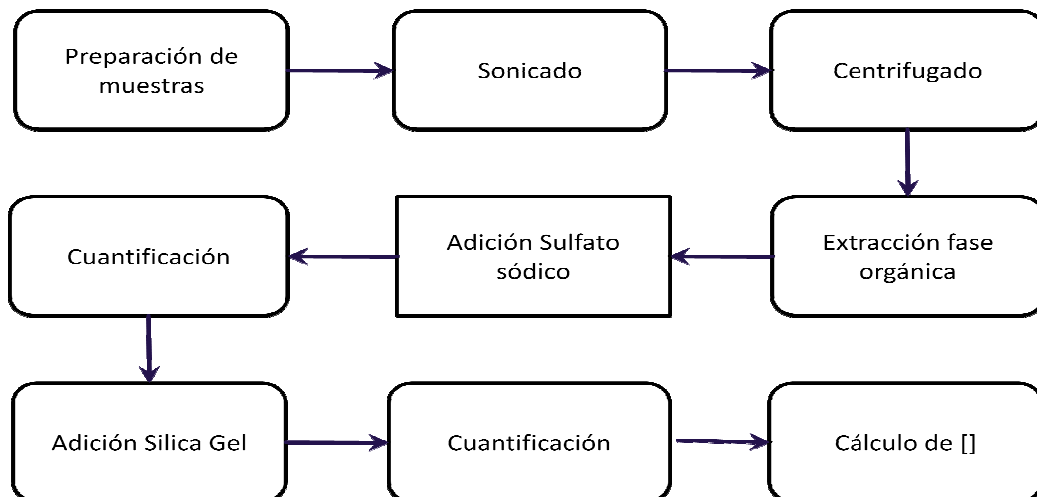
11. Cuantificación de TPH's (hidrocarburos disueltos o emulsionados) por espectrofotometría.

12. Determinación de aceites y grasas

$$[\text{C}]_{\text{AYG}} = \frac{([\text{C}]_{\text{CvHxTotales}} - [\text{C}]_{\text{CvHx}}) \cdot V_{\text{extractante}}}{V_{\text{muestra}}}$$

13. Análisis de resultados.

A continuación se presenta el diagrama de bloques del procedimiento descrito, el procedimiento actualmente utilizado se realiza de la misma manera, con la variante de que en este caso el sonicado y centrifugado sustituyen la agitación del método convencional.



## **EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS UTILIZADOS**

### **Equipos y materiales**

- Espectrofotómetro F.T.I.R. capaz de medir en la región de 2500 a 3100  $\text{cm}^{-1}$
- Ultrasonico Ultrasons-H de 720 W y frecuencia entre 50 – 60 Hz
- Centrifuga
- Gradillas
- Matraces aforados
- Pipeta de Pasteur
- Micropiteta
- Cilindros de vidrio del 40 ml

### **Reactivos**

- Tetracloruro de carbono
- Sílica gel activado
- Material de referencia de aceites y grasas con tolerancia de  $\pm 10 \text{ mg/L}$
- Sulfato sódico

## RESULTADOS Y DISCUSIONES

En la primera fase de experimentación se determinó la(s) variable(s) crítica(s) del proceso.

De todas las variables mencionadas anteriormente quedan fijadas por metodología:

- Volumen de ácido.
- Peso de desecante.
- Peso de separador.

Y por características técnicas del sonicador:

- Potencia.
- Frecuencia.

Por lo tanto las variables a optimizar son:

- Volumen de la muestra.
- Volumen de extractante.
- Tiempo de sonicado.
- Temperatura de sonicado.
- Tiempo de centrifugación.
- Velocidad de centrifugación.

De todas ellas se mantiene la temperatura de sonicado constante y a 50°C de acuerdo con la bibliografía consultada (alta temperatura favorece la extracción siempre que no exceda el punto de ebullición del solvente).

Una vez determinadas las variables que pueden influir y son controlables en el laboratorio, se obtiene el primer diseño experimental. Este se muestra en la tabla a continuación junto con los resultados obtenidos:

Tabla 1. Diseño experimental I y resultado de hidrocarburos totales

#	Vmuestra (mL)	Vextractante (mL)	tsonicado (min)	tcentrifugado (min)	RPM	[]CxHx Totales (mg/L)
1	10	4	5	5	3000	20.20
2	10	8	10	5	1500	16.60
3	10	8	10	1	3000	28.24
4	30	4	10	1	1500	15.52
5	30	8	10	1	3000	12.84
6	10	8	5	1	1500	16.12
7	30	8	5	5	3000	15.24
8	30	4	5	1	3000	13.48
9	10	4	10	5	3000	13.04
10	30	8	5	5	1500	15.88
11	10	4	5	1	1500	12.20
12	30	4	10	5	1500	17.60

Con los resultados obtenidos, por medio del diagrama de Pareto (figura 1) y la gráfica de la probabilidad normal (figura 2), se determina que las variables que afectan al proceso son:

- Volumen de muestra.
- Velocidad de centrifugación

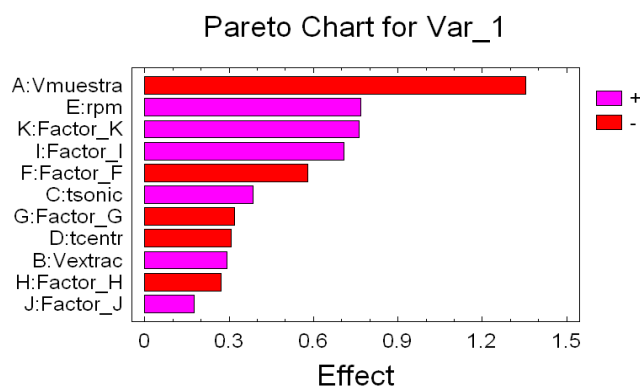


Figura 1. Diagrama de Pareto diseño experimental I

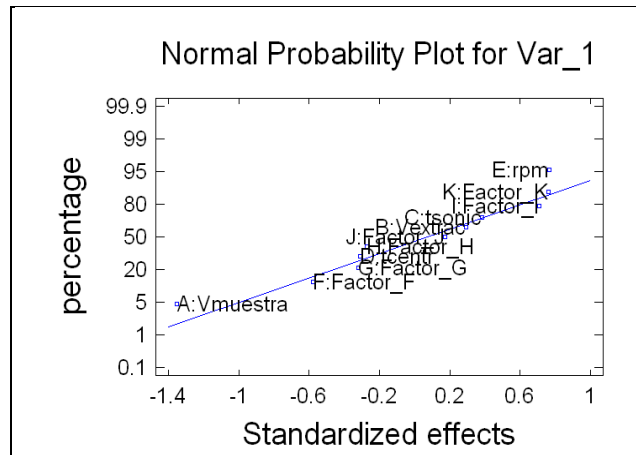


Figura 2. Diagrama de la probabilidad normal del diseño experimental I

A continuación se fijan las variables que no afectan significativamente al proceso, dándoles valores que permitan disminuir el tiempo de trabajo o volúmenes, tanto de muestra como de extractante utilizados durante el ensayo, (ver tabla 2), para determinar los valores óptimos de las variables que afectan al proceso.

Tabla 2. Parámetros fijos para el diseño experimental I, parte II

<b>Vextractante (mL)</b>	<b>tsonicado (min)</b>	<b>tcentrifugado (min)</b>
6	5	5

Los resultados de la segunda parte de este diseño experimental se presentan en la tabla 3.

Tabla 3. Diseño experimental I, parte II y resultados

<b>#</b>	<b>Vmuestra (mL)</b>	<b>RPM</b>	<b>[]CxHx Totales (mg/L)</b>
1	20	1300	11.96
2	20	2000	13.64
3	10	1300	19.48
4	20	2700	22.00
5	10	2500	13.6
6	30	2500	10.84
7	20	2000	16.40
8	30	1500	14.56
9	34	2000	14.12
10	6	2000	20.32

El análisis estadístico de estos resultados (ver figura 3) indica que la velocidad de centrifugado no es un parámetro crítico del proceso, en contra de lo que parecía, siendo únicamente el volumen de muestra la variable más significativa del proceso.

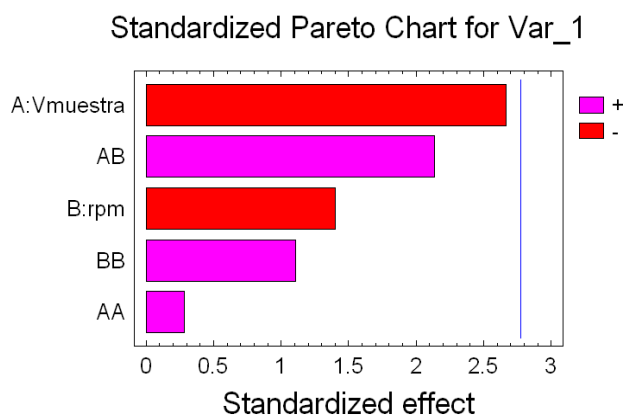


Figura 3. Diagrama de Pareto diseño experimental I, parte II

Por lo tanto, no olvidando que uno de los objetivos principales del proceso de optimización es minimizar el volumen de extractante, se rediseña la II parte del experimento buscando la ratio óptima volumen de muestra/volumen de extractante. La tabla 4 presenta el diseño experimental y los resultados obtenidos

Tabla 4. Diseño experimental I parte III y resultados

#	Vmuestra (mL)	Vextractante (mL)	[]CxHx Totales (mg/L)
1	20	3.6	19.32
2	20	5.0	16.28
3	10	3.6	27.88
4	20	6.4	17.52
5	10	6.0	15.96
6	30	6.0	19.12
7	20	5.0	17.44
8	30	4.0	17.60
9	34	5.0	10.96
10	6	5.0	22.20



Por último se verificó si realizando la extracción a temperatura ambiente, se mantenía la recuperación de analito. Para por ello se repitió la parte III del experimento a temperatura ambiente. Los resultados comparativos se muestran en la tabla 5 y en la figura 5.

Tabla 5. Diseño experimental III con variación de temperatura

#	Vmuestra (mL)	Vextractante (mL)	[]CxHx Totales (mg/L) @ 50°C	[]CxHx Totales (mg/L) @ 20°C
1	20	3.6	19.32	14.64
2	20	5.0	16.28	15.20
3	10	3.6	27.88	12.72
4	20	6.4	17.52	14.04
5	10	6.0	15.96	17.32
6	30	6.0	19.12	12.32
7	20	5.0	17.44	14.84
8	30	4.0	17.60	11.36
9	34	5.0	10.96	9.88
10	6	5.0	22.20	18.72



Figura 4. Comparativo de temperaturas

El experimento realizado permite concluir que la temperatura no influye significativamente en los resultados obtenidos, ya que las variaciones obtenidas

pueden ser atribuibles tanto a la dificultad de homogenizar las fracciones de muestra como a la reproducibilidad de la técnica.

A continuación es necesario establecer, en función de los resultados obtenidos, el ratio óptimo volumen de muestra/volumen de extractante en condiciones de extracción realizada a temperatura ambiente. Para ello, una misma muestra se analiza, en condiciones de repetibilidad, abarcando el rango de volúmenes de muestra y solvente recogidos en la tabla 6. Dicha tabla presenta también la ratio volumen de muestra/volumen de solvente, la concentración de analito encontrada y las desviaciones de la misma respecto a la media.

Tabla 6. Diseño experimental III con variación de temperatura

#	Vmuestra (mL)	Vextractante (mL)	[]CxHx Totales (mg/L) @ 20°C	Ratio Vm/Vext	Desviación respecto a la media
1	20	3.6	14.64	5.6	0.24
2	20	5.0	15.20	4.0	0.80
3	10	3.6	12.72	2.8	1.32
4	20	6.4	14.04	<b>3.1</b>	-0.36
5	10	6.0	17.32	1.7	2.92
6	30	6.0	12.32	5.0	-2.08
7	20	5.0	14.84	4.0	0.44
8	30	4.0	11.36	7.5	-3.04
9	34	5.0	9.88	6.8	-4.52
10	6	5.0	18.72	1.2	4.32

Se busca una desviación del ratio con respecto a la media menor a la unidad, lo cual implica que el ratio óptimo se encuentra en los correspondientes a las muestras con un volumen de muestra de 20 mL.

Por otra parte el diagrama de Pareto (figura 5), nos muestra que la extracción se ve favorecida al aumentar el volumen de extractante, por lo que el ratio optimo de trabajo corresponde a la muestra 4, con un ratio de 3.1 (volumen de muestra/volumen de extractante), la cual es la que presenta el mayor volumen de extractante dentro de las muestras con volumen de muestra de 20 mL.

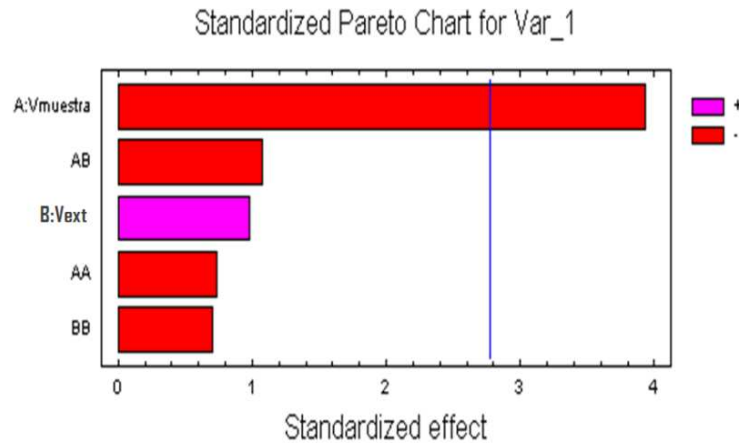


Figura 5. Diagrama de Pareto diseño experimental I, parte III

Se precisa un volumen mínimo de muestra de 25 mL para alcanzar el límite de detección exigido a la técnica, por lo que en función del ratio obtenido el volumen de extractante utilizado será de 8 mL.

A partir de los experimentos realizados los parámetros experimentales fijados quedan resumidos en la tabla 6.

Tabla 6. Parámetros fijos experimentales

<b>Potencia ultrasonido (Watts)</b>	720
<b>Frecuencia ultrasonido (Hz)</b>	50 - 60
<b>Ph</b>	< 2
<b>Volumen muestra (mL)</b>	25
<b>Volumen extractante (mL)</b>	8
<b>Temperatura sonicado (°C)</b>	20
<b>Tiempo sonicado (min)</b>	5
<b>Tiempo centrifugado (min)</b>	5
<b>Velocidad centrifugado (RPM)</b>	2500

Para comprobar la validez del método de trabajo propuesto se procesa en las condiciones establecidas un material de referencia trazable al NIST (National Institute of Standards & Technology) reconstituido a diferentes concentraciones

abarcando el rango de trabajo comprendido entre 3 y 160 mg/L de analito. Los resultados obtenidos se recogen en la tabla 7.

Tabla 7. Resultados experimentales con material de referencia

[J]MR	EXP 1 [J] AyG*	EXP 2 [J] AyG*	EXP 3 [J] AyG*	EXP 4 [J] AyG*	EXP 5 [J] AyG*
160.85	134.08	116.67	135.87	188.96	199.78
102.94	110.82	98.53	106.46	123.87	118.98
51.47	44.93	53.45	56.03	55.12	56.97
25.73	22.57	24.33	19.49	29.37	32.04
12.86	13.20	13.20	9.96	14.42	14.09
6.43	5.95	5.72	6.14	6.83	7.29
3.22	3.25	3.64	2.10	2.93	4.13

\*AyG = Aceites y Grasas expresadas en mg/L

La comparación del valor medio de las medidas obtenidas y su desviación típica con el valor certificado para el material de referencia, indica que el método de determinación propuesto es trazable a dicho material, de acuerdo con los criterios de calidad establecidos por el laboratorio, en el rango de trabajo recogido en la tabla 8.

Tabla 8. Cocientes trazabilidad

[J]MR (mg/L)	160.85	102.94	51.47	25.73	12.86	6.43	3.22
Cociente	0.22	0.19	0.20	0.49	0.43	0.59	0.30

$$Cociente = \frac{|V_C - V_M|}{\sqrt{\left(\frac{U_{VC}}{K}\right)^2 + \left(W \frac{S_{VM}}{\sqrt{n}}\right)^2}} < 2(Probabilidad 95\%)$$

Donde:

$V_C$  = Concentración del material de referencia.

$U_{VC}$  = Incertidumbre del material de referencia.

$V_M$  = Valor medio de las concentraciones determinadas experimentalmente.

$S_{VM}$  = Desviación típica de los resultados obtenidos.

$K$  = Factor de seguridad

$n$  = conjunto de medidas

$W$  = factor multiplicador (depende de  $n$ )

De los resultados mostrados se concluye que el método propuesto es trazable al material de referencia utilizado.

## **CONCLUSIONES**

1. El método propuesto es trazable al material de referencia utilizado, siendo el rango de trabajo el comprendido entre 3 y 160 mg/L de aceites y grasas.
2. El método propuesto implica una reducción del 50% del tiempo empleado para el ensayo, contando desde la preparación de las muestras hasta la cuantificación final.
3. El método propuesto supone una reducción del 84% del volumen de extractante utilizado lo que también supone también una disminución, dentro del mismo rango, de la cantidad de residuos producidos.
4. El método propuesto implica una reducción del volumen de muestra, lo que supone ahorro en los portes y espacio a la hora de su transporte y almacenamiento.

## **VALORACIÓN PERSONAL**

La práctica realizada me permitió conocer la forma de trabajo de una empresa española, su organización y métodos, lo cual era una de mis principales objetivos siendo estudiante extranjera, además de que me permitió conocer muchos de los métodos de análisis de aguas, lodos y lixiviados estudiados durante el Master.

Dentro de la empresa se trabaja con un muy agradable ambiente de trabajo, lo que me permitió adaptarme fácilmente al entorno y a tener siempre muy buenas relaciones con todo el personal, lo que facilitó mi aprendizaje y un buen desarrollo del proyecto realizado.

## **BIBLIOGRAFÍA**

- Capelo Martínez, José Luis. "Ultrasound in Chemistry". Wiley-Vch. 2009
- Manuales internos de la empresa
- Standard Test Method for Oil and Grease and Petroleum Hydrocarbons in Water. ASTM International. Designation: D 3921 – 96 (Reapproved 2003)