



Universidad Nacional  
**Federico Villarreal**

Vicerrectorado de  
**INVESTIGACIÓN**

FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES Y MATEMÁTICA

DETERMINACIÓN DE FRACCIONES DE HIDROCARBUROS POR MÉTODO  
GRAVIMÉTRICO EN AGUA POTABLE, NATURAL Y RESIDUAL INDUSTRIAL

TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE LICENCIADA EN QUÍMICA

Autor:

Ochoa Ascencios, Alexandra Hellen

Asesora:

MSc. Castañeda Pérez, Luz Genara

Jurados:

Mg. Lezama Vigo, Helmer Heli

Mg. Chávez Rojas, Danilo

Mg. Barreto Yaya, Danilo

Lima-Perú

2019

## **DEDICATORIA**

A mis padres, que son la fortaleza que Dios me envió, para cumplir cada una de mis metas y retos.

## **AGRADECIMIENTOS**

Agradezco sinceramente a mi asesora de tesis, la MSc. Luz Castañeda Pérez, por su dirección, apoyo, esfuerzo y paciencia.

A mis padres que siempre me dieron fuerza para seguir superando retos. A mis hermanos, por su motivación y amor incondicional.

A mis profesores de la universidad y amigos, que fueron un gran apoyo, técnico y emocional, para culminar esta tesis.

## INDICE

INDICE DE TABLAS .....	VII
INDICE DE FIGURAS .....	X
ABREVIATURAS .....	11
RESUMEN.....	13
ABSTRACT .....	14
CAPITULO I: INTRODUCCIÓN .....	15
1.1. Descripción y Formulación del Problema .....	16
1.2. Antecedentes .....	17
1.3. Objetivos .....	19
1.4. Justificación.....	19
1.5. Hipótesis.....	20
CAPITULO II: MARCO TEÓRICO .....	22
2.1. Bases Teóricas sobre el tema de investigación.....	22
2.1.1. Petróleo.....	22
2.1.2. Origen de los hidrocarburos. ....	24
2.1.2.1. Teoría Abiogénica.....	24
2.1.2.2. Teoría Biogénica.....	26
2.1.3. Composición química del petróleo.....	29
2.1.4. Hidrocarburos según tipo de enlace .....	36
a) Saturados.....	36
b) No saturados.....	37
2.1.5. Fracciones de Hidrocarburos.....	38
2.1.6. Contaminación de agua por hidrocarburos.....	38
2.1.7. Punto de ebullición.....	40
2.1.8. Curva de destilación del verdadero punto de ebullición .....	41
2.1.9. Miscibilidad.....	41
2.1.10. Solubilidad.....	42
2.1.11. Factores que afectan a la solubilidad.....	42
2.1.12. Influencia sobre el equilibrio de precipitación .....	44
2.1.13. Proceso de precipitación .....	44
2.1.14. Método Gravimétrico .....	44
2.1.15. Extracción con solventes .....	47

2.1.16. Fases de extracción .....	49
2.1.17. Cromatografía de Gases .....	50
<b>CAPITULO III: MÉTODO .....</b>	<b>52</b>
3.1. Tipo de Investigación.....	52
3.2. Ámbito Temporal y Espacial .....	52
3.3. Variables .....	52
3.3.1. Variable dependiente .....	52
3.3.2. Variables independientes.....	52
3.4. Población y Muestra .....	52
3.5. Instrumentos.....	53
3.6. Procedimientos.....	53
3.6.1. Reactivos .....	54
3.6.2. Toma de muestra .....	55
3.6.3. Almacenamiento y preservación de muestra.....	55
3.6.4. Procedimiento experimental.....	56
3.6.5. Cálculos para la determinación de la concentración .....	60
3.6.6. Control de calidad.....	61
3.7. Análisis de datos .....	63
3.8. Comparación de Resultados.....	64
3.8.1. Productos analizados .....	64
3.8.2. Proceso de análisis.....	65
<b>CAPITULO IV. RESULTADOS .....</b>	<b>66</b>
4.1. Condiciones Fisicoquímicas .....	66
4.1.1. Toma de muestra .....	66
4.1.2. Almacenamiento y preservación de muestra.....	66
4.1.3. Pesado de muestra .....	66
4.1.4. Extracción de analito .....	66
4.1.5. Instalaciones y uso de equipos .....	67
4.1.6. Disposición de muestra.....	67
4.2. Efectividad del solvente.....	67
4.3. Precisión y Veracidad de Resultados.....	68
4.3.1. Resultados en matrices agua potable, natural y residual industrial en dos fracciones de hidrocarburos.....	69
4.3.2. Resultados del Material de Control interno en dos fracciones de hidrocarburos.....	77
4.3.3. Pruebas de normalidad “Anderson Darling” de los datos obtenidos.....	79

4.3.4. Prueba de valores atípicos en los datos obtenidos.....	84
4.3.5. Veracidad T-Student en la adición de muestra agua residual industrial y MCI.....	88
4.4. Resultados de la Comparación.....	90
4.4.1. Evaluación de Acetites Lubricantes. ....	90
4.4.2. Evaluación de confirmación. ....	93
CAPITULO V. DISCUSIÓN DE RESULTADOS .....	95
5.1. Condiciones Fisicoquímicas .....	95
5.2. Efectividad del Solvente .....	96
5.3. Precisión y Veracidad de Resultados.....	96
5.3.1. Pruebas de normalidad "Anderson Darling" de los datos obtenidos. ....	96
5.3.2. Prueba de valores atípicos en los datos obtenidos.....	97
5.3.3. Veracidad T-Student en la adición de muestra agua residual industrial y MCI.....	97
5.4. Comparación de Métodos .....	98
CAPITULO VI. CONCLUSIONES .....	99
CAPITULO VII. RECOMENDACIONES .....	100
CAPITULO VIII. REFERENCIAS .....	101
CAPITULO IX. ANEXOS .....	106

## INDICE DE TABLAS

Tabla 01: Composición de química de petróleo

Tabla 02: Hidrocarburos parafínicos  $C_1 - C_{30}$

Tabla 03: Hidrocarburos nafténicos  $C_5 - C_{20}$

Tabla 04: Hidrocarburos aromáticos  $C_6 - C_{22}$

Tabla 05: Clasificación de crudos en función de su densidad

Tabla 06: Ventajas y desventajas de la Cromatografía de gases

Tabla 07: Efectividad de los solventes

Tabla 08: Resultados de fracciones  $C_5 - C_{10}$  y  $> C_{10}$  en matriz agua potable

Tabla 09: Resultados de fracciones  $C_5 - C_{10}$  y  $> C_{10}$  en matriz agua natural

Tabla 10: Resultados de fracciones  $C_5 - C_{10}$  y  $> C_{10}$  agua residual industrial

Tabla 11: Resultados de Fracciones  $C_5 - C_{10}$  y  $> C_{10}$  para Muestra Control Interno.

Tabla 12: Resultados de fracciones  $C_5 - C_{10}$  para agua potable

Tabla 13: Resultados de fracciones  $> C_{10}$  agua potable

Tabla 14: Resultados de fracciones  $C_5 - C_{10}$  agua natural

Tabla 15: Resultados de fracciones  $> C_{10}$  agua natural

Tabla 16: Resultados de fracciones  $C_5 - C_{10}$  para muestra adicionada, matriz agua residual industrial

Tabla 17: Resultados de fracciones  $> C_{10}$  para muestra adicionada, matriz agua residual industrial

Tabla 18: Resultados de MCI para fracción de hidrocarburos  $C_5 - C_{10}$  en agua desionizada

Tabla 19: Resultados de MCI para fracción de hidrocarburos  $> C_{10}$  en agua desionizada

Tabla 20: Normalidad de resultados agua potable  $C_5 - C_{10}$

Tabla 21: Normalidad de resultados agua potable  $> C_{10}$

Tabla 22: Normalidad de resultados agua natural  $C_5 - C_{10}$

Tabla 23: Normalidad de resultados agua natural  $> C_{10}$

Tabla 24: Normalidad de resultados agua residual industrial  $C_5 - C_{10}$

Tabla 25: Normalidad de resultados agua residual industrial  $> C_{10}$

- Tabla 26: Normalidad de resultados MCI  $C_5 - C_{10}$
- Tabla 27: Normalidad de resultados MCI  $> C_{10}$
- Tabla 28: Prueba de normalidad. Resumen valores P-value
- Tabla 29: Gráfica de valores atípicos agua potable  $C_5 - C_{10}$
- Tabla 30: Gráfica de valores atípicos agua potable  $> C_{10}$
- Tabla 31: Gráfica de valores atípicos agua natural  $C_5 - C_{10}$
- Tabla 32: Gráfica de valores atípicos agua natural  $> C_{10}$
- Tabla 33: Gráfica de valores atípicos agua residual industrial  $C_5 - C_{10}$
- Tabla 34: Gráfica de valores atípicos agua residual industrial  $> C_{10}$
- Tabla 35: Gráfica de valores atípicos MCI  $C_5 - C_{10}$
- Tabla 36: Gráfica de valores atípicos MCI  $> C_{10}$
- Tabla 37: T-Student para la evaluación de la veracidad de los resultados
- Tabla 38: Varianzas para el cálculo de la reproducibilidad intermedia para las matrices agua potable, agua natural y agua residual industrial
- Tabla 39: Desviación estándar de reproducibilidad y desviación estándar relativa de Horwitz de los resultados.
- Tabla 40: Curva de calibración Fracción F2
- Tabla 41: Curva de calibración Fracción F3
- Tabla 42: Concentración de fracciones de hidrocarburos por método Cromatográfico
- Tabla 43: Concentración de fracciones de hidrocarburos por método Gravimétrico en muestra C  
Amelie
- Tabla 44: Curva de calibración Fracción F2
- Tabla 45: Curva de calibración Fracción F3
- Tabla 46: Concentración de fracciones de hidrocarburos por método Cromatografía en muestra D  
Amelie
- Tabla 47: Concentración de fracciones de hidrocarburos por método Gravimétrico en muestra E  
Amelie.

## Índice de figuras

Figura 01: Acumulación de petróleo en la tierra.

Figura 02: Desplazamiento de petróleo

Figura 03: Punto de ebullición del agua en función de la presión de vapor.

Figura 04: Esquema idealizado de una operación de extracción líquido-líquido

Figura 05: Elementos básicos de Cromatografía de Gases

Figura 06: Traslado de muestras de agua

Figura 07: Verificación de la balanza analítica antes de los pesos de muestras

Figura 08: Traslado de muestras de agua y Cloruro de Metileno a la pera de decantación

Figura 09: Agitación de muestra con Cloruro de Metileno

Figura 10: Proceso de separación de fases

Figura 11: Destilación de la fracción  $C_5 - C_{10}$

Figura 12: Destilación de la fracción  $> C_{10}$

Figura 13: Diagrama de flujo del método de extracción de fracciones de hidrocarburos  $C_5 - C_{10}$  y  $> C_{10}$  en aguas

Figura 14: Aceites lubricantes utilizados para comparación de los métodos.

Figura 15: Proceso de análisis de comparación de resultados.

Figura 16: Gráfica de cromatograma de Muestra A Amelie

Figura 17: Gráfica de cromatograma de Muestra B Defie

Figura 18: Gráfica de cromatograma de Muestra D Amelie

## Abreviaturas

°C: Grados centígrados.

L: Litro.

mg: miligramos.

g: gramos.

N: Normalidad.

$\alpha$ : Nivel de significancia.

P-value: Valor de probabilidad.

N° ó n: Número de datos.

PA: Químicamente puro.

Grado HPLC: Grado de reactivo mayor al 99% de pureza

AD: Anderson Darling.

SL<sup>2</sup>: Es la estimación de la varianza entre laboratorios.

SR<sup>2</sup>: Es la estimación de la varianza de reproducibilidad.

Sr<sup>2</sup>: Es la media aritmética de Sw<sup>2</sup> y la estimación de la varianza de repetibilidad; esta media aritmética se toma sobre todos los laboratorios que participan en el experimento de precisión después de que los valores atípicos son excluidos.

Sw<sup>2</sup>: Es la estimación de la varianza en el laboratorio.

C5 – C10: Fracciones de hidrocarburos de 5 a 10 carbonos.

C10 – C28: Fracciones de hidrocarburos de 10 a 28 carbonos

C28 – C40: Fracciones de hidrocarburos de 28 a 40 carbonos

> C10: Fracciones de hidrocarburos mayores a 10 carbonos

> C28: Fracciones de hidrocarburos mayores a 28 carbonos

IR: Método de espectroscopia infra roja.

CG: Cromatografía de gases.

FID: Detector de ionización de flama

XRF: Fluorescencia de Rayos X

EPA: Agencia de protección ambiental de estados unidos.

ASTM: Asociación internacional para el ensayo de materiales.

GLP: Gas licuado de petróleo.

API: Instituto americano del petróleo.

AgCl: Cloruro de plata.

TBP: Punto de ebullición verdadero o experimental

mmHg: Unidad de presión equivalente a 1/760 atmosferas.

MCI: Material control interno.

AP: Agua potable.

AN: Agua natural.

ARI: Agua residual industrial

Ho: Hipótesis nula.

Ha: Hipótesis alternante.

RSD: Desviación Estandar Relativa

## Resumen

En el proceso de extracción de petróleo se genera agua residual que contienen hidrocarburos, éste agua que está contaminada, requiere ser analizada para determinar el grado de contaminación. El objetivo principal de esta investigación es proponer un método para determinar fracciones de hidrocarburos de 5 a 10 carbonos y mayores a 10 carbonos, en diferentes matrices de agua; como son agua residual industrial, agua natural, agua potable, con el fin de determinar si presenta interferencia por matriz.

La metodología se basa en el estudio de propiedades físicas, tales como; punto de ebullición, solubilidad y propiedades químicas de la gama de hidrocarburos que contiene el crudo de petróleo.

Para la tesis se ejecutaron diez ensayos en las siguientes matrices; agua potable, agua natural y agua residual proveniente de industrias del petróleo y un Material Control Interno. Los datos se analizaron con un software estadístico; Minitab, Excel, para determinar la veracidad y la precisión de la metodología.

Se evaluaron las condiciones fisicoquímicas para el funcionamiento del sistema, el solvente con mayor efectividad. Se realizó Prueba de Normalidad a los datos, encontrándose que éstos presentan distribución normal y la veracidad de T-Student con MCI se comprobó a un nivel de confianza al 95%.

La precisión se evaluó en las matrices de agua y en MCI aplicando RSD Horwitz, todos los RSD experimentales resultaron menor al RSD Horwitz, por lo que se demostró que son precisos.

En la comparación con el método Cromatográfico se obtuvo una Recuperación de 87.88%, resultado que se encuentra dentro de criterio de aceptación.

Como conclusión se obtuvo que el método es veraz, preciso y resulta ser confiable para la cuantificación de fracciones de hidrocarburos  $C_5 - C_{10}$  y  $> C_{10}$ . En tal sentido, se ha desarrollado una metodología alternativa para la determinación de fracciones de hidrocarburos en muestras de agua.

**Palabras clave:** fracciones de hidrocarburos, gravimetría, agua, método alternativo, cromatografía de gases.

## Abstract

In the oil extraction process, wastewater containing hydrocarbons is generated, this water that is contaminated, needs to be analyzed to determine the degree of contamination. The main objective of this research is to propose a method to determine hydrocarbon fractions of 5 to 10 carbons and greater than 10 carbons, in different water matrices; such as industrial wastewater, natural water, drinking water, in order to determine if it presents interference by matrix.

The methodology is based on the study of physical properties, such as; Boiling point, solubility and chemical properties of the range of hydrocarbons that contains crude oil.

For the thesis, ten essays were executed in the following matrices; drinking water, natural water and wastewater from the oil industries and an Internal Control Material. The data was analyzed with statistical software; Minitab, Excel, to determine the veracity and accuracy of the methodology.

The physicochemical conditions for the operation of the system, the solvent with greater effectiveness, were evaluated. Data Normality Test was performed, finding that they present normal distribution and the veracity of T-Student with MCI was checked at a 95% confidence level.

Accuracy was assessed in water matrices and in MCI applying Horwitz RSD, all experimental RSDs were lower than Horwitz RSD, so they were shown to be accurate.

In comparison with the Chromatographic method, a Recovery of 87.88% was obtained, a result that is within the acceptance criteria.

In conclusion, it was obtained that the method is truthful, precise and proves to be reliable for the quantification of C5-C10 and > C10 hydrocarbon fractions. In this regard, an alternative methodology for the determination of hydrocarbon fractions in water samples has been developed.

**Keywords:** hydrocarbon fractions, gravimetry, water, alternative method, gas chromatography.

## CAPITULO I: Introducción

La presente investigación se inicia proponiendo una metodología alternativa para la determinación de fracciones de hidrocarburos  $C_5$  a  $C_{10}$  y mayores a  $C_{10}$  en agua que puedan contener hidrocarburos; este método propuesto pretende demostrar que no solo los métodos sofisticados como la Cromatografía de Gases o Espectrofotometría Infrarroja son los únicos que pueden determinar las fracciones de hidrocarburos con alta precisión, sino también alternativas como la técnica combinada de destilación fraccionada y gravimetría que pueden llegar a ser altamente precisas, como las técnicas instrumentales mencionadas anteriormente.

La investigación química se basa en estudiar la materia, cambios físicos y químicos, los cuales deben ser claramente comprendidos, para tener una idea clara de qué variaciones se puede realizar a los métodos normalizados publicados en normas internacionales, o qué método alternativo se puede proponer, siempre y cuando obtengamos resultados similares a los métodos normalizados.

Al revisar la metodología que se usa para la determinación de las fracciones de hidrocarburos por Cromatografía de Gases con detector de Ionización de Flama según EPA 8015 C (2007) Rev. 3 y comprender qué procesos fisicoquímicos ocurren en este análisis se puede entender que realizan una separación de hidrocarburos en base a los puntos de ebullición de los componentes. Calificando a las fracciones de hidrocarburos de  $C_5$  a  $C_{10}$  con punto de ebullición entre  $60^{\circ}\text{C}$  a  $170^{\circ}\text{C}$ ,  $C_{10}$  a  $C_{28}$  con punto de ebullición entre  $170^{\circ}\text{C}$  a  $430^{\circ}\text{C}$  e hidrocarburos mayores a  $C_{28}$  hidrocarburos con punto de ebullición de aproximadamente  $430^{\circ}\text{C}$ .

En tal sentido, estas fracciones son desplazadas por la fase móvil a través de la fase estacionaria de acuerdo a la volatilidad de estos, eluyendo primero el de más bajo punto de ebullición, que llegara al detector de Ionización de Flama dando una señal que es cuantificada con una Curva de Calibración.

En el método EPA 8015 C (2007) Rev.3 se puede comprender que hay tres puntos determinantes de los cambios fisicoquímicos, uno es el calentamiento hasta el punto de ebullición, el segundo es la separación de los analitos y por último la cuantificación por el detector de Ionización de Flama.

En base a lo expuesto, la propuesta del presente trabajo de investigación consiste en implementar un sistema de destilación con material de vidrio y reemplazar el detector de ionización de flama por una balanza analítica.

Con el análisis del método EPA 8015 C (2007) Rev.3 y los diversos antecedentes y bases teóricas, la metodología plantea para la determinación de las fracciones de hidrocarburos C<sub>5</sub> a C<sub>10</sub> y mayores a C<sub>10</sub>.

El trabajo experimental se basó en pruebas empíricas basadas en las deducciones del método EPA 8015 C, Revisión 3, (2007), donde la hipótesis es demostrada con los resultados obtenidos y la determinación de la exactitud es comprobada con los softwares estadísticos Minitab y Excel.

## **1.1. Descripción y Formulación del Problema**

### **1.1.1. Descripción.**

Separar las fracciones de hidrocarburos es tener que afrontar dos tipos de complejidades; las muestras de agua a analizar y las fracciones de hidrocarburos de petróleo que se pretenden extraer con el método propuesto.

El agua está básicamente formada por dos átomos de hidrogeno y uno de oxígeno, pero a ello se suman las sales y minerales que aumentan la complejidad de la muestra.

Adicionalmente, en el contexto global, el hombre usa el agua para actividades domésticas e industriales, lo que hace que el agua tenga aún más complejidad. Es así que resulta dificultoso la determinación de hidrocarburos en fracciones, como lo menciona la Agencia de Protección de Medio Ambiental (EPA), traducido del inglés Enviromental Protection Agency de Estados Unidos.

En este trabajo se propone un método para determinar fracciones de hidrocarburos en agua por lo que se basará en el agua residual de industrias de hidrocarburos, debido a que es su materia prima la mayor contribuyente a la contaminación por hidrocarburos en el agua.

Cuando llegan los hidrocarburos al agua se forma una mezcla heterogénea debido a que el agua es polar y la mayoría de los hidrocarburos son no polares, acompañando a esta mezcla están las emulsiones formadas entre los hidrocarburos y el agua que no permiten realizar una separación simple

por diferentes densidades es por este motivo que se propone el presente trabajo con la finalidad de poder extraer los hidrocarburos y cuantificar sus fracciones de las muestras de agua.

### **1.1.2. Formulación del problema.**

#### ***1.1.2.1. Problema general***

¿Se puede cuantificar las fracciones de hidrocarburos por el método de gravimétrico en agua potable, natural y residual industrial?

#### ***1.1.2.2. Problemas específicos***

- ¿Qué condiciones fisicoquímicas de extracción y recuperación necesita el método de gravimétrico en agua potable, natural y residual industrial, para determinar de manera exacta las fracciones de hidrocarburos?
- ¿Cuál será la efectividad del solvente de extracción de hidrocarburos en agua potable, natural y residual industrial?
- ¿El método gravimétrico es preciso y veraz para determinar fracciones de hidrocarburos en agua potable, natural y residual industrial?

### **1.2. Antecedentes**

El método gravimétrico es un método clásico que yace desde finales del siglo XIX con la fabricación de las primeras balanzas, en la actualidad con el avance de la tecnología se ha mejorado la sensibilidad de las balanzas teniendo así balanzas que tienen una sensibilidad mayor a 0.000001 g según la publicación de Cobos.

Fueron Mora D. y Marbot R. (2010) quienes presentaron su trabajo titulado “Determinación de las fracciones de petróleo crudo con el empleo de la destilación simulada por Cromatografía gaseosa como método alternativo” concluye que los resultados de la destilación simulada por cromatografía gaseosa obtenidos mediante la modificación de la norma ASTM D 5307-07 son similares a los del verdadero punto de ebullición (ASTM D 2892-05).

Aleman A. (2009) quien presento la tesis de “Determinación de hidrocarburos totales de petróleo en suelo de la cuenca del rio Coatzacoalcos” concluye que las concentraciones de hidrocarburos fueron

mayores en sedimento que en el suelo, lo que refleja los vertimientos del hidrocarburo en los cuerpos de agua como los sedimentos actúan como reservorios de desechos petroleros y otros contaminantes.

Según Grijalva P. (2003) quien presento la tesis “Evaluación de una técnica colorimétrica para la determinación de hidrocarburos totales en muestras de agua” concluye que el solvente orgánico 1,1,1-tricloroetano (TCE), permite extraer Hidrocarburos presentes en muestras de agua con una eficiencia superior al 90% propuesto como límite de aceptación en éste estudio.

Fue Fleming, M. (2012) quien en su tesis “Petroleum Hydrocarbon Content, Leaching and Degradation from Surficial Bitumens in the Athabasca Oil Sands Region”, presenta un estudio de las propiedades geoquímicas y el comportamiento de las acumulaciones de betunes (tarballs) identificadas en los suelos glaciofluviales en toda la región de las arenas petrolíferas de Athabasca. Indica la presencia de estos materiales desde las primeras exploraciones. Los primeros descubridores toman el mayor interés, ya que sugieren que la abundancia y distribución de estos materiales hacía que el área sea ideal para el estudio de la redistribución de hidrocarburos por procesos geológicos.

Después de esta descripción inicial, las referencias a "betún reelaborado" se hacen de paso con poca o ninguna discusión en cuanto a su naturaleza o abundancia. Sin embargo, la presencia de estos hidrocarburos entre los suelos que se utilizaran para la recuperación por los operadores de arenas petrolíferas ha generado inquietud con respecto a la aplicabilidad de los suelos afectados por el alquitrán en entornos de recuperación.

Según Abdulsalam K & Luqman H. (2013) en el artículo “Production and Evaluation of some Gas Oil Fractions from Taq-Taq Crude Oil and Their Structural Group Analysis" menciona que las fracciones de hidrocarburos causan contaminación con los compuestos de azufre ( $\text{SO}_2$  y  $\text{H}_2\text{S}$ ) es por ello que se adicionan los métodos de titulación colorimétrica, cromatografía iodimétrica, espectrometría de fluorescencia para determinar la concentración de azufre. Entre los métodos para reducir azufre están la biodesulfuración, oxidación y la extracción (oxidación desulfurización). Así misma toma de referencia la destilación de las fracciones con ASTM D-86 determinación de azufre total Contenido por técnica XRF ASTM D-2622 para la destilación de las fracciones.

### **1.3. Objetivos**

#### **1.3.1. Objetivos Generales.**

Determinar las fracciones de hidrocarburos; C<sub>5</sub> a C<sub>10</sub> y mayores a C<sub>10</sub> por el método gravimétrico en agua natural, potable y residual industrial.

#### **1.3.2. Objetivos Específicos.**

- Establecer las condiciones fisicoquímicas para la extracción y cuantificación de las fracciones de hidrocarburos C<sub>5</sub> a C<sub>10</sub> y mayores a C<sub>10</sub> en agua potable, natural y residual industrial.
- Determinar la efectividad del solvente usado para la extracción de hidrocarburos.
- Evaluar la precisión y veracidad de los resultados experimentales realizados en agua potable, natural y residual industrial usando software estadísticos Minitab y Excel.

### **1.4. Justificación**

#### **1.4.1. Justificación teórica.**

La investigación se justifica en la medida que se intenta demostrar que el método propuesto es preciso y veraz al extraer las fracciones de hidrocarburos en muestras complejas de agua potable, agua natural y residuales industriales, así mismo se pretende reafirmar la validez de que la combinación de las técnicas de destilación fraccionada, gravimetría y solubilidad de las fracciones de hidrocarburos, puede permitir extraer y cuantificar las fracciones de hidrocarburos.

#### **1.4.2. Justificación metodológica.**

Los resultados del estudio presentaran un análisis de la problemática, es decir, de como un método gravimétrico clásico permite explicar la validez de su aplicación para la determinación de fracciones de hidrocarburos en agua.

### **1.4.3. Justificación práctica.**

Los resultados de la investigación demostraran que se puede aplicar la técnica de destilación fraccionada y gravimétrica para determinar las fracciones de hidrocarburos en agua con un nivel de veracidad y precisión aceptable.

### **1.4.4. Justificación legal.**

La validez del trabajo de investigación, permite mejorar el panorama legal con respecto a los Estándares de Calidad Ambiental de Perú que obliga a determinar los analitos especificados con métodos estandarizados y seleccionados, mermando la investigación de los profesionales en el campo de la química. Así mismo se busca obtener el criterio técnico para evaluar temas legales con respecto a la determinación de hidrocarburos.

## **1.5. Hipótesis**

### **1.5.1. Hipótesis general.**

- a) Ho: La combinación de la extracción con Cloruro de Metileno, destilación fraccionada basada en los diferentes puntos de ebullición y gravimetría permite cuantificar las fracciones de hidrocarburos C<sub>5</sub> a C<sub>10</sub> y mayores a C<sub>10</sub> en agua.
- b) Ha: La combinación de la extracción con Cloruro de Metileno, destilación fraccionada basada en los diferentes puntos de ebullición y gravimetría no permite cuantificar las fracciones de hidrocarburos C<sub>5</sub> a C<sub>10</sub> y mayores a C<sub>10</sub> en agua.

### **1.5.2. Hipótesis específicas.**

#### *1.5.2.1. Hipótesis específica 1*

- a) Ho: La gama de hidrocarburos que disuelve el Cloruro de Metileno permite determinar las temperaturas de trabajo que se usaran en el presente trabajo para extraer las fracciones de hidrocarburos C<sub>5</sub> a C<sub>10</sub> y mayores a C<sub>10</sub> en agua.

- b) Ha: La gama de hidrocarburos que disuelve el Cloruro de Metileno no permite determinar las temperaturas de trabajo que se usaran en la presente tesis para extraer las fracciones de hidrocarburos C<sub>5</sub> a C<sub>10</sub> y mayores a C<sub>10</sub> en agua.

*1.5.2.2. Hipótesis específica 2*

- a) Ho: La ejecución de la extracción de fracciones de hidrocarburos C<sub>5</sub> a C<sub>10</sub> y mayores a C<sub>10</sub> de un material de referencia que contenga los analitos de interés y las múltiples repeticiones de muestras permite determinar la precisión y veracidad del método propuesto.
- b) Ha: La ejecución de la extracción de fracciones de hidrocarburos C<sub>5</sub> a C<sub>10</sub> y mayores a C<sub>10</sub> de un material de referencia que contenga los analitos de interés y las múltiples repeticiones de muestras no permite determinar la precisión y veracidad del método propuesto.

## CAPITULO II: Marco Teórico

### 2.1. Bases Teóricas sobre el tema de investigación

#### 2.1.1. Petróleo.

De acuerdo con Abdulsalam. K. (2013) el gasóleo es una fracción del petróleo crudo obtenido de la destilación fraccionada o al vacío con rangos de ebullición entre 225-337°C (gasóleo ligero) o 320-426°C (gasóleo pesado), el aceite de gas consta de un gran número de mezclas de hidrocarburos que contienen alquenos de cadena lineal (parafina), las estructuras saturadas cíclicos (naftenos) y aromáticos. Contiene heterogéneos.

Según Iñesta J. y García P. (2002) el petróleo es un líquido viscoso de color verde, amarillo, marrón o negro, y que está constituido por diferentes hidrocarburos, es decir, por compuestos formados por átomos de carbono e hidrógeno en cantidades variables.

Según Ancap (s.f.) el petróleo es una sustancia oleosa, formada por la mezcla de compuestos orgánicos llamados hidrocarburos, conteniendo impurezas tales como agua, sal, compuestos de azufre, oxígeno y nitrógeno. Las moléculas de hidrocarburos que, en forma colectiva constituyen el petróleo, están formadas por distintas combinaciones de átomos de carbono e hidrogeno.

Según el número de átomos de carbono, de hidrógeno y de la distribución estructural de las mismas, se tienen distintos hidrocarburos que abarcan desde el gas natural hasta los hidrocarburos sólidos.

Así mismo Ancap (s.f.) indica que se denomina petróleo a la mezcla de hidrocarburos que, a condiciones de temperatura y presión ambientales ésta en estado líquido. En la naturaleza se pueden encontrar rezumaderos naturales de hidrocarburos, muchos de ellos conocidos desde la antigüedad, aunque la producción comercial se obtiene de acumulaciones que se localizan en algunos lugares del subsuelo con profundidades variables desde pocos metros hasta profundidades mayores a cinco mil metros.

Los geólogos creen que en la superficie terrestre de la tierra puede hallarse hidrocarburos hasta en un 40% del total de sedimentos. En la superficie se han identificado hasta 600 cuencas sedimentarias, de las cuales 160 han demostrado ser capaces de producir petróleo y gas.

Las cuencas que se encuentran distribuidas en toda la cuenca que se centra en el golfo pérsico, tiene, ella sola, más de 50% de las reservas comprobadas y probables del mundo. Al año 2000 las reservas del mundo eran petróleo: 162 millones de metros cúbicos y gas: 147 billones de metros cúbicos según lo publicado en el artículo de la revista de Ancap “el mundo del petróleo” (C. Millan, 2012, p. 1 al 20).

De la destilación del petróleo crudo se obtiene los siguientes productos de acuerdo con Iñesta J. y García P. (2002):

- **Gases:** Sustancias cuyo punto de ebullición está comprendido entre  $-165^{\circ}\text{C}$  y  $0^{\circ}\text{C}$ , tales como; metano, etano, propano y butano. El propano y el butano se denominan también GLP o gases licuados del petróleo.
- **Éter de petróleo:** Fracción volátil que destila entre los  $20$  y los  $60^{\circ}\text{C}$ , y contiene principalmente pentanos y hexanos.
- **Gasolinas y naftas:** Mezcla formada por hidrocarburos de cuatro a doce átomos de carbono, con un punto de ebullición entre los  $30$  y  $200^{\circ}\text{C}$ . Se utilizan como combustible y como materia prima de la industria petroquímica, para obtener plásticos y productos químicos.
- **Queroseno:** Fracción del petróleo con punto de ebullición entre  $150$  y  $300^{\circ}\text{C}$ . Tiene de doce a dieciséis átomos de carbono, y se utiliza como combustible de aviones reactores, combustible doméstico y para la iluminación.
- **Gasóleos:** Compuestos formados por cadenas de quince a dieciocho átomos de carbono, con una temperatura de ebullición de  $175$  a  $400^{\circ}\text{C}$ . Son combustibles para motores Diesel y para calefacción.
- **Fuelóleos:** Productos pesados obtenidos como residuos de la destilación atmosférica. Se utilizan como combustibles de grandes instalaciones, como las centrales térmicas.

- **Aceites lubricantes:** Fracción que contiene entre dieciséis y treinta átomos de carbono. Su densidad, viscosidad, resistencia a la oxidación y bajo punto de congelación los hacen útiles como lubricantes en la industria mecánica.
- **Ceras:** Mezcla de hidrocarburos de alta temperatura de fusión, fundamentalmente de cadena lineal, que se obtienen como subproducto en la fabricación de los aceites lubricantes.
- **Asfaltos:** Sólido de color negro, conocido desde la antigüedad, que se utiliza para pavimentar las vías de comunicación.
- **Coque:** Carbón obtenido de las fracciones más pesadas del crudo.

### **2.1.2. Origen de los hidrocarburos.**

De acuerdo con Antón (s. f.) existen desde el siglo XIX dos teorías acerca del origen de los hidrocarburos; la teoría biogénica que sostiene el origen biológico producto de la acumulación y descomposición de plantas o animales fósiles, y la teoría mineral o abiogénica, la cual argumenta el origen mineral que proviene del interior de la tierra acumulándose en áreas con condiciones geológicas apropiadas o brotando en surgencias líquidas o gaseosa en la superficie.

#### **2.1.2.1. Teoría Abiogénica**

Teoría aceptada por la mayor parte de los geólogos e impugnada por algunos científicos rusos y ucranianos que sostiene que tanto el petróleo como el gas natural son de origen mineral y proviene del interior de la tierra, según Antón (s.f.).

Científicos soviéticos como es Thomas Gold en 1986 indicó que el gas natural (metano) que suele encontrarse en grandes cantidades en los yacimientos petroleros, se pudo haber generado a partir de los meteoritos que cayeron durante la formación de la tierra hace millones de años.

Dichos argumentos se basan en que se encontraron varios meteoritos más de cuatro productos semejantes al queroseno, que se supone que es el precursor del petróleo. (Chow 1987).

De acuerdo a la investigación teórica y práctica realizada por Kutcherow (2011) los compuestos de hidrocarburos se generan en la astenosfera de la tierra y migran a través de las fallas profundas

hacia la corteza de la tierra, se acumulan porciones de petróleo y gas en cualquier tipo de roca y cualquier posición estructural.

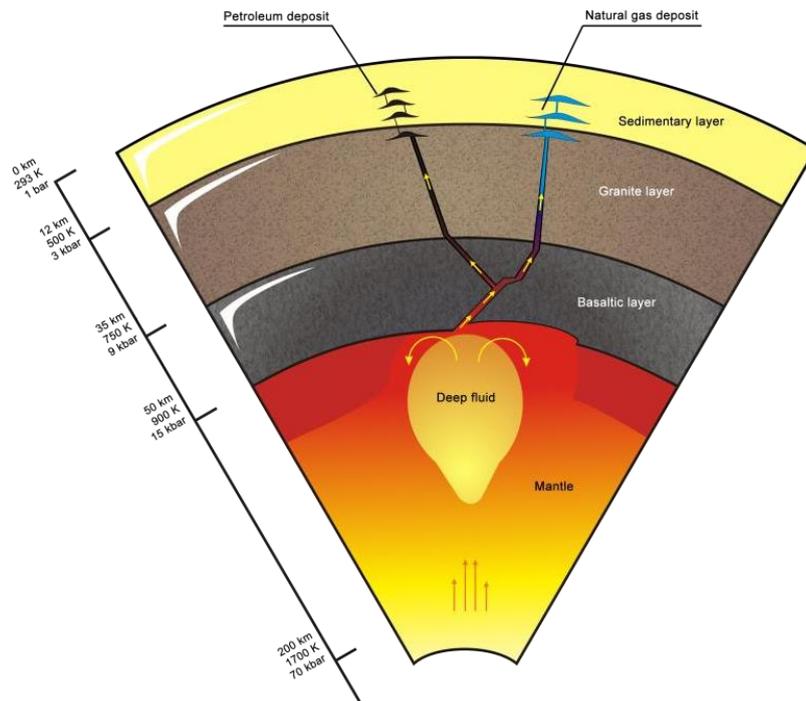


Figura 1. Acumulación de petróleo en la tierra.

Fuente: Kutcherov (2011)

Como conclusión indica que la teoría del origen profundo abiogénico de los hidrocarburos ofrece una explicación convincente de los datos investigados. De los resultados experimentales confirma que el sistema  $\text{CaCO}_3\text{-FeO-H}_2\text{O}$  genera el conjunto de hidrocarburos en características del petróleo natural.

Indica también que una parte de los compuestos de hidrocarburos podrían generarse en las condiciones del manto y migrar a través de las fallas profundas a la corteza terrestre donde se forman.

La teoría del origen abiogénico profundo de los hidrocarburos confirma la presencia de recursos enormes e inagotables de hidrocarburos en nuestro planeta, permite desarrollar un nuevo enfoque de los métodos de exploración petrolera y reexaminar la estructura, el tamaño y la ubicación de las reservas de hidrocarburos del mundo.

### **2.1.2.2. Teoría Biogénica**

Una de las teorías más aceptadas desde el siglo XX (Antón s.f.) y según Chow (1987) es aquella que supone que se originó por descomposición de los restos de animales y algas microscópicas acumuladas en el fondo de las lagunas y en el curso inferior de los ríos.

En las profundidades esa materia orgánica, sometida a la acción de las bacterias, la presión y temperatura provocada por el soterramiento consecuencia de la acumulación de las capas de sedimentos que se depositaron encima, en el transcurso del tiempo sufrió reacciones químicas que dieron origen a la formación de los distintos hidrocarburos. Compuestos formados de carbón e hidrogeno con pequeñas cantidades de Azufre, Oxígeno, Nitrógeno y trazas de metales como Hierro, Cromo, Niquel y Vanadio.

Esta teoría se fundamenta en la localización de los mantos petroleros, ya que todos se encuentran en terrenos sedimentarios. Adicionalmente los compuestos que forman los elementos antes mencionados son característicos de los organismos vivientes.

Según Gil (2015) la teoría orgánica que indica que el petróleo proviene de la descomposición de los tejidos de plantas y animales explica como la presión de los sedimentos acumulados en el fondo de lagos y mares, hace que el lodo y la arcilla depositada conjuntamente con la materia orgánica se transformen en roca, principalmente como esquistos de partículas finas. Estas rocas reciben el nombre de “roca generadora” y constituye la fuente de todos los hidrocarburos del mundo.

Con el paso de la generación de los hidrocarburos, como consecuencia de la presión a la que estaban sometidos, fueron expulsados hacia formaciones más porosas que tenían interacción con las rocas generadoras.

Las rocas areniscas o calizas que retienen agua salada, constituyen la roca donde se pueden almacenar los hidrocarburos, debido a que son porosas y permeables. El desplazamiento es realizado por la flotación natural de los hidrocarburos en el agua que satura las formaciones, los hidrocarburos migran hacia la superficie.

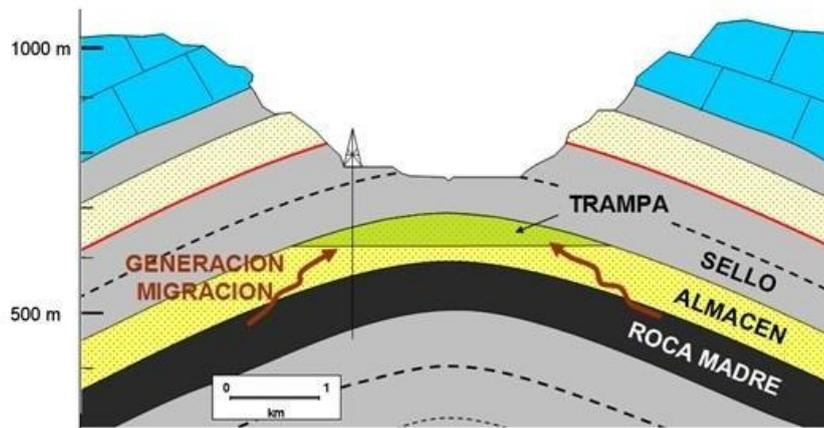


Figura 2. Desplazamiento de petróleo

Fuente: ACIEP

De esta manera, se explica como una parte de hidrocarburos llegó a la superficie de la tierra y otra parte se acumuló en estas formaciones rocosas y formó un yacimiento de hidrocarburos. En un yacimiento, el petróleo y el gas ocupan espacios vacíos (poros) entre la partícula que forma la roca almacén.

La diferencia de presiones que ocurre durante la explotación de un yacimiento, entre el pozo y la formación de la roca almacén, los hidrocarburos se desplazan gota a gota a través de los pequeños canales que unen los poros entre sí, el volumen de los canales es determinados por la permeabilidad de la roca almacén.

La acumulación de los hidrocarburos se logra por la formación de trampas, las cuales pueden ser; trampa de estructura o trampa estratigráfica. La estructural es aquella producida por los movimientos de la corteza terrestre. La estratigráfica es originada por variaciones de carácter sedimentario de la roca almacén, según indica Gil (2015).

Cualquier tipo de trampa requiere que esté cubierta de una roca impermeable que impida la migración vertical de los hidrocarburos.

En conclusión, las condiciones para la formación de hidrocarburos están vinculada a las rocas sedimentarias. Es por esto por lo que los hidrocarburos solo se encuentran en regiones cuyo subsuelo sea formado por un importante paquete de rocas, miles de metros de espesor.

De acuerdo a esta teoría solo se pueden encontrar hidrocarburos en los lugares donde hubo depositación de rocas sedimentarias y acumulación de restos orgánicos. Por lo tanto, en otro tipo de rocas como las ígneas y metamórficas, no se encontrarían hidrocarburos, por no cumplir con las condiciones necesarias.

Según Iñesta J. y Garcia P. (2002) los hidrocarburos provienen de la descomposición de los minúsculos organismos acuáticos que vivían en los antiguos mares de la Tierra hace millones de años, cuando todavía los humanos no habíamos aparecido. En aquel momento, la superficie del planeta no tenía las mismas características de ahora.

Cuando estos microorganismos animales y vegetales morían y caían al fondo de las grandes masas de agua, sucesivas capas de sedimentos inorgánicos (arenas y arcillas) se depositaban encima, enterrándolos cada vez más profundamente.

La elevada presión de las capas de tierra, las altas temperaturas y la acción de bacterias con ausencia de oxígeno (medio anaerobio) fue transformando lentamente los restos orgánicos en lo que hoy se conoce como petróleo crudo. Cabe destacar que el proceso de descomposición de la materia orgánica y la formación del petróleo tarda entre 10 y 100 millones de años.

### 2.1.3. Composición química del petróleo.

De acuerdo con la investigación de Feijoo (2012) el petróleo crudo es una mezcla compleja de productos fundamentalmente constituidos por hidrocarburos, su viscosidad varía de acuerdo con el peso molecular de los hidrocarburos.

Tabla 1

#### *Composición química de petróleo*

Petróleo	Porcentaje en masa:
Carbono	83 – 86 %
Hidrogeno	10 – 14 %
Azufre	0.05 – 6.0 %
Nitrógeno	0.001 – 0.1 %
Metales: Vanadio, Niquel, Sodio, Arsénico, Calcio, cobre entre otros.	0.001 – 0.1 %
Gases incondensables: Metano, Etano, Sulfuro de Hidrógeno.	0.1 %
Agua.	<1 %
Sales: Cloruro de sodio, Cloruro de Magnesio, Cloruro de Calcio.	

*Fuente:* Feijoo (2012)

De acuerdo con lo manifestado por Olvera y Vasquez (2014) se cuenta con aproximadamente 600 tipos diferentes de hidrocarburos. El Instituto Americano del Petróleo realizó un estudio de petróleo en la ciudad de Ponca - Oklahoma - EEUU, identificando casi 300 hidrocarburos individuales.

También se hallaron 200 compuestos de azufre en un transcurso de 20 años de estudios sistemáticos de 4 tipos de petróleo.

Se observó que la complejidad de las moléculas de hidrocarburos se incrementa a medida que aumenta su punto de ebullición.

En un estudio realizado en el Instituto Americano del Petróleo (API) cerca de 300 hidrocarburos individuales fueron identificados en el petróleo Oklahoma en Ponca City. Alrededor de 200 compuestos de azufre fueron identificados en 20 años de estudios sistemáticos de 4 tipos de petróleo. Las moléculas de hidrocarburos son más complejas a medida que aumenta el punto de ebullición de las mismas.

Según Lluch (2008) como consecuencia de su origen, condiciones de evolución y antigüedad, los crudos tienen diferente composición en cuanto al tipo y cantidad de familias químicas hidrocarbonadas de las que están formadas.

Las características físicas variarán en función de esta composición e inciden en las posibilidades de refinado o aprovechamiento para la obtención de sus productos derivados, principalmente combustibles, lubricantes, asfaltos y materias primas para petroquímica, así como en su valoración económica.

Los hidrocarburos se clasifican según su base en: parafínica, nafténica, asfáltica y mixta. En las siguientes tablas se muestra las características físicas de los tipos de hidrocarburos hasta un contenido máximo de 30 átomos de carbono:

Tabla 2

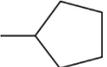
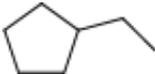
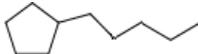
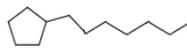
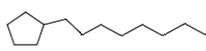
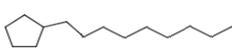
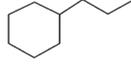
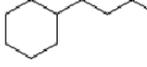
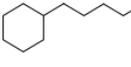
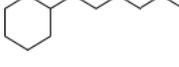
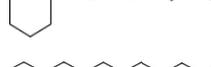
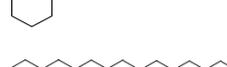
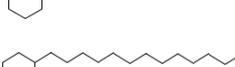
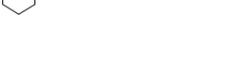
*Hidrocarburos parafínicos: C<sub>1</sub> – C<sub>30</sub>*

Nombre de Hidrocarburo	Formula	Peso Molecular	Punto Ebullición	Gravedad Específica 60/60°F	API	Estructura
metano	CH <sub>4</sub>	16.04	-161.5	0.3	340	
etano	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	30.07	-88.6	0.3562	265.7 6	
propano	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	44.10	-42.1	0.5070	147	
n-butano	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	58.12	-0.5	0.5840	110.7 9	
isobutano	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	58.12	-11.8	0.5629	119.8 9	
n-pentano	C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	72.15	36.1	0.6311	92.70	CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
isopentano	C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	72.15	27.8	0.6247	95.01	
n-hexano	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub>	86.18	68.7	0.6638	81.66	
n-heptano	C <sub>7</sub> H <sub>16</sub>	100.20	98.4	0.6882	74.11	CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
n-octano	C <sub>8</sub> H <sub>18</sub>	114.23	125.7	0.7070	68.65	
n-nonano	C <sub>9</sub> H <sub>20</sub>	128.26	150.8	0.7219	64.52	
n-decano	C <sub>10</sub> H <sub>22</sub>	142.28	174.2	0.7342	61.22	
n-undecano	C <sub>11</sub> H <sub>24</sub>	156.31	195.9	0.7445	58.56	
n-dodecano	C <sub>12</sub> H <sub>26</sub>	170.34	170.34	0.7527	56.48	
n-tridecano	C <sub>13</sub> H <sub>28</sub>	184.36	235.5	0.7617	54.26	
n-tetradecano	C <sub>14</sub> H <sub>30</sub>	198.39	253.6	0.7633	53.87	
n-pentadecano	C <sub>15</sub> H <sub>32</sub>	212.42	270.7	0.7722	51.75	
n-hexadecano	C <sub>16</sub> H <sub>34</sub>	226.44	286.9	0.7772	50.56	
n-heptadecano	C <sub>17</sub> H <sub>36</sub>	240.47	302.0	0.7797	49.99	CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
n-octadecano	C <sub>18</sub> H <sub>38</sub>	254.50	316.3	0.7820	49.45	CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
n-nonadecano	C <sub>19</sub> H <sub>40</sub>	268.53	335.6	0.7869	48.31	CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
n-eicosano	C <sub>20</sub> H <sub>42</sub>	282.55	343.8	0.7924	47.10	CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>
n-heneicosano	C <sub>21</sub> H <sub>44</sub>	296.58	356.5	0.7954	46.41	CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>



Tabla 3:

*Hidrocarburos naftenos: C<sub>5</sub>-C<sub>20</sub>*

Nombre de Hidrocarburo	Formula	Peso Molecular	Punto Ebullición	Gravedad Específica 60/60°F	API	Estructura
ciclopentano	C <sub>5</sub> H <sub>10</sub>	70,13	49,26	0,7603	54.61	
metilciclopentano	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub>	84,16	71,81	0,7540	56.17	
etilciclopentano	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub>	98,19	103,47	0,7712	51.98	
n-pentilciclopentano	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub>	140,27	180,50	0,7954	46.41	
n-hexilciclopentano	C <sub>11</sub> H <sub>22</sub>	154,30	202,90	0,8006	45.24	
n-heptilciclopentano	C <sub>12</sub> H <sub>24</sub>	168,32	223,90	0,8051	44.26	
n-octilciclopentano	C <sub>13</sub> H <sub>26</sub>	182,35	243,50	0,8088	43.45	
n-nonilciclopentano	C <sub>14</sub> H <sub>28</sub>	196,38	262,00	0,8121	42.73	
ciclohexano	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub>	84,16	80,74	0,7835	49.10	
metilciclohexano	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub>	98,19	100,93	0,7748	51.13	
etilciclohexano	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub>	112,21	131,78	0,7921	47.14	
n-propilciclohexano	C <sub>9</sub> H <sub>18</sub>	126,24	156,72	0,7981	45.79	
n-butilciclohexano	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub>	140,27	180,94	0,8034	44.64	
n-pentilciclohexano	C <sub>11</sub> H <sub>22</sub>	154,30	203,67	0,8077	43.69	
n-hexilciclohexano	C <sub>12</sub> H <sub>24</sub>	168,32	224,70	0,8115	42.86	
n-heptilciclohexano	C <sub>13</sub> H <sub>26</sub>	182,35	244,90	0,8112	42.94	
n-octilciclohexano	C <sub>14</sub> H <sub>28</sub>	196,38	263,60	0,8177	41.55	
n-nonilciclohexano	C <sub>15</sub> H <sub>30</sub>	210,40	281,50	0,8202	41.02	
n-dodecilciclohexano	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub>	252,48	327,90	0,8261	39.80	
n-tridecilciclohexano	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub>	266,51	341,90	0,8277	39.45	
n-tetradecilciclohexano	C <sub>20</sub> H <sub>40</sub>	280,54	355,00	0,8291	39.18	

cicloheptano	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub>	98,19	118,79	0,8144	42.24	
ciclooctano	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub>	112.2 1	151.14	0.8405	36.86	
ciclononano	C <sub>9</sub> H <sub>18</sub>	126,2 4	178,40	0,8545	34.10	
etilcicloheptano	C <sub>9</sub> H <sub>18</sub>	126.2 4	163.33	0.7992	45.55	

Fuente: Lluch (2008)

Tabla 4:

*Hidrocarburos aromáticos (C<sub>6</sub>-C<sub>22</sub>)*

Nombre de Hidrocarburo	Formula	Peso Molecular	Punto Ebullición	Gravedad Especifica	API	Estructura
benceno	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>	78.11	80.10	0.8829	28.77	
tolueno	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub>	92.14	110.62	0.8743	30.34	
etilbenceno	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	106.17	136.18	0.8744	30.32	
o-xileno	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	106.17	144.43	0.8849	28.40	
m-xileno	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	106.17	139.12	0.8694	31.26	
p-xileno	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	106.17	138.36	0.8666	31.78	
n-propilbenceno	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub>	120.19	159.24	0.8683	31.45	
isopropilbenceno	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub>	120.19	152.41	0.8685	31.43	
o-etiltolueno	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub>	120.19	165.18	0.8847	28.43	
m-etiltolueno	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub>	120.19	161.33	0.8685	31.43	
p-etiltolueno	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub>	120.19	162.02	0.8652	32.04	
n-butilbenceno	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub>	134.22	183.27	0.8660	31.90	

o-dietilbenceno	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub>	134.22	183.42	0.8839	28.59	
n-hexilbenceno	C <sub>12</sub> H <sub>18</sub>	162.27	226.10	0.8621	32.64	
n-heptilbenceno	C <sub>13</sub> H <sub>20</sub>	176.30	176.30	0.8608	32.87	
n-octilbenceno	C <sub>14</sub> H <sub>22</sub>	190.33	264.40	0.8602	32.99	
n-nonilbenceno	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204.36	204.36	0.8599	33.06	
n-decilbenceno	C <sub>16</sub> H <sub>26</sub>	218.38	297.89	0.8593	33.17	
n-undecilbenceno	C <sub>17</sub> H <sub>28</sub>	232.41	313.20	0.8587	33.28	
n-dodecilbenceno	C <sub>18</sub> H <sub>30</sub>	246.44	246.44	0.8553	33.94	
n-tridecilbenceno	C <sub>19</sub> H <sub>32</sub>	260.46	341.30	0.8589	33.25	
n-tetradecilbenceno	C <sub>20</sub> H <sub>34</sub>	274.49	354.00	0.8587	33.29	
n-pentadecilbenceno	C <sub>21</sub> H <sub>36</sub>	288.52	366.00	0.8587	33.29	
n-hexadecilbenceno	C <sub>22</sub> H <sub>38</sub>	302.54	378.00	0.8586	33.31	
ciclohexilbenceno	C <sub>12</sub> H <sub>16</sub>	160.26	240.12	0.9473	17.88	
stireno	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub>	104.15	145.14	0.9087	24.22	

Fuente: Lluch (2008)

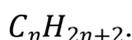
#### 2.1.4. Hidrocarburos según tipo de enlace.

De acuerdo a lo mencionado por Olvera y Vasquez (2014) pueden definirse dos grandes grupos de hidrocarburos: saturados y no saturados. Cuando todas las valencias de los átomos de carbono se comparten con otros átomos, es saturado; cuando hay falta de hidrógeno es no saturado y se pueden compartir dos y hasta tres valencias entre un átomo de carbono con otro átomo. Los saturados y no saturado, se dividen a su vez en dos grupos importantes cada uno:

##### a) *Saturados.*

###### ▪ *Bases parafinas.*

Son las más ricas en hidrógeno, son saturadas y por tanto relativamente estables. Las parafinas comunes son líquidas, pero se pueden encontrar gaseosas o sólidas. La fórmula general es:



Las parafinas livianas dan buenos aceites para usos domésticos, pues no producen humo al quemarse y tienden a resistir el calor. Las parafinas más espesas contienen cristales blancos y blandos que cuando son aislados y refinados forman lo que se conoce como cera parafina. Se encuentran generalmente en Pensilvania, Oeste de Virginia y centro de Estados Unidos.

###### ▪ *Bases nafténicas.*

Ciclanos o ciclo alcanos, son saturados, lo que hace que sean resistentes a los cambios, incluyendo la oxidación. Son relativamente insolubles en ácido sulfúrico fuerte. Los más importantes son ciclo pentano y ciclohexano. La fórmula general es:  $C_nH_{2n}$ .

Los no saturados tienden a formar gomas, lacas y fangos, al unirse al oxígeno y separarse del carbono que es un enlace relativamente menos estable.

Generalmente contienen gran proporción de fracciones volátiles, se evaporan fácilmente. Se encuentran generalmente en Perú, California y en el Golfo de México.

Con respecto al crudo de petróleo, ningún crudo es realmente neto nafténico, asfáltico o parafínico en su composición química. Existen las Bases mixtas, que contienen proporciones de los otros tipos caracterizándose por la predominancia del compuesto en mayoría. Sin embargo,

ciertos crudos de Kansas, Oklahoma y Texas, tienen tan parejos los contenidos de nafta, parafinas y asfaltos que resulta imposible clasificarlos en una sola de estas clases.

**b) No saturados.**

Los no saturados tienen a formar gomas, lacas y fangos, al unirse al oxígeno y separarse del carbono que es un enlace relativamente menos estable.

▪ *Base olefinas.*

Son no saturados o insaturados y por lo que tienen deficiencia de hidrógeno, por lo que son muy reactivos y combinan fácilmente con el hidrógeno, oxígeno, cloro y azufre, esto causa que no se deseen altos porcentajes de olefinas en los combustibles, sin embargo, son apreciados en la manufactura de varios productos, entre ellos el plástico. La fórmula general es:  $C_nH_{2n}$

En este grupo se encuentran las asfálticas que contienen aparte de carbono e hidrogeno, gran cantidad de azufre. En la destilación avanzada o más completa rinden una cantidad relativamente alta de alquitrán y asfalto. Se pueden encontrar en México, Venezuela, California y el Caribe.

▪ *Base Aromáticos.*

Los aromáticos son no saturados, pero actúan como saturados. Son deseables en la gasolina, pues tienen altas propiedades antidetonantes. El nombre “aromáticos” surge por su olor característico. Algunos se usan en la producción del Trinitrotolueno (TNT), colorantes, plásticos, insecticidas, etc.

Hoy en día se ha limitado su concentración en los derivados por ser dañinos a la salud, son cancerígenos. La fórmula general es:  $C_nH_{2n-6}$ .

### **2.1.5. Fracciones de Hidrocarburos**

De acuerdo con la definición de Estándares de Calidad Ambiental (ECA) D.S. N° 002-2013-MINAN las fracciones de hidrocarburos se definen como:

Fracciones de hidrocarburos F1 o hidrocarburos fracción ligera, es la mezcla de hidrocarburos cuyas moléculas contengan entre cinco y diez átomos de carbono ( $C_5$  a  $C_{10}$ ). Estos hidrocarburos deben analizarse en mezcla de productos desconocidos derivados del petróleo, petróleo crudo, gasavión, gasolvente, gasolinas, gas nafta.

Fracciones de hidrocarburos F2 o hidrocarburos fracción media, es la mezcla de hidrocarburos cuyas moléculas contengan entre diez y ventiocho átomos de carbono ( $C_{10}$  a  $C_{28}$ ). Estos hidrocarburos de fracción media deben analizarse en; mezclas de productos desconocidos derivados del petróleo, petróleo crudo, gasóleo, diésel, turbosina, queroseno, mezcla de creosota, gasavión, gasolvente, gasolinas, gas nafta.

Fracciones de hidrocarburos F3 o hidrocarburos de fracción pesada, es la mezcla de hidrocarburos cuyas moléculas contengan entre ventiocho y cuarenta átomos de carbono ( $C_{28}$  a  $C_{40}$ ). Dichos hidrocarburos de fracción pesada deben ser analizados en mezcla de productos desconocidos derivados del petróleo, petróleo crudo, combustóleo, parafinas, petrolatos, aceites derivados del petróleo.

### **2.1.6. Contaminación de agua por hidrocarburos**

Según Prieto V. y Martínez A (1999) la contaminación del agua por hidrocarburos en los sistemas de almacenamiento, en las fuentes de abastecimiento subterráneo y superficial, así como en otros cuerpos de agua es un hecho que ocurre con relativa frecuencia. Este tipo de contaminación produce un cambio en las características organolépticas del agua que induce al rechazo de los consumidores, y su ingestión representa un riesgo para la salud; así mismo, el ecosistema puede sufrir afectaciones debidas al impacto negativo de estos contaminantes sobre sus diferentes componentes.

La contaminación puede presentarse de dos formas: puntuales y sistemáticas. Las primeras ocurren de manera fortuita en los cuerpos de agua donde generalmente no hay presencia de hidrocarburos.

Las segundas son habituales y caracterizan a aquellas aguas que son contaminadas por la actividad antrópica que en ellas se realiza.

De acuerdo con Velasquez (2017) existen aproximadamente 2.5 millones de lugares potencialmente contaminados en Europa, en México se reporta a la industria petrolera como una fuente importante de contaminación del suelo, actividades como la perforación, extracción, conducción y transformación del petróleo en zonas petroleras han originado la contaminación del suelo y el agua ocasionados por derrames, fugas, filtraciones, lodos y recortes de perforación.

Los hidrocarburos tienen a flotar en la superficie del agua debido a la diferencia de densidad, en los lagos, ríos y humedales bloquean la penetración de la luz y el intercambio de gases, dicho bloqueo facilita la solubilidad de materiales que afectan las poblaciones de plancton o microinvertebrados que habitan en el fondo de ríos o pantanos.

Dependiendo del peso molecular algunos componentes tóxicos y volátiles pueden ser eliminados por evaporación, o disolverse en el agua y degradarse, mientras que otros se pueden oxidar por radiación UV de luz solar o depositarse en los sedimentos. En todos los casos la fauna y flora de lugar es afectada.

Prieto y Martínez (1999) indica que las fuentes de contaminación pueden ser simples o múltiples, y pueden verter a los medios uno o varios componentes del petróleo. Afirma también que es de gran complejidad el estudio de este tipo de contaminantes, debido a los análisis empleados y la manera en que se proceda en la ejecución del estudio; la integración de estos factores determina su alcance, la eficiencia en el uso de los recursos y la ejecución de una intervención adecuada.

### 2.1.7. Punto de ebullición

El punto de ebullición es la temperatura a la cual la presión de vapor iguala a la presión atmosférica. A esta temperatura se forman burbujas de vapor en el interior del líquido. Las burbujas no se forman a una temperatura más baja porque la presión dentro de ellas (presión de vapor) es menor que la presión atmosférica y por lo tanto quedarían aplastadas. La presión de vapor del H<sub>2</sub>O es igual a 1,0 atm a 100°C. Esto es porque los 100°C se definieron como el punto de ebullición del agua. Sin embargo, éste es el punto de ebullición solo si la presión es de 1 atm. A altitudes por encima del nivel del mar la presión del aire es menor que 1,0 atm, de modo que el agua hierve a una temperatura más baja, según Cromer (2007).

Según Jaramillo (2007) cuando se calienta un líquido y alcanza una temperatura en la cual la presión del vapor se incrementa, se forman burbujas dentro del cuerpo líquido. Esta temperatura se llama punto de ebullición. Una vez que el líquido comience a hervir, la temperatura permanece constante hasta que todo el líquido se ha convertido a gas.

El punto de ebullición normal del agua es 100°C a una atmósfera de presión. La ebullición de un líquido se obtiene cuando la presión del vapor del gas que se escapa del líquido es igual a la presión ejercida en el líquido por sus alrededores, según lo muestra la siguiente figura:

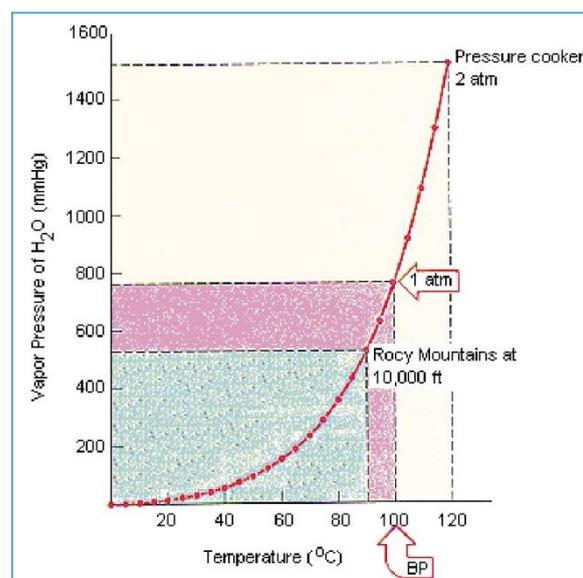


Figura 3. Punto de ebullición del agua en función de la presión de vapor.

Fuente: Universidad Nacional Autónoma de México. 2007

De acuerdo a la figura el punto de ebullición normal del agua es 100°C porque ésta es la temperatura a la cual la presión del vapor del agua es 760 mmHg, o 1 atmósfera. Es decir que, bajo condiciones normales, cuando la presión de la atmósfera es aproximadamente 760 mmHg, el agua tiene un punto de ebullición de 100°C. A 10,000 pies sobre nivel del mar, la presión de la atmósfera es solamente 526 mmHg.

### **2.1.8. Curva de destilación del verdadero punto de ebullición**

Según Luch (2011) al ser un crudo una mezcla de hidrocarburos, de diferentes puntos de ebullición, la manera más simple de procesamiento será su separación por destilación en cortes o fracciones de diferente intervalo de ebullición y de diferente aplicación.

La curva del verdadero punto de ebullición conocido como TBP por sus siglas en ingles True Boiling Point, en laboratorio representa el volumen de líquido recogido en función de la temperatura de destilación en una columna estándar predefinida, a presión atmosférica hasta unos 350 - 370°C, temperatura en la que en las condiciones descritas puede empezar a aparecer el craqueo térmico de las moléculas más pesadas.

### **2.1.9. Miscibilidad**

De acuerdo con Marín (2002) la miscibilidad es una propiedad que establece una condición de tensión interfacial igual a cero entre fluidos formándose con esto una fase homogénea a una presión y temperatura específicas. Si dos fluidos son altamente miscibles se necesita menos energía para que ellos formen una sola fase.

Según Wade (2006) la miscibilidad es una propiedad de las sustancias que se mezcla en todas las proporciones (es decir, se disuelven completamente en cada una de ellas a cualquier concentración), formando una solución homogénea. El término se aplica con mayor frecuencia a líquidos, pero también se aplica a sólidos y gases. El agua y el etanol son miscibles por que se mezclan en todas las proporciones.

Por el contrario, se dice que las sustancias son inmiscibles si una proporción significativa no forma una solución. De lo contrario, las sustancias se consideran miscibles. Por ejemplo, la butanona o

metiletilcetona es significativamente soluble en agua, pero estos dos disolventes no son miscibles porque no son solubles en todas las proporciones.

#### **2.1.10. Solubilidad**

Wilches, Ruiz y Hernández (2007) mencionan que la solubilidad de la mayoría de los compuestos disminuye cuando la temperatura baja, la solubilidad puede reducirse por el enfriamiento de la solución o por el cambio del solvente.

Es importante que la polaridad del solvente sea mayor que la del agua para que la solubilidad de los compuestos orgánicos no sea reducida.

Taborda (2013), define a la solubilidad de un soluto en un disolvente como la concentración que presenta una disolución saturada, es decir, que está en equilibrio con el soluto, sin disolver pues siempre habrá algunas moléculas o iones que pasen a la disolución.

Las sustancias se clasifican en:

Solubles: si su solubilidad es igual o mayor a 0,1 M.

Poco Solubles: si su solubilidad se sitúa entre 0,1 M y 0,001 M

Insolubles: si su solubilidad no llega a 0,001 M.

#### **2.1.11. Factores que afectan a la solubilidad**

Los factores que afectan la solubilidad son los siguientes; temperatura, momento dipolar, constante dieléctrica del disolvente, tamaño del ion y densidad de carga.

La temperatura: las disoluciones de sustancias sólidas son procesos endotérmicos y con aumento de entalpía. Al disolver una sustancia sólida se produce la ruptura de enlaces (energía reticular) que casi nunca se compensa por la energía de solvatación.

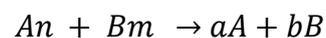
De acuerdo con Douglas, McDaniel & Alexander (1994) la energía de solvatación y la energía reticular son inversamente proporcionales a los radios iónicos. Las solubilidades de las sales aumentan generalmente cuando lo hace el tamaño de los cationes o aniones, presumiblemente debido a cambios de entropía más favorables en la solvatación y también, debido a efectos de polarización en algunos casos.

Según Taborda (2013) por otra parte la destrucción de la estructura ordenada del sólido y la nueva disposición de las moléculas de disolvente alrededor del soluto conllevan un aumento de entropía.

Los valores negativos de  $H$  y de  $S$  positivos favorecen la espontaneidad del sistema por tanto la solubilidad de la mayoría de sustancias aumenta con la temperatura. En cambio, en la disolución de líquidos o gases en líquidos no supone la destrucción de estructuras demasiado estables ni un aumento del desorden ni en muchos casos ruptura de enlaces.

La mayoría de los gases son más solubles a bajas temperaturas.

- Momento Dipolar: cuanto más parecido sea el momento dipolar del soluto y del disolvente, mayor solubilidad.
- Constante Dieléctrica del Disolvente: cuanto mayor sea la constante dieléctrica, la fuerza de atracción entre dos iones es más débil.
- Tamaño del Ion y densidad de Carga: La repulsión desestabiliza la red cristalina y se facilitará la dilución. Cuanto mayor es la densidad de carga más intensa serán las atracciones eléctricas y más difíciles la disolución. El campo iónico se mantiene en equilibrio entre la forma sólida y los iones en disolución.



A la constante de equilibrio se la denota constante del producto de solubilidad o también producto de solubilidad.

A continuación, se presenta la tabla de clasificación de Crudo de petróleo de acuerdo a su densidad.

Tabla 5:

*Clasificación de Crudos en función de su densidad*

Tipo de Crudo	Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	°API	Descripción
Muy pesado	>1.0	<10.0	Difícil transporte y difícil extracción, ideal para derivados.
Pesado	1.0 – 0.92	10.0 – 22.3	Fácil transporte y difícil extracción, ideal para combustibles y derivados
Medio	0.92 – 0.87	22.3 – 31.1	Fácil transporte y extracción, ideal para combustibles y derivados.
Ligero	0.87 – 0.83	31.1 – 39	Fácil transporte y extracción, ideal para refinar en combustibles y derivados.
Muy ligero	<0.83	>39	Buen productor de lubricantes y petroquímicos.

*Fuente:* Sociedad nacional de Minería Petróleo y energía

### **2.1.12. Influencia sobre el equilibrio de precipitación**

Según Bloomfield (2002) en el efecto del ion común, si en la disolución de un compuesto iónico poco soluble o insoluble se añade un segundo compuesto que tenga en común alguno de los iones del primer compuesto disminuye la solubilidad de este.

### **2.1.13. Proceso de precipitación**

Según Wilches, Ruiz y Hernández (2007) el producto ideal de un análisis gravimétrico debe ser insoluble, puro, de composición conocida, filtrable y constante. Las fracciones de hidrocarburos reúne dichas características, por lo que el análisis gravimétrico no conducirá a errores sistemáticos.

### **2.1.14. Método Gravimétrico**

Según Aldabe, Aramendía, Bonazzola y Laceu (2004) el análisis gravimétrico es uno de los más precisos y reproducibles métodos para la determinación cuantitativa de iones, elementos, o compuestos en cantidades mayores de 10 mg, aproximadamente. El principio del método es la conversión selectiva del analito, que puede ser sólido, líquido o gas, en un sólido y la medición de la masa del producto.

Él mismo menciona que Richards T., ganador del premio Nobel de Química en 1914, y sus colegas utilizaron el análisis gravimétrico de AgCl en extremo cuidado para determinar el peso atómico de Ag, Cl y N con exactitud de hasta seis cifras. Este trabajo de investigación constituyó la base de la determinación exacta de los pesos atómicos de muchos otros elementos.

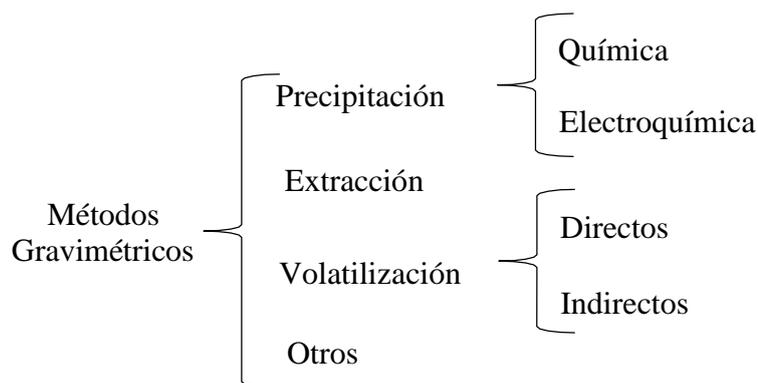
Según Wilches, Ruiz y Hernández (2007) el análisis por combustión, sirve para determinar el contenido de carbono e hidrogeno de compuestos orgánicos. La muestra se calienta en una atmosfera de Oxígeno y el producto parcialmente quemado se hace pasar a través de catalizadores (optativo) a temperatura elevada para completar la oxidación.

Según Harris (2007) el análisis gravimétrico se basa en la medida de la masa del producto, mediante la cual se calcula la cantidad del analito, la especie que se analiza, que hay en la muestra. De acuerdo con Alexeiev (1976) puede ser separado en forma elemental o de una combinación de composición conocida. Los métodos gravimétricos se dividen en dos grupos: 1) métodos de extracción por destilación y 2) métodos de precipitación. Harris (2017) indica que un análisis gravimétrico cuidadoso realizado por T. W. Richards y colaboradores, permitió determinar las masas atómicas de Ag, Cl y N con una exactitud de 6 cifras, lo cual fue acreedor de un Premio Nobel.

En combustión se permite determinar elementos traza en alimentos, una vez que se ha consumido la materia orgánica en un sistema cerrado, los productos y ceniza (material no quemado) se disuelven en ácido o base, y se determina su composición por espectrometría de plasma acoplado por inducción-espectrometría de masas.

Según Brown y Salle (1977) la precipitación es una operación que forma parte integrante de la mayoría de las determinaciones gravimétricas, en algunos casos el constituyente se puede separar por volatilización. La humedad de una muestra puede medirse por pérdida de peso que se obtiene al secarla, o bien se puede recoger y pesar el agua desprendida. No obstante, estos métodos por volatilización constituyen solo las excepciones entre los métodos gravimétricos.

Los métodos gravimétricos se suelen clasificar según el procedimiento empleado para llevar a cabo dicha etapa.



*Fuente:* Gonzales (2006).

El método de volatilización mide los componentes de la muestra que son o pueden ser volátiles. Principalmente se transforma el componente o componentes a determinar en un compuesto volátil que se elimina, pudiéndose recoger sobre un absorbente adecuado que se pesa (método directo) o se pesa el residuo obtenido, determinando por diferencia de peso el componente de interés (método indirecto) de acuerdo a lo declarado por Tejerina (2015).

En otras palabras, si se evapora el analito y se hace pasar a través de una sustancia absorbente que ha sido previamente pesada para que la ganancia de peso corresponda solo al analito buscado será directo, pero si se volatiliza el analito y se pesa el residuo posterior a la volatilización será indirecto, la pérdida de peso sufrida corresponderá al analito que se ha volatilizado.

La gravimetría por volatilización es un método con poca selectividad, debida a que frecuentemente se puede volatilizar total o parcialmente los otros componentes de la muestra y el analito de interés. En el presente trabajo de investigación, la selectividad está definida principalmente por la temperatura de ebullición de los componentes de la muestra.

Este método puede utilizarse si el analito es la única sustancia volátil o si el absorbente es selectivo para el analito. Para el caso de la investigación de interés, las muestras tienen la característica de ser volátiles.

La cuantificación se determina por:

- Pesada del recipiente donde se recoge el destilado.
- Pesada de la muestra antes y después de proceso de destilación.

### **2.1.15. Extracción con solventes**

De acuerdo con lo declarado por el EPA 542-F-96-019 (1996) la extracción con solventes consiste en usar un solvente el cual es capaz de disolver otra sustancia, para separar o retirar compuestos orgánicos de fangos residuales, sedimentos o tierra, agua, entre otros. La extracción con solventes no destruye los otros componentes, sino que los concentra para que sea más fácil retirarlos.

El proceso de extracción con solventes abarca cinco pasos:

- Preparación (clasificación del material a extraer)
- Extracción
- Separación de compuestos orgánicos concentrados del solvente
- Remoción del solvente residual
- Recuperación de los compuestos orgánicos, reciclaje o tratamiento ulterior.

Según Repetto M. y Repetto G. (2009) la separación o extracción de un compuesto presente en una muestra líquida se realiza con disolventes capaces de arrastrar aquel compuesto y de separarse de la muestra. La solubilidad de un producto es función de su polaridad, de forma que las sustancias polares se disuelvan en disolventes polares y las no polares se disuelvan en solventes apolares.

Según Repetto (1997) las extracciones pueden efectuarse por métodos líquido-líquido, líquido-sólido o sólido-líquido. En el caso de método líquido-líquido, se parte de una muestra líquida, que se agita en un embudo de decantación, o se trata en un extractor continuo líquido-líquido. Las operaciones de extracción se realizan mediante agitación o mediante calentamiento a reflujo. Se puede utilizar también la extracción en embudo o ampolla de decantación.

Los interferentes para el desarrollo del método pueden ser los disolventes, los reactivos, la cristalería, los materiales, entre otros. Todos los mencionados anteriormente deben estar libre de interferencias.

De acuerdo con el método EPA 3510 (1996) indica que el volumen de la muestra es generalmente de 1 Litro, a un pH específico, se extrae en serie con Cloruro de Metileno utilizando un embudo de separación.

Entre los interferentes se encuentran los pesticidas organoclorados, los cuales pueden dechlorar, los esteroides de ftalato pueden intercambiarse y los fenoles pueden reaccionar para formar taninos. Estas reacciones aumentan al aumentar el pH y disminuyen con los tiempos de reacción más cortos disponibles en el método 3510C-1. La recuperación de fenoles se realiza utilizando el método EPA 3520 y realizando la extracción inicial al pH ácido.

De acuerdo al procedimiento declarado en el EPA 3510 se indican los siguientes pasos:

- a) Se toma 1 L de muestra de agua con un cilindro graduado o botella de muestra. Si se anticipan altas concentraciones de analito, se puede tomar un volumen de muestra más pequeño y diluirlo a 1 L con agua reactiva libre de orgánicos, o las muestras se pueden recolectar en botellas de muestra más pequeñas y se puede usar la muestra completa.
- b) Se adiciona 1 mL de solución espín de sustitución en cada muestra, se mezcle bien.
- c) Para cada muestra se agrega 1 mL de estándar de puntas de matriz.
- d) Se comprueba el pH de la muestra con papel de pH de amplio rango y ajuste el pH, si lo requiere el método de lectura se puede ajustar el pH con ácido sulfúrico 1:1 o hidróxido de sodio 10 N.
- e) Se transfiere cuantitativamente la muestra del cilindro graduado (o botella de muestra) al embudo de separación. Adicionar 60 mL de Metileno para enjuagar el cilindro (o botella) y transferir este disolvente de enjuague al embudo de decantación. Si la muestra se transfirió directamente del frasco de muestra, volver a llenar el frasco hasta la marca hecha, con agua y luego medir el volumen de muestra que había en la botella.
- f) Se sella el embudo de separación y agitar vigorosamente durante 1 a 2 minutos con ventilación periódica para liberar el exceso de presión.

El Cloruro de Metileno crea una presión excesiva muy rápidamente; por lo tanto, la ventilación inicial debe realizarse inmediatamente después de que el embudo de separación se haya sellado

y agitado una vez. El embudo de separación se debe ventilar en una campana para evitar la exposición del analista a los vapores de solventes.

- g) Se debe permitir que la capa orgánica se separe de la fase acuosa durante un mínimo de 10 minutos. Si la interfaz de la emulsión entre capas es más de un tercio del tamaño de la capa de disolvente, el analista debe emplear técnicas mecánicas para completar la separación de fases. La técnica puede ser agitación, filtración de la emulsión a través de lana de vidrio, centrifugación u otro método físico. Recoger el extracto solvente en un matraz Erlenmeyer.

Si la emulsión no se puede romper (recuperación de 80% del Cloruro de Metileno, corregido por la solución en agua del Cloruro de Metileno) se transfiere la muestra, el disolvente y la emulsión a la cámara de extracción de un extractor continuo y procede como se describe en el método EPA3520. Extracción continua de líquido- líquido.

- h) Se debe repetir la extracción dos veces más usando porciones nuevas de solvente y se combina los tres extractos solventes.
- i) Se realiza la concentración del extracto solvente usando la técnica Kuderna-Danasa.

Como control de calidad se puede optar por un blanco de reactivo, picos de matriz o muestras duplicadas las cuales deben someterse exactamente a los mismos procedimientos analíticos que los utilizados en muestras reales.

#### **2.1.16. Fases de extracción**

De acuerdo a lo declarado por Baldiris A (2012) la extracción líquido-líquido es junto a la destilación, la operación básica más importante en la separación de mezclas homogéneas líquidas. Se busca separar una o varias sustancias disueltas en un disolvente mediante su transferencia a otro disolvente insoluble, o parcialmente insoluble.

En el contacto directo entre las dos fases líquidas se produce la transferencia de materia, una de las fases es dispersada en la otra para aumentar la superficie interfacial y aumentar el caudal de materia transferida.

En la extracción líquido-líquido se denomina:

- Alimentación: disolución cuyos componentes se pretende separar
- Disolvente de extracción: líquido que se va a utilizar para separar el componente deseado.
- Refinado: alimentación ya tratada.
- Extracto: disolución con el soluto recuperado.

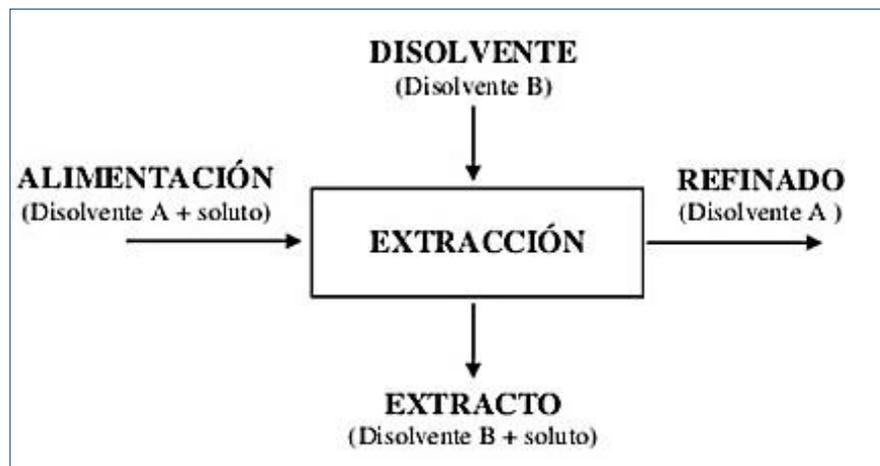


Figura 4. Esquema idealizado de una operación de extracción líquido-líquido.

Fuente: Universidad Autónoma de Madrid. 2011.

### 2.1.17. Cromatografía de Gases

La cromatografía de gases es una técnica analítica que permite separar mezclas de compuestos fácilmente volatilizables y térmicamente estables en sus componentes individuales según Linde (2001).

De acuerdo con Gomis (2008) en Cromatografía la muestra se volatiliza y se inyecta en la cabeza de la columna cromatográfica. La elución se produce por el flujo de una fase móvil de un gas inerte, y la fase móvil no interacciona con las moléculas del analito; su única función es la de transportar al analito a través de la columna.

Existen dos tipos de cromatografía:

Cromatografía gas – sólido, se basa en una fase estacionaria sólida en la cual se produce la retención de los analitos como consecuencia de la adsorción física.

Cromatografía gas – líquido, se basa en la distribución del analito entre una fase móvil gaseosa y una fase líquida inmovilizada sobre la superficie de un sólido inerte.

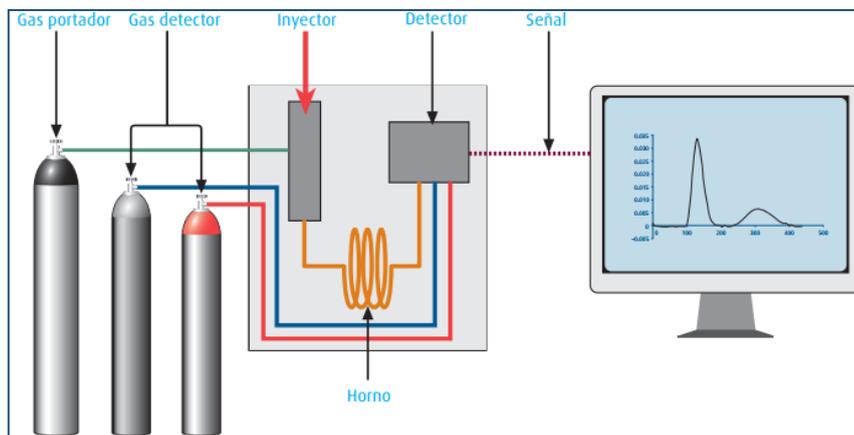


Figura 5. Elementos básicos de cromatografía de gases

Fuente: Linde 2001

De acuerdo a lo mencionado por Flores (2012) la cromatografía de gases con detector de ionización de llama (FID) cuenta con algunas de las siguientes ventajas. Así mismo presenta desventajas, las cuales con el método en cuestión quedaría eliminadas.

Tabla 6:

*Ventajas y desventajas de la cromatografía de gases*

Ventajas	Desventajas
Alta resolución, sensibilidad y reproducibilidad	Limitadas a muestras de bajo PM, volátiles y no termolábiles
Precisa bajas cantidades de muestra (~µg)	Alto costo de adquisición, consumibles y mantenimiento.
Bajo ruido de fondo (elevada relación señal/ruido).	Equipo complejo, requiere personal especializado.
Análisis rápidos	Destruye la muestra (la piroliza).

Fuente: Flores (2012)

## **CAPITULO III: Método**

### **3.1. Tipo de Investigación**

El presente trabajo de investigación se definió como una investigación de Tipo Investigación explicativo, experimental y cuantitativo, puesto que realiza una recolección de datos originales mediante el trabajo de laboratorio.

### **3.2. Ámbito Temporal y Espacial**

El estudio se encuentra enfocado a la situación presente de las aguas contaminadas por hidrocarburos, aguas que forman parte del ambiente que rodea los yacimientos petroleros y otras industrias del petróleo.

Desde los años 80 en el Perú, se reportan situaciones de contaminación en aguas naturales tales como el Lote 192 (antes llamado 1AB) y lote 8 de la amazonia peruana, derrames en el oleoducto Norperuano en el 2016, entre otros.

Así mismo las industrias del petróleo e industrias de derivados del petróleo eliminan aguas residuales, las cuales deben ser evaluadas para determinar el grado de concentración de hidrocarburos que contiene.

Actualmente el método usado para determinar el grado de concentración de hidrocarburos en aguas es el Método Cromatográfico, en la presente tesis se propone un método alternativo.

### **3.3. Variables**

En el presente trabajo para demostrar la validez de las hipótesis se usarán las siguientes variables:

#### **3.3.1. Variable dependiente:**

Determinación cuantitativa de fracciones de hidrocarburos por gravimetría

#### **3.3.2. Variables independientes:**

Miscibilidad de hidrocarburos y Punto de ebullición de hidrocarburos

### **3.4. Población y Muestra**

El muestreo de la población es realizado a 10 litros de muestra de agua potable, 10 litros de muestra de agua natural y 10 muestras de agua residual industrial; todas fraccionadas en un total de 10 frascos

por tipo de matriz, las muestras fueron compositadas en las instalaciones de un laboratorio de ensayo que realiza análisis de muestra ambientales, tales como agua, suelos, sedimentos, aire y emisiones.

### 3.5. Instrumentos

- Baño de agua capaz de calentar hasta una temperatura de 90 °C.
- Manta de calentamiento capaz de calentar hasta una temperatura mayor a 170 °C.
- Termocupla capaz de medir una temperatura mayor a 170 °C.
- Balanza analítica de capacidad máxima de 220 g y sensibilidad de 0.1 mg.
- Bomba de vacío de ¼ de caballo de fuerza.
- Aire acondicionado (T. menor o igual a 20°C).

### 3.6. Procedimientos

El diseño de investigación corresponde al experimental cuyo diagrama se elaboró en base al diseño propuesto por F. Kerlinger (1988), es el siguiente:

$$Mr = \frac{E1(xy) T E2 \quad (experimental)}{E3(xy) T E4 (Control)}$$

Dónde:

Mr: 10 Litros de muestra de agua potable.

10 Litros de muestra de agua natural.

10 Muestras de agua residual industrial.

E1, E3: En línea base se usó la investigación bibliográfica de los hidrocarburos totales de petróleos en el crudo, con la identificación se halló las propiedades físicas; tales como puntos de ebullición y grado de polaridad.

xy: Grupo experimental que consistió en un total de 10 muestras de cada matriz las cuales son agua potable, agua natural y agua residual industrial donde se aplicó el método para la obtención de fracciones de hidrocarburos de C<sub>5</sub> – C<sub>10</sub> y > C<sub>10</sub>, para determinar la exactitud de los resultados obtenidos.

\_xy: Grupo de control: Son los interferentes que afectan positiva o negativamente al resultado, este control se aplica a la totalidad de la población.

E2, E4: Es la aplicación de la técnica gravimétrica para cuantificar las fracciones de hidrocarburos  $C_5 - C_{10}$  y  $> C_{10}$ .

### 3.6.1. Reactivos

- Cloruro de metileno grado HPLC.
- Éter de petróleo
- Tolueno
- Benceno
- Cloroformo
- Cloruro de metileno
- Acetona
- Sulfato de sodio anhidro grado PA.
- Hexano grado PA.
- Hexadecano grado PA.
- Ácido esteárico grado PA.
- Agua desionizada.
- Papel filtro cuantitativo watman # 41.
- Materiales
- Soporte para peras de 2 litros.
- Peras de decantación de 2 litros de capacidad.
- Destilador de vidrio.
- Balones de destilación esmerilados.
- Probeta graduada de 1 litro de capacidad.
- Embudo de vidrio.
- Botellas ámbar de 1 litro de capacidad.

### **3.6.2. Toma de muestra**

Las muestras han sido tomadas de forma representativa, se hace uso de las siguientes técnicas:

- Agua potable

Se lavó el caño de metal con alcohol y flameo para eliminar los diferentes microorganismos (bacterias, hongos, mohos, etc).

Luego se dejó correr el agua por 10 minutos y se tomó 1L de muestra en las botellas de toma de muestra se codificó y almacenó en un cooler hasta el análisis.

- Agua natural

Se compositó las muestras de agua natural que llegaron al laboratorio ya analizadas, y se tomó 10 diferentes muestras representativas para el análisis respectivo.

- Agua residual industrial

Se compositó las muestras de agua residual industrial que llegaron al laboratorio, ya usadas por el laboratorio para su análisis mezclándolas en un balde de 20 L y luego separando en muestras representativas para su posterior análisis.

### **3.6.3. Almacenamiento y preservación de muestra**

Las consideraciones de almacenamiento de las muestras son a una temperatura menor a 6 °C, en envases de vidrio ámbar con tapas de teflón, el volumen de muestra es de 1 L en cada frasco.

### 3.6.4. Procedimiento experimental

El estudio se realizó dentro del marco de la investigación experimental, el mismo que consistió en determinar la concentración de fracciones de hidrocarburos  $C_5-C_{10}$  y  $> C_{10}$  en agua potable, natural y residual industrial, para lo cual se usó un solvente no polar de bajo punto de ebullición y la destilación en diferentes puntos de ebullición.

Este método describe un procedimiento para aislar compuestos orgánicos de muestras acuosas, el método describe técnicas de concentración adecuadas para preparar el extracto.

- *Efectividad del solvente.*

Para determinar la efectividad del solvente se realizaron pruebas 2 pruebas de recuperación para cada solvente. Se añadió 5 mL de cada solvente en una muestra enriquecida con 2 mL de Diesel (Densidad 0.832 g/mL); estos fueron Eter de petróleo, Tolueno, benceno, cloroformo, cloruro de metileno, acetona, los ensayos se determinaron por Cromatografía de gases. Como conclusión se obtuvo que la mayor recuperación se obtuvo del Cloruro Metileno

- *Determinación de hidrocarburos  $C_5 - C_{10}$  y  $C_{10}$  mayores.*

a) Las muestras se trabajan en un ambiente de temperatura controlada menor o igual a  $20^{\circ}\text{C}$  con una humedad menor a 80%, exento de luz solar.



*Figura 6.* Trasvase de muestras. Se aprecia un momento previo al transvase de muestras, a las Peras de decantación, las cuales se encuentran en un soporte de madera diseñado para el experimento. Las muestras son de agua residual, agua natural y agua potable.

- b) Se pesa 2 balones de destilación limpios y secos en la balanza analítica, se registra el peso inicial del balón N° 01 y N° 02 respectivamente.



*Figura 7.* Verificación de la balanza analítica antes de los pesos de muestras. se realiza la verificación de la balanza con una pesa patrón de 1.0001 g, para resultados más precisos los equipos como la balanza y la pesa han sido calibrados previamente.

- c) Para medir el volumen de muestra se marca el nivel en el envase a 1 L previamente o se mide el volumen de muestra en una probeta y se registras.
- d) Se trasvasa la totalidad de la muestra a la pera de decantación, se agrega 30 mL de Cloruro de Metileno al envase de muestra vacío. De la siguiente manera; cada 10 mL y agitación.



*Figura 8.* Trasvase de muestras de agua y Cloruro de Metileno a la pera de decantación. se observa la adición de la muestra a la pera de decantación, la cual debe estar previamente verificada de;

trazas contaminantes, correcto funcionamiento de llave y sello adecuado con tapas, entre otras consideraciones

- e) Se agita para disolver las trazas de hidrocarburos que se encuentran en el envase, esta solución se transfiere a la pera de decantación y se agita vigorosamente por 2 minutos.



*Figura 9.* Agitación de muestra con Cloruro de Metileno. Se observa la agitación vigorosa de la muestra, se realiza la liberación de aire, para evitar que la presión que aumenta se libere de forma no controlada. El uso de Equipo de Protección Personal tales como mascarilla, guantes, mandil son importante antes de trabajar con muestras y reactivos químicos.

- f) Se deja reposar por 10 minutos.
- g) Se trasvasa la solución acuosa a su envase inicial (de muestra) y la solución orgánica se trasvasa a un balón de destilación N° 02, el cual cuenta con un embudo de vidrio y papel filtro que contiene 10 g de sulfato de sodio anhidro.



*Figura 10:* Proceso de separación de fases. Se observa que la fase orgánica es recibida en el balón de destilación, es necesario el Sulfato de Sodio Anhidro para eliminar las trazas de agua en la fase acuosa. Las muestras son filtradas durante 10 minutos.

- h) Se repite el proceso de agitación y trasvase por 2 veces más.
- i) Se coloca el balón de destilación N° 01 en un baño de agua a una temperatura 36,1°C que se encuentra conectado al balón N° 02, que está en un baño de agua fría luego de finalizado la destilación.



*Figura 11.* Destilación de la fracción C<sub>5</sub> – C<sub>10</sub>. se realiza el calentamiento del Balón de destilación N°1 en un equipo Baño de agua, los gases de dicho recipiente son transportados al Balón de destilación N° 2, el cual presenta una temperatura baja, para que los gases descendan.

- j) Se retira el balón N° 02 y se coloca a un matraz esmerilado, se eleva la temperatura a 39°C hasta que finalice la destilación del cloruro de metileno.
- k) Se realiza un vacío por 1 minuto para eliminar la traza del solvente.
- l) Una vez recuperado el Cloruro de Metileno, se pasa el balón N° 01 a una manta de calentamiento, conectado al mismo sistema de destilación, conectado al balón N° 02.
- m) Se eleva la temperatura de la manta gradualmente a 170°C. Al finalizar la destilación, se realiza un segundo vacío por 1 minuto.



*Figura 12.* Destilación de la fracción > C<sub>10</sub>. se aprecia el Balón N° 1 (derecha) en una manta de calentamiento de hasta 170°C, al lado izquierdo se observa al Balón N° 2, con la función de recibir los gases transportados. Se observa un destilador de vidrio para mejorar el desempeño de transporte.

- n) Se deja enfriar y se retira los 2 balones de destilación.
- o) Se realiza el pesado de balones y se apunta cada valor.

- *Comparación por cromatografía de gases.*

Se método se ejecutó según metodología de EPA METHOD 8015 C Compuestos Orgánicos no halogenados por cromatografía de gases Rev.3. El equipo usado fue un Cromatógrafo de Gases Agilent, modelo 7890A GC LTM (Baja Masa Térmica), FID (Detector de Ionización de llama). Con verificación operacional vigente.

### 3.6.5. Cálculos para la determinación de la concentración

$$\text{mg Hidrocarburos C5 a C10 / L} = \frac{(W \text{ final balón 02} - W \text{ inicial balón 02}) \text{ g}}{\text{Volumen de muestra (mL)}} \times 10^6$$

$$\text{mg Hidrocarburos > C10 / L} = \frac{(W \text{ final balón 01} - W \text{ inicial balón 01}) \text{ g}}{\text{Volumen de muestra (mL)}} \times 10^6$$

### **3.6.6. Control de calidad**

Para el control de calidad se preparó muestras sintéticas con una concentración de 40 mg/L de fracción C<sub>5</sub> a C<sub>10</sub>, para lo cual se usó como estándar de control interno n-hexano y 40 mg/L de fracción de hidrocarburos de > C<sub>10</sub> para lo cual se usó una mezcla de estándares de control interno de n-hexadecano y ácido esteárico, para las adiciones de agua residual industrial se adiciono 4000 mg/L de n-hexano para la fracción C<sub>5</sub> a C<sub>10</sub> y 2000 mg/L de n-hexadecano para la fracción >C<sub>10</sub>.

A continuación, se presenta el diagrama de flujo del procedimiento experimental desarrollado en la presente tesis.

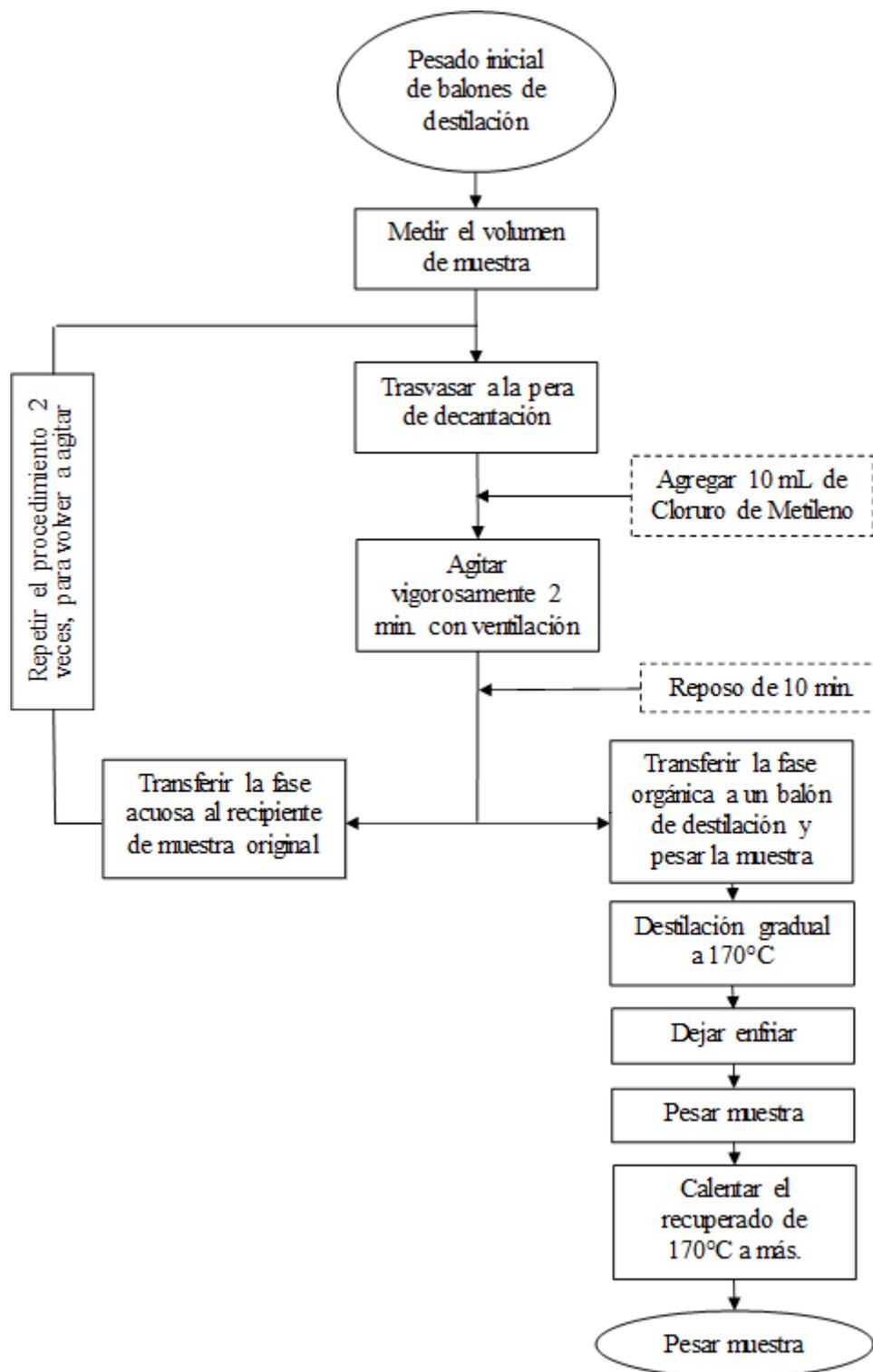


Figura 13: Diagrama de flujo del método de extracción de fracciones de hidrocarburos  $C_5 - C_{10}$  y  $> C_{10}$  en aguas.

Fuente: autoría propia

### **3.7. Análisis de datos**

Después de realizar los ensayos experimentales de cada una de las muestras, se obtienen datos.

Estos son analizados empleando procedimientos estadísticos tales como:

- Prueba de normalidad de Anderson Darling. Con esta prueba se determina la normalidad de los resultados.
- Análisis de la varianza, para determinar si en los datos obtenidos de la investigación existen o no variaciones significativas de las variables de interés.
- Gráfica de caja para discriminar los valores atípicos.
- Pruebas de T-Student de la muestra para determinar la veracidad de los resultados.
- Pruebas de precisión especificado en la ISO 5725 parte 02 (2005), para determinar el grado de concordancia de los resultados.

### 3.8. Comparación de Resultados

Se realizó la comparación de la efectividad metodología propuesta frente a una metodología estandarizada, la cual se describe a continuación.

#### 3.8.1. Productos analizados

El estudio se realizó en aceites lubricantes por su composición de hidrocarburos.



Figura 14: Aceites lubricantes utilizados para comparación de los métodos.

Fuente: autoría propia.

a) Aceite lubricante marca: Amalie

Composición:

- Destilado de petróleo, parafínico pesado, tratado con hidrógeno 72- 82%
- Aditivos varios 10-15 %
- Copolímeros Etileno-propileno 8-13%

b) Aceite lubricante marca: Defy

Composición:

- Base sintética de aceites y aditivos.
- Aceite mineral altamente refinado.
- Extracto de Dimetilsulfóxido 3%.

### 3.8.2. Proceso de análisis

- Las muestras se prepararon agregando 10 mL de cada uno de los aceites lubricantes; Amelie y Defy, en un 1 L de agua desionizada.
- Se mezcló vigorosamente para simular una muestra de agua contaminada por hidrocarburos.
- Se realizó una extracción de 3 muestras de acuerdo la metodología descrita a partir del ítem 3.6.4.d. hasta el ítem 3.6.4.h. Dos de estas muestras fueron analizadas por Cromatografía (Muestra A Amelie y Muestra B Defi) y la tercera por el Método Gravimétrico descrito en la presente tesis (Muestra C Amelie).
- Del Frasco A y B se obtuvo un extracto de los analitos de interés diluido en solución de Diclorometano.
- Se procedió a evaporar el Solvente Diclorometano (DCM) de las Muestras A y B hasta 5 mL de volumen en un vial de cromatografía.
- De acuerdo con las características de las muestras A y B para el método de Cromatografía se realizó una dilución de 1 mL de muestra en 100 mL de DCM, de acuerdo al siguiente diagrama:

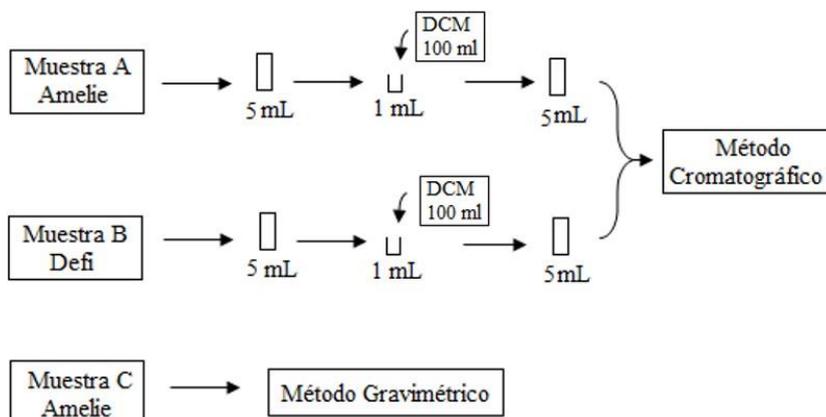


Figura 15. Proceso de análisis de comparación de resultados.

Fuente: Autoría propia

## **CAPITULO IV. Resultados**

### **4.1. Condiciones Fisicoquímicas**

#### **4.1.1. Toma de muestra.**

La toma de muestra debe realizarse de manera inmediata, evitando en lo posible exponer la muestra durante mucho tiempo para evitar la pérdida de gases de hidrocarburos.

La muestra debe estar libre de luz solar, para evitar la actividad de organismos fotoautotrofos o fotosintetizadores que pueden cambiar las condiciones de la muestra alterando su pH.

#### **4.1.2. Almacenamiento y preservación de muestra.**

Las consideraciones de almacenamiento de las muestras son a una temperatura menor a 6°C, para evitar que los hidrocarburos volátiles se pierdan fácilmente, en envases de vidrio ámbar con tapas de teflón, el volumen de muestra es de 1 L en cada frasco. La muestra no requiere de preservación, debido a que se busca ver el efecto de la muestra en su estado normal.

#### **4.1.3. Pesado de muestra.**

Se debe procurar mantener las condiciones de precisión y veracidad en todas las fases del proceso, para lo cual se ha optado por trabajar con equipos con trazabilidad metrológica al Sistema Internacional. Las condiciones ambientales son las recomendadas por el proveedor de la Balanza analítica (T. 20 a 25°C y H. menor a 80%).

#### **4.1.4. Extracción de analito**

La agitación es una actividad crítica para la recuperación del extracto, esta debe ser continua y homogénea. Las peras de detención deben estar libres de impurezas, para lo cual se debe tener las siguientes consideraciones:

- Lavar los materiales (peras, vasos, balones, entre otros) con detergente y enjuagar con abundante agua.
- Enjuagar con Ácido Clorhídrico 1:1, para eliminar los residuos del detergente.
- Enjuagar con agua desionizada, para eliminar los residuos del ácido.
- Enjuagar con Alcohol, para una mejor evaporación de agua desionizada.

- Enjuagar con el solvente a emplear.

#### **4.1.5. Instalaciones y uso de equipos**

Los equipos deben estar en correcto funcionamiento, deben haberse verificado sus condiciones de uso y resultados.

#### **4.1.6. Disposición de muestra**

La muestra analizada es regresada a su frasco de origen, en caso se obtenga más residuos derivados de la actividad, estos deben ser tratados como residuos peligrosos.

#### **4.2. Efectividad del solvente**

Los hidrocarburos presentan como característica ser apolares, por lo que, se realizaron pruebas con los solventes más apolares del mercado tales como;

- Éter de petróleo.
- Tolueno
- Benceno
- Cloroformo
- Cloruro de metileno
- Acetona

En dicha prueba se obtuvo que el Cloruro de Metileno es el más efectivo para el arrastre de solución orgánica de hidrocarburos.

Para determinar la efectividad del solvente se realizaron pruebas de recuperación, que consiste en; añadir 5 mL de cada solvente en una muestra enriquecida con 2 mL de Diesel (Densidad 0.832 g/mL). Los extractos recuperados, luego de la agitación fueron pesados para determinar con cual solvente obtuvo mejor desempeño (7 ml en total).

A continuación, se presentan los resultados de efectividad de los solventes.

Tabla 7:

*Efectividad de los solventes*

SOLVENTE	Densidad (g/mL)	Prueba 1 (g)	Prueba 2 (g)	Promedio	Recuperación (%)
Éter de petróleo	0.640	4.0668	4.0932	4.0800	85
Tolueno	0.865	4.2789	4.2531	4.2660	72
Benceno	0.874	3.9154	3.8456	3.8805	65
Cloroformo	1.492	6.6764	6.7324	6.7044	74
Cloruro de metileno	1.325	7.6017	7.5323	7.5670	92
Acetona	0.791	3.7095	3.7342	3.7219	67

*Fuente:* Autoría propia.

Se obtiene que el porcentaje de recuperación más alto es el del Cloruro de Metileno, lo que demuestra que es el solvente más efectivo para el arrastre de hidrocarburos.

#### **4.3. Precisión y Veracidad de Resultados**

Del procedimiento diseñado para la “Determinación de fracciones de hidrocarburos por método gravimétrico en agua potable, natural y residual industrial” se presentan los siguientes resultados.

Nota: Cabe mencionar que para las muestras de agua potable se realizaron adiciones de aproximadamente 0.3 mg/L, para el caso de agua natural 0.5 mg/L.

#### 4.3.1. Resultados en matrices agua potable, natural y residual industrial en dos fracciones de hidrocarburos.

Tabla 8:

*Resultados de fracciones de hidrocarburos C<sub>5</sub>– C<sub>10</sub> y > C<sub>10</sub> en matriz agua potable.*

Código de muestra	Concentraciones	
	mg/L de C <sub>5</sub> - C <sub>10</sub>	mg/L de > C <sub>10</sub>
AP.1	0,3030	0,3030
AP.2	0,2970	0,2970
AP.3	0,3922	0,2941
AP.4	0,3125	0,3125
AP.5	0,3158	0,3158
AP.6	0,4124	0,3093
AP.7	0,4082	0,2041
AP.8	0,2913	0,2913
AP.9	0,4762	0,2857
AP.10	0,4000	0,3000
Promedio	0,3608	0,2913
Desviación estándar	0,0644	0,0321

*Fuente:* Autoría propia.

*Nota:* Para más detalle ver tabla 12 y 13.

Tabla 9:

*Fracciones de hidrocarburos C<sub>5</sub>– C<sub>10</sub> y > C<sub>10</sub> en matriz agua natural*

Código de muestra	Concentraciones	
	mg/L de C5 - C10	mg/L de > C10
AN.1	0,4211	0,4211
AN.2	0,5000	0,5000
AN.3	0,4762	0,4762
AN.4	0,5155	0,5155
AN.5	0,4082	0,5102
AN.6	0,3960	0,4950
AN.7	0,4902	0,5882
AN.8	0,4082	0,4082
AN.9	0,4040	0,4040
AN.10	0,5051	0,5051
Promedio	0,4524	0,4823
Desviación estándar	0,0488	0,0573

*Fuente:* Autoría propia.

Nota: Para más detalle ver tabla 14 y 15.

Tabla 10:

*Fracciones de hidrocarburos C<sub>5</sub>– C<sub>10</sub> y > C<sub>10</sub> en matriz agua residual industrial.*

Código de muestra	mg/L de C <sub>5</sub> - C <sub>10</sub> + 4000 mg/L n-hexano	mg/L de > C <sub>10</sub> + 2000 mg/L de n-hexadecano
ARI.1	3968,9689	1965,6254
ARI.2	4113,6566	1995,6122
ARI.3	4069,8720	1951,6832
ARI.4	3815,8857	1898,0583
ARI.5	3907,2221	2019,5098
ARI.6	4063,2750	1955,7000
ARI.7	4237,7000	2037,2917
ARI.8	4190,7090	2016,4948
ARI.9	3929,1867	1898,9320
ARI.10	3901,4019	1882,3077
Promedio	4019,7878	1964,0640
Desviación estándar	137,0175	55,9042

*Fuente:* Autoría propia.

Nota: Para más detalle ver tabla 16 y 17.

Tabla 11:

*Fracciones de hidrocarburos C<sub>5</sub>– C<sub>10</sub> y > C<sub>10</sub> para Muestra Control Interno (MCI)*

Código de muestra	Concentraciones	
	mg/L de C <sub>5</sub> - C <sub>10</sub>	mg/L de > C <sub>10</sub>
MCB.1	37,9208	40,5941
MCB.2	41,5789	40,7368
MCB.3	38,8776	37,7551
MCB.4	40,5208	38,9583
MCB.5	38,1818	40,6061
MCB.6	37,0000	37,0000
MCB.7	35,9804	36,8627
MCB.8	40,2062	39,5876
MCB.9	38,3495	35,9223
MCB.10	41,0417	41,0417
Promedio	38,9658	38,9065
Desviación estándar	1,8247	1,8902

*Fuente:* Autoría propia.

A continuación, se presentan los detalles de tablas 8, 9 y 10.

Tabla 12:

*Resultados de fracción C<sub>5</sub>– C<sub>10</sub> para agua potable*

Código de muestra	Volumen de muestra	Código de balón	Peso inicial (g)	Peso final 1 (g)	Peso final 2 (g)	Concentraciones mg/L de C <sub>5</sub> - C <sub>10</sub>
AP.1	990	181	61,0252	61,0254	61,0255	0,3030
AP.2	1010	3	70,8344	70,8348	70,8347	0,2970
AP.3	1020	150	70,3646	70,3652	70,3650	0,3922
AP.4	960	310	96,5850	96,5855	96,5853	0,3125
AP.5	950	1	94,0116	94,0122	94,0119	0,3158
AP.6	970	4	75,1272	75,1277	75,1276	0,4124
AP.7	980	46	79,8561	79,8566	79,8565	0,4082
AP.8	1030	13	66,0821	66,0828	66,0824	0,2913
AP.9	1050	19	62,0312	62,0317	62,0317	0,4762
AP.10	1000	6	59,4125	59,4128	59,4129	0,4000

*Fuente:* Autoría propia.

Tabla 13:

*Resultados de fracción > C<sub>10</sub> para agua potable*

Código de muestra	Volumen de muestra	Código de balón	Peso inicial (g)	Peso final 1 (g)	Peso final 2 (g)	Concentraciones mg/L de > C <sub>10</sub>
AP.1	990	213	68,4021	68,4022	68,4024	0,3030
AP.2	1010	202	70,9648	70,9652	70,9651	0,2970
AP.3	1020	200	61,2312	61,2315	61,2315	0,2941
AP.4	960	201	85,4187	85,4191	85,419	0,3125
AP.5	950	52	96,0021	96,0021	96,0024	0,3158
AP.6	970	65	46,8545	46,8548	46,8548	0,3093
AP.7	980	76	58,4875	58,4878	58,4877	0,2041
AP.8	1030	79	82,0231	82,0235	82,0234	0,2913
AP.9	1050	42	75,1254	75,1256	75,1257	0,2857
AP.10	1000	43	69,8264	69,8267	69,8267	0,3000

*Fuente:* Autoría propia.

Tabla 14:

*Resultados de fracción C<sub>5</sub> – C<sub>10</sub> para agua natural*

Código de muestra	Volumen de muestra	Código de balón	Peso inicial (g)	Peso final 1 (g)	Peso final 2 (g)	Concentraciones mg/L de C <sub>5</sub> - C <sub>10</sub>
AN.1	950	13	66,1242	66,1246	66,1246	0,4211
AN.2	1000	21	68,4510	68,4515	68,4515	0,5000
AN.3	1050	19	76,1231	76,1236	76,1236	0,4762
AN.4	970	45	76,0031	76,0038	76,0036	0,5155
AN.5	980	72	79,8541	79,8545	79,8545	0,4082
AN.6	1010	18	81,6352	81,6357	81,6356	0,3960
AN.7	1020	96	71,0897	71,0902	71,0902	0,4902
AN.8	980	68	58,4793	58,4799	58,4797	0,4082
AN.9	990	74	61,7891	61,7897	61,7895	0,4040
AN.10	990	23	63,5418	63,5426	63,5423	0,5051

*Fuente:* Autoría propia.

Tabla 15:

*Resultados de fracción > C<sub>10</sub> para agua natural*

Código de muestra	Volumen de muestra	Código de balón	Peso inicial (g)	Peso final 1 (g)	Peso final 2 (g)	Concentraciones mg/L de > C <sub>10</sub>
AN.1	950	31	96,1745	96,1749	96,1749	0,4211
AN.2	1000	25	79,4151	79,4157	79,4156	0,5000
AN.3	1050	68	88,8316	88,8323	88,8321	0,4762
AN.4	970	44	84,5738	84,5744	84,5743	0,5155
AN.5	980	11	59,4187	59,4193	59,4192	0,5102
AN.6	1010	48	69,7412	69,7418	69,7417	0,4950
AN.7	1020	79	105,6451	105,6459	105,6457	0,5882
AN.8	980	86	65,4155	65,4159	65,4159	0,4082
AN.9	990	89	63,1000	63,1004	63,1004	0,4040
AN.10	990	714	71,1384	71,1391	71,1389	0,5051

*Fuente:* Autoría propia.

Tabla 16:

*Resultados de fracción C<sub>5</sub> – C<sub>10</sub> para muestra adicionada, matriz agua residual industrial*

Código de muestra	Volumen de muestra	Código de balón	Peso inicial (g)	Peso final 1 (g)	Peso final 2 (g)	Concentraciones		
						mg/L de C <sub>5</sub> - C <sub>10</sub> + 4000 mg/L n-hexano	mg/L de C <sub>5</sub> - C <sub>10</sub> sin adición	mg/L de C <sub>5</sub> - C <sub>10</sub> n-hexano
ARI.1	990	142	76,469 8	80,547 8	80,548 0	4119,393 9		3968,968 9
ARI.2	980	206	61,595 1	65,774 1	65,773 9	4264,081 6		4113,656 6
ARI.3	1010	210	62,178 2	66,440 9	66,440 7	4220,297 0		4069,872 0
ARI.4	1030	251	75,127 9	79,213 3	79,213 2	3966,310 7		3815,885 7
ARI.5	1020	102	71,259 2	75,398 2	75,398 0	4057,647 1	150,4250	3907,222 1
ARI.6	1000	112	77,930 8	82,144 9	82,144 5	4213,700 0		4063,275 0
ARI.7	960	116	89,412 4	93,625 1	93,625 0	4388,125 0		4237,700 0
ARI.8	970	118	91,230 1	95,441 2	95,441 0	4341,134 0		4190,709 0
ARI.9	1030	135	85,421 5	89,623 6	89,623 5	4079,611 7		3929,186 7
ARI.10	1040	145	83,145 1	87,359 1	87,359 0	4051,826 9		3901,401 9

Fuente: Autoría propia.

Tabla 17:

*Resultados de fracción > C<sub>10</sub> para muestra adicionada, matriz agua residual industrial*

Código de muestra	Volumen de muestra	Código de balón	Peso inicial (g)	Peso final 1 (g)	Peso final 2 (g)	Concentraciones		
						mg/L de > C <sub>10</sub> + 2000 mg/L de n-hexadecano	mg/L de C <sub>5</sub> - C <sub>10</sub> sin adición	mg/L de C <sub>5</sub> - C <sub>10</sub> n-hexadecano
ARI.1	990	163	79,4858	81,4511	81,451	1985,0505		1965,6254
ARI.2	980	164	94,7538	96,7097	96,7095	1995,6122		1995,6122
ARI.3	1010	168	95,1081	97,079	97,0793	1951,6832		1951,6832
ARI.4	1030	169	96,584	98,5392	98,539	1898,0583		1898,0583
ARI.5	1020	160	108,1733	110,2335	110,2332	2019,5098	19,425	2019,5098
ARI.6	1000	230	94,0169	95,9724	95,9726	1955,7000	1	1955,7000
ARI.7	960	241	85,6121	85,5679	87,5679	2037,2917		2037,2917
ARI.8	970	238	89,7451	91,7012	91,7011	2016,4948		2016,4948
ARI.9	1030	172	102,4512	104,4075	104,4071	1898,9320		1898,9320
ARI.10	1040	178	87,8845	89,8425	89,8421	1882,3077		1882,3077

*Fuente:* Autoría propia.

De las tablas 8, 9 y 10 se obtuvo resultado para dos fracciones de hidrocarburos; C<sub>5</sub> - C<sub>10</sub> y > C<sub>10</sub>. Para las muestras de agua residual industrial se agregó n-hexano y n-hexadecano con el fin de comprobar la cuantificación, los valores obtenidos coinciden con lo esperado.

#### 4.3.2. Resultados del Material de Control interno en dos fracciones de hidrocarburos.

Tabla 18:

*Resultados de MCI para fracción de hidrocarburos C<sub>5</sub> – C<sub>10</sub> en agua desionizada.*

Código de muestra	Volumen de muestra	Código de balón	Peso inicial (g)	Peso final 1 (g)	Peso final 2 (g)	Concentraciones mg/L de C <sub>5</sub> - C <sub>10</sub>
MCB.1	1010	202	70,9648	71,0051	71,0031	37,9208
MCB.2	950	213	68,4021	68,4415	68,4416	41,5789
MCB.3	980	201	85,4187	85,4569	85,4568	38,8776
MCB.4	960	52	96,0021	96,0408	96,0410	40,5208
MCB.5	990	200	61,2312	61,2691	61,269	38,1818
MCB.6	1000	79	82,0231	82,06	82,0601	37,0000
MCB.7	1020	65	46,8545	46,8913	46,8912	35,9804
MCB.8	970	43	69,8264	69,8655	69,8654	40,2062
MCB.9	1030	241	85,6121	85,6518	85,6516	38,3495
MCB.10	960	42	75,1254	75,1649	75,1648	41,0417

*Fuente:* Autoría propia.

Tabla 19:

*Resultados de MCI para fracción de hidrocarburos > C<sub>10</sub> en agua desionizada.*

Código de muestra	Volumen de muestra	Código de balón	Peso inicial (g)	Peso final 1 (g)	Peso final 2 (g)	Concentraciones mg/L de > C <sub>10</sub>
MCB.1	1010	206	61,5951	61,6361	61,6361	40,5941
MCB.2	950	172	102,4512	102,4896	102,4899	40,7368
MCB.3	980	112	77,9308	77,9678	77,9678	37,7551
MCB.4	960	76	58,4875	58,5251	58,5249	38,9583
MCB.5	990	160	108,1733	108,2136	108,2135	40,6061
MCB.6	1000	210	62,1782	62,2155	62,2152	37,0000
MCB.7	1020	102	71,2592	71,297	71,2968	36,8627
MCB.8	970	135	85,4215	85,4596	85,4599	39,5876
MCB.9	1030	116	89,4124	89,4496	89,4494	35,9223
MCB.10	960	163	79,4858	79,5248	79,5252	41,0417

*Fuente:* Autoría propia.

De las tablas 18 y 19 se obtuvo resultado de la recuperación del Material de Control Interno, se agregó 40 mg/L de n-hexano que representa la fracción F1 y n-hexadecano que representa la fracción F2/F3, los resultados obtenidos indica que la recuperación cuantitativa es efectiva.

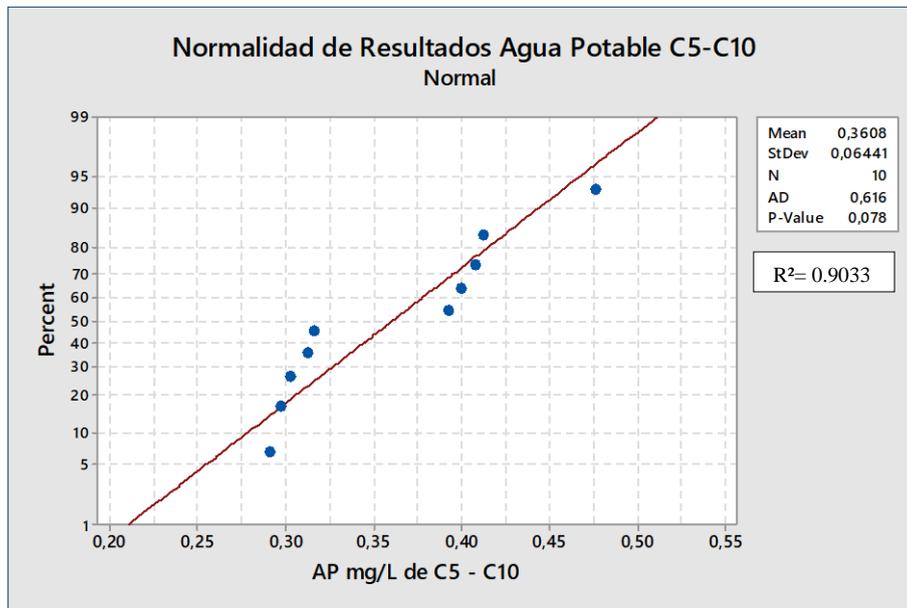
### 4.3.3. Pruebas de normalidad “Anderson Darling” de los datos obtenidos

Ho: Los valores presentan normalidad

Ha: Los valores no presentar normalidad.

Tabla 20:

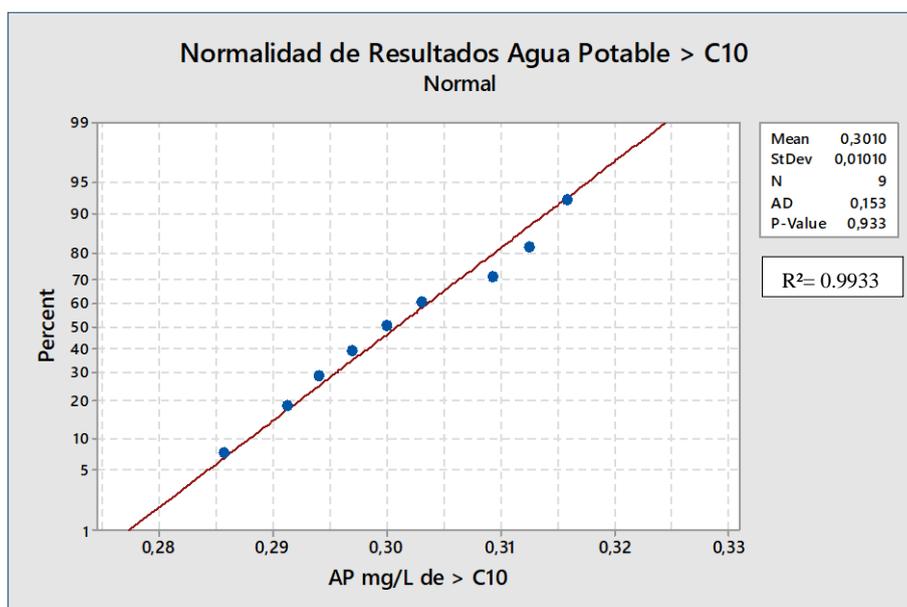
*Normalidad de resultados agua potable C5-C10*



Fuente: Autoría propia.

Tabla 21:

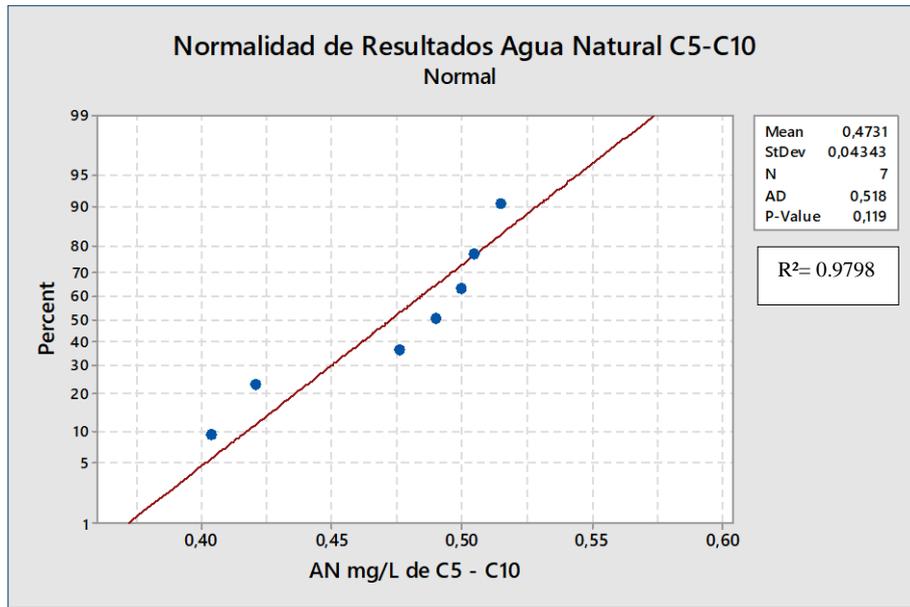
*Normalidad de resultados agua potable > C10*



Fuente: Autoría propia.

Tabla 22:

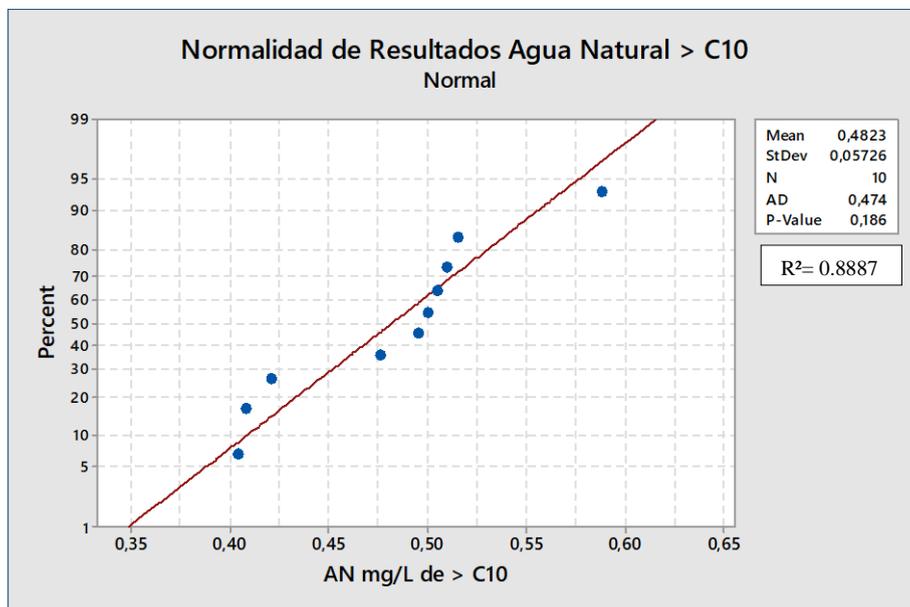
*Normalidad de resultados agua natural C5-C10*



*Fuente: Autoría propia.*

Tabla 23:

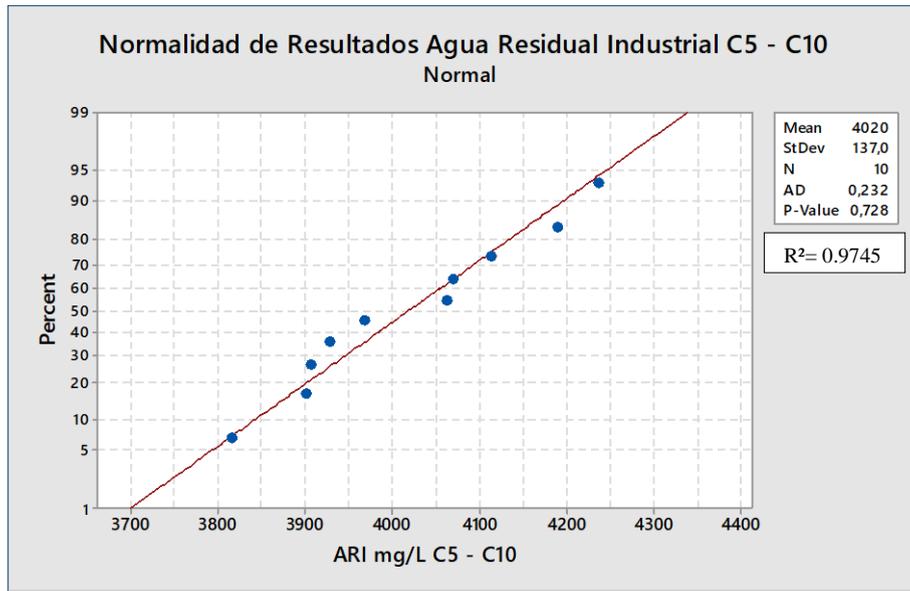
*Normalidad de resultados agua natural > C10*



*Fuente: Autoría propia.*

Tabla 24:

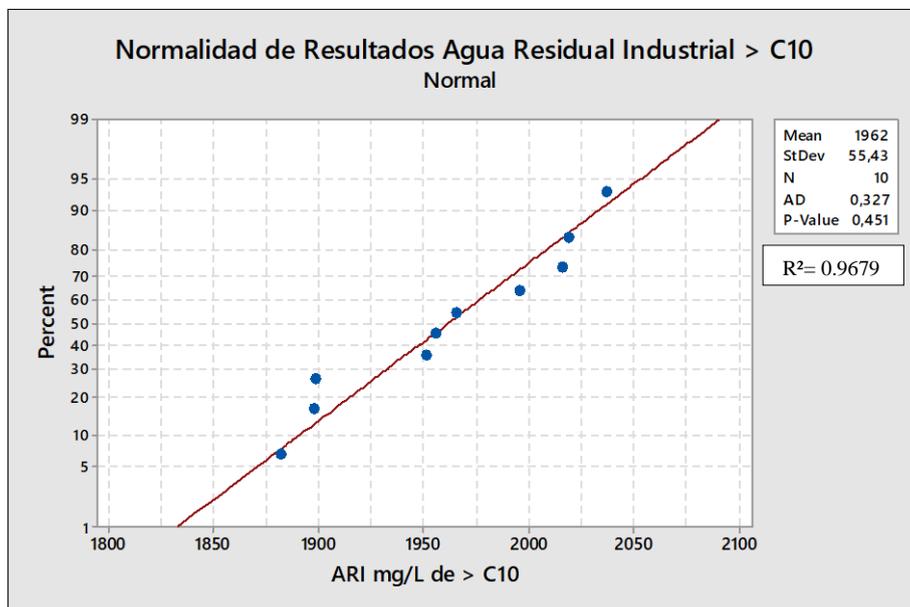
Normalidad de resultados agua residual industrial C<sub>5</sub>-C<sub>10</sub>



Fuente: Autoría propia.

Tabla 25:

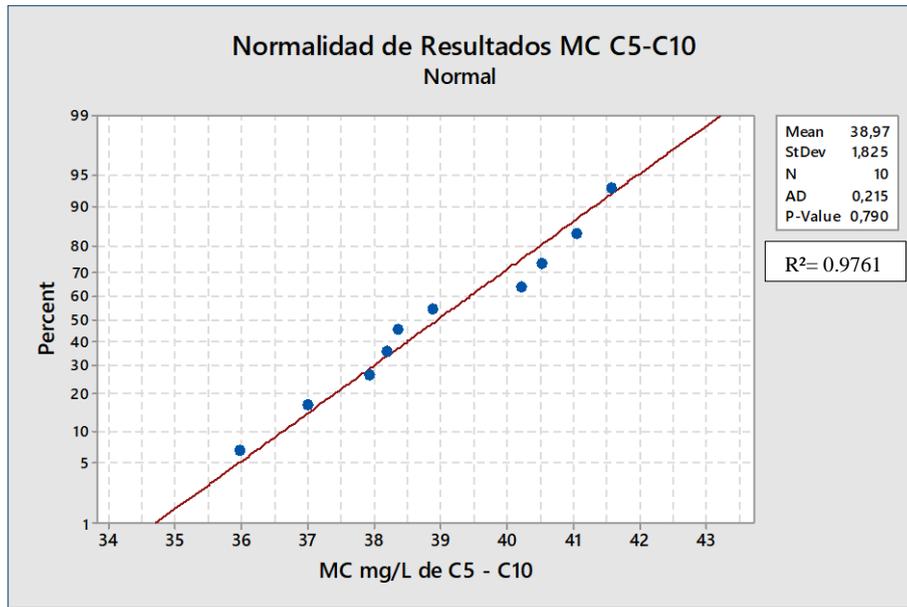
Normalidad de resultados agua residual industrial > C<sub>10</sub>



Fuente: Autoría propia.

Tabla 26:

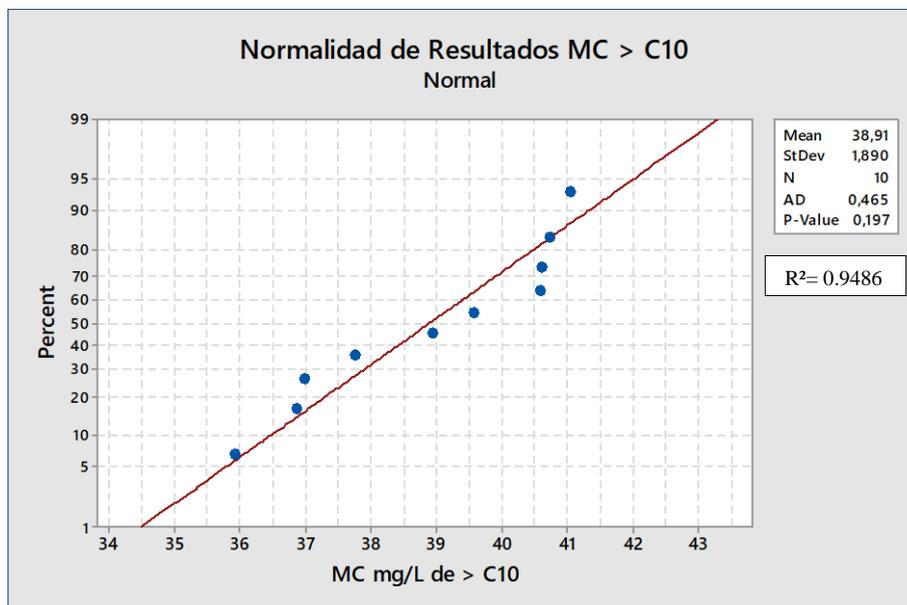
Normalidad de resultados MCI C<sub>5</sub>-C<sub>10</sub>



Fuente: Autoría propia.

Tabla 27:

Normalidad de resultados MCI > C<sub>10</sub>



Fuente: Autoría propia.

Tabla 28:

*Prueba de normalidad. Resumen valores P-value*

Matriz		Fracciones	Valor de P-Value
AP		$C_5-C_{10}$	0.078
AP	>	$C_{10}$	0.933
AN		$C_5-C_{10}$	0.119
AN	>	$C_{10}$	0.186
ARI		$C_5-C_{10}$	0.728
ARI	>	$C_{10}$	0.451
MCI		$C_5-C_{10}$	0.790
MCI	>	$C_{10}$	0.197

*Fuente:* Autoría propia.

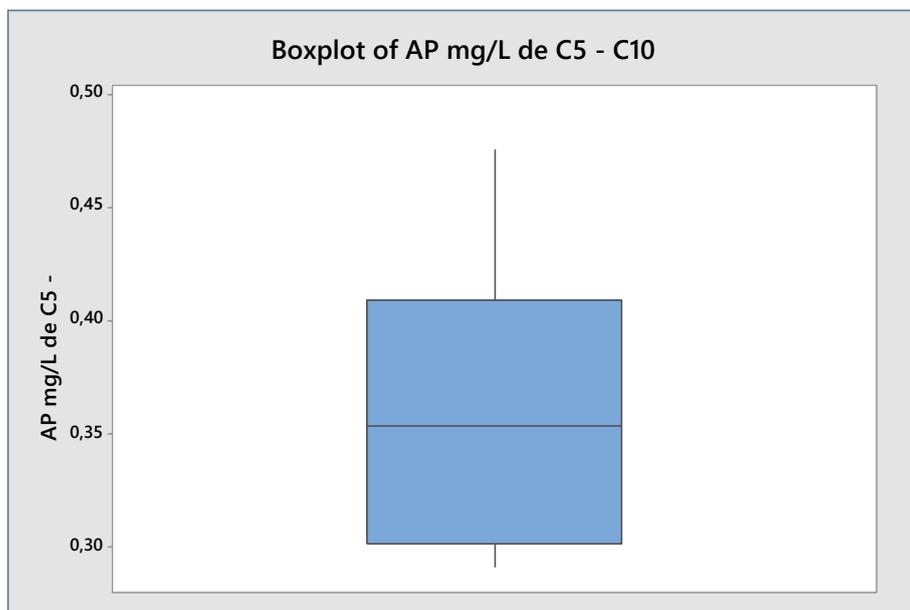
De acuerdo a la Hipótesis Nula planteada para la evaluación estadística, los valores obtenidos presentan normalidad puesto que los valores P-Value son mayores a 0.05

.

#### 4.3.4. Prueba de valores atípicos en los datos obtenidos.

Tabla 29:

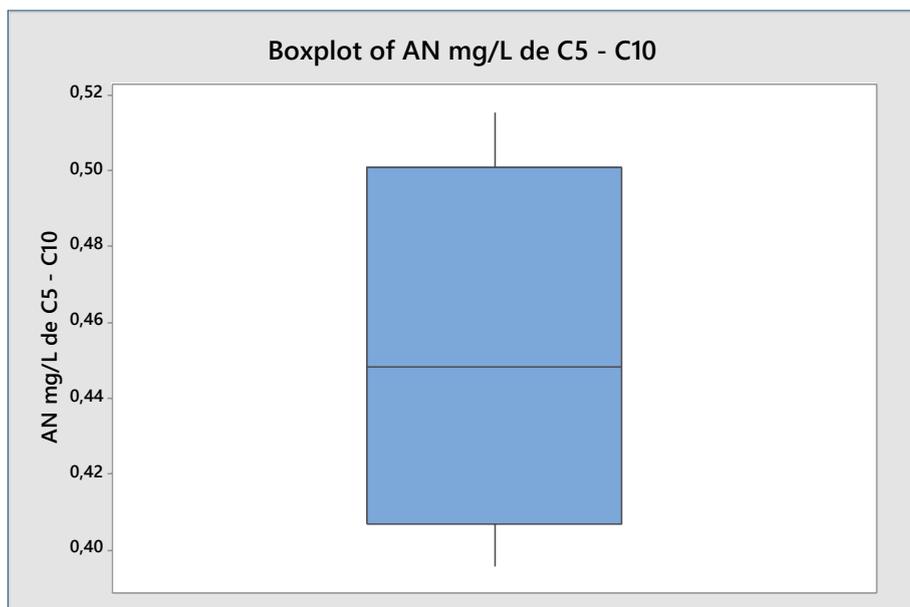
*Grafica de valores atípicos agua potable C<sub>5</sub>-C<sub>10</sub>*



*Fuente: Autoría propia.*

Tabla 30:

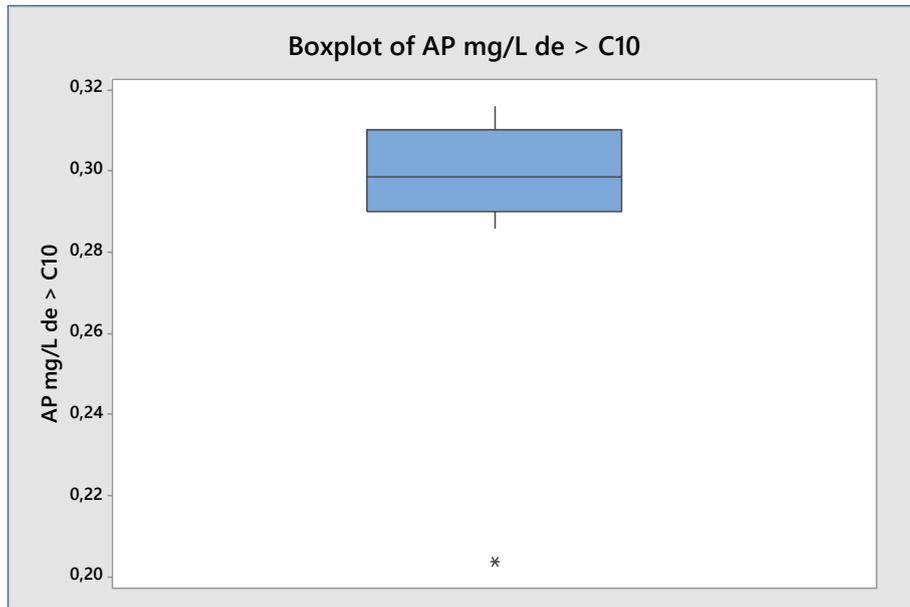
*Grafica de valores atípicos agua potable > C<sub>10</sub>*



*Fuente: Autoría propia.*

Tabla 31:

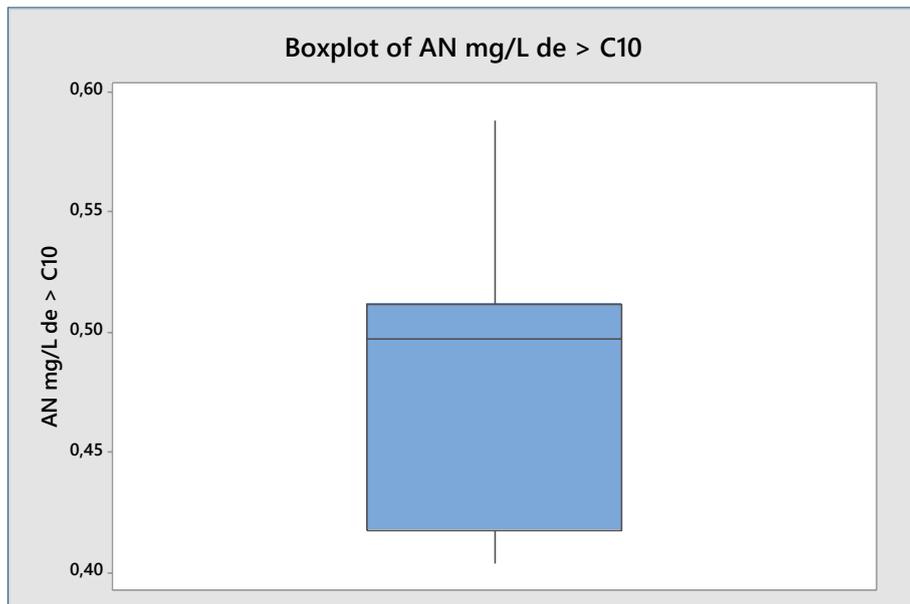
Grafica de valores atípicos agua natural C<sub>5</sub>-C<sub>10</sub>



Fuente: Autoría propia.

Tabla 32:

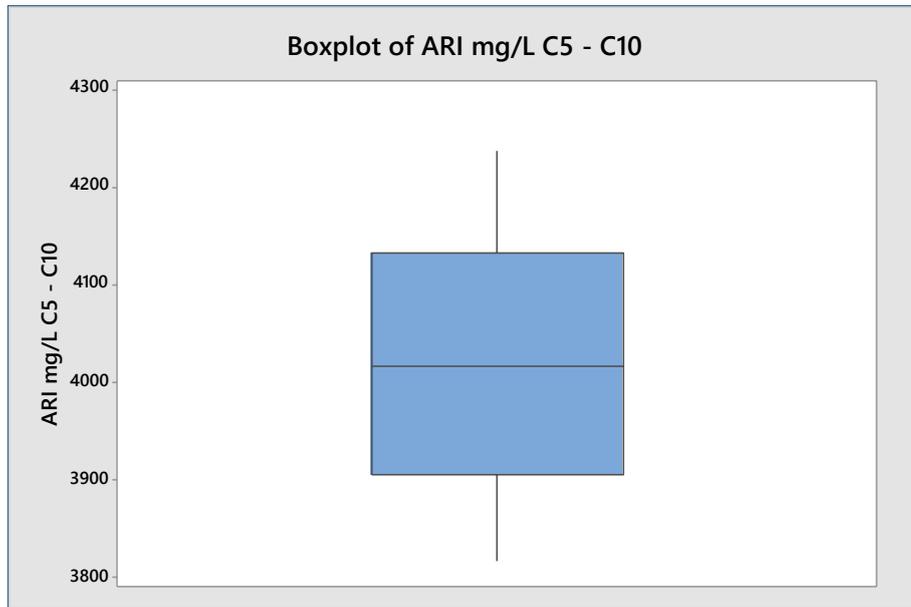
Grafica de valores atípicos agua natural > C<sub>10</sub>



Fuente: Autoría propia.

Tabla 33:

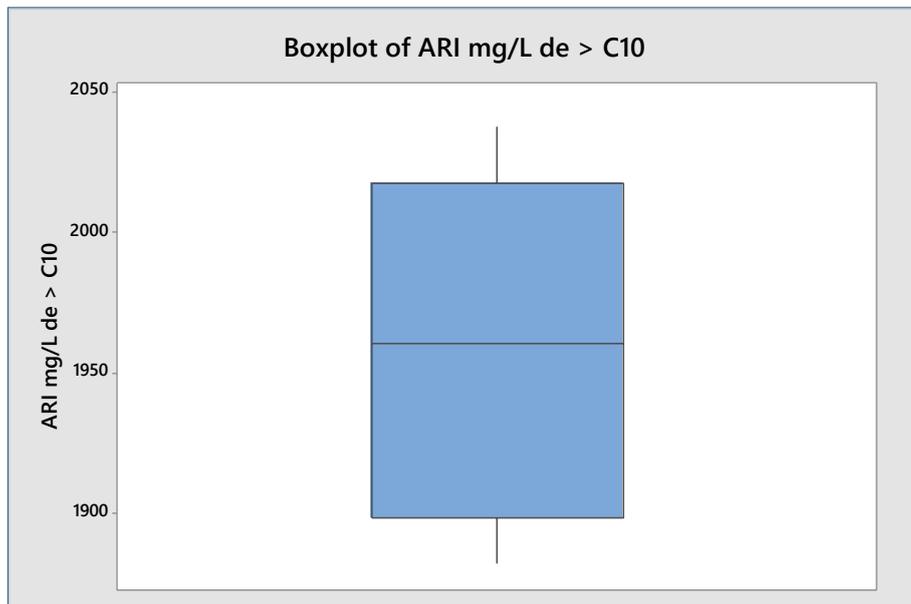
Grafica de valores atípicos agua residual industrial C<sub>5</sub>-C<sub>10</sub>



Fuente: Autoría propia.

Tabla 34:

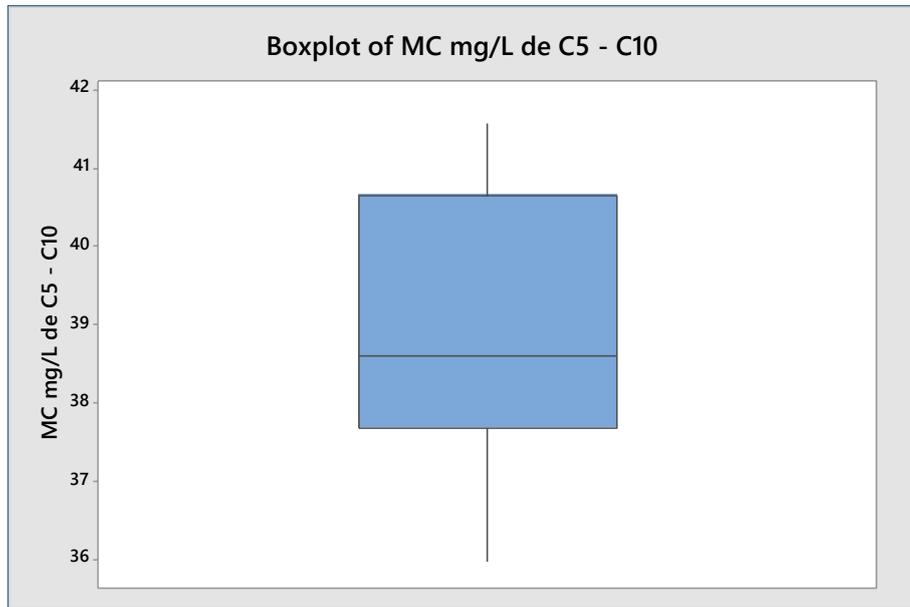
Grafica de valores atípicos agua residual industrial > C<sub>10</sub>



Fuente: Autoría propia.

Tabla 35:

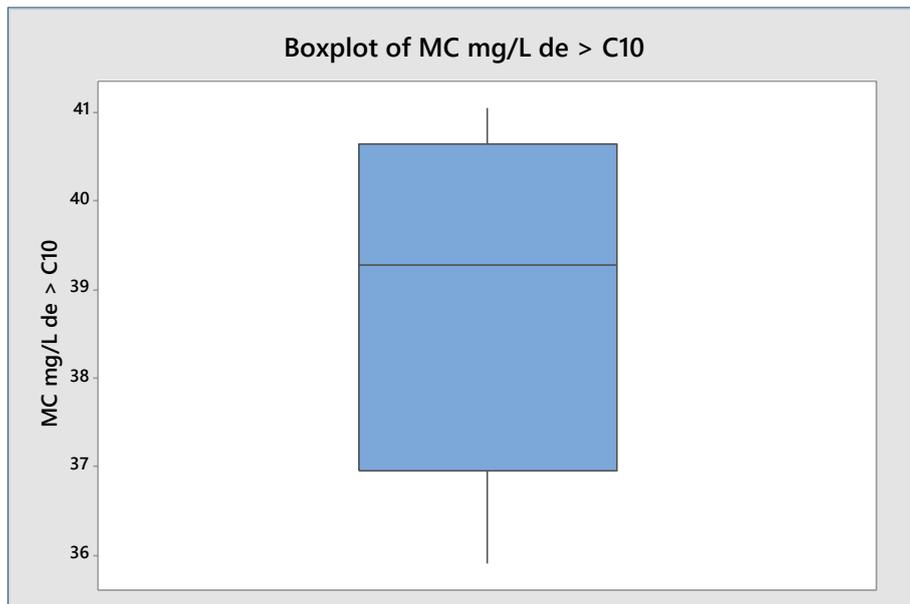
Grafica de valores atípicos MCI C<sub>5</sub>-C<sub>10</sub>



Fuente: Autoría propia.

Tabla 36:

Grafica de valores atípicos MCI > C<sub>10</sub>



Fuente: Autoría propia.

#### 4.3.5. Veracidad T-Student en la adición de muestra agua residual industrial y MCI.

La veracidad de las muestras es evaluada con las pruebas de T-Student de los resultados de muestras agua residual industrial adicionadas y MCI  $C_5 - C_{10}$  y  $> C_{10}$ .

Tabla 37:

*T-Student para la evaluación de la veracidad de resultados*

Variable	Número de datos	Promedio	Desviación estándar	SE promedio	Intervalo de confianza al 95%		T	Valor de probabilidad
					Límite inferior	Límite superior		
ARI mg/L $C_5 - C_{10}$	10	4019,80	137,00	43,30	3921,80	4117,80	0,46	0,66
ARI mg/L > $C_{10}$	10	1962,10	55,40	17,50	1922,50	2001,80	-2,16	0,06
MC mg/L $C_5 - C_{10}$	10	38,97	1,83	0,58	37,66	40,27	-1,79	0,11
MC mg/L > $C_{10}$	10	38,91	1,89	0,60	37,55	40,26	-1,83	0,10

Fuente: Autoría propia.

Tabla 38:

*Varianzas para el cálculo de reproducibilidad (precisión intermedia) para las matrices agua potable, agua natural y agua residual.*

Matriz	Fracción de hidrocarburo	T1	T2	T3	T4	T5
AP	$C_5 - C_{10}$	3,61	1,30	10,00	100,00	0,04
	> $C_{10}$	2,91	0,85	10,00	100,00	0,01
AN	$C_5 - C_{10}$	4,52	2,05	10,00	100,00	0,02
	> $C_{10}$	4,82	2,33	10,00	100,00	0,03
ARI	$C_5 - C_{10}$	389,66	15183,31	10,00	100,00	29,97
	> $C_{10}$	389,06	15137,14	10,00	100,00	32,15

Fuente: Autoría propia.

Dónde:

$$T_1 = \sum n y$$

$$T_2 = \sum n y^2$$

$$T_3 = \sum n$$

$$T_4 = \sum n^2$$

$$T_s = \sum(n - 1)s^2$$

Tabla 39:

*Desviación estándar de reproducibilidad y desviación estándar relativa de Horwitz de los resultados*

Matriz	Fracción de hidrocarburo	Concentración promedio	$S_r^2$	$S_r$	$S_l^2$	$S_l$	$S_R^2$	$S_R$	(*)RSD	(*)RSD
AP	C5 - C10	0,361	0,005	0,068	0,000	0,000	0,005	0,068		Horwitz
	> C10	0,291	0,001	0,034	0,000	0,000	0,001	0,034	18,932	35,348
AN	C5 - C10	0,452	0,003	0,052	0,000	0,000	0,003	0,052	11,683	36,506
	> C10	0,482	0,004	0,062	0,000	0,000	0,004	0,062	11,437	34,165
MCI	C5 - C10	38,966	3,746	1,935	0,000	0,000	3,746	1,935	12,590	33,838
	> C10	38,906	4,019	2,005	0,000	0,000	4,019	2,005	4,967	17,471
									5,153	17,475

Fuente: Autoría propia.

Dónde:

$$S_r^2 = T_s / (T_3 - p)$$

$$S_l^2 = (((T_2 T_3 - T_1^2) / (T_3 - p)) - S_r^2) / (T_3 - p)$$

$$S_R^2 = S_r^2 + S_l^2$$

p: Número de laboratorios participantes.

RSD<sub>H</sub> Desviación Estándar Relativa de Horwitz.

$$RSD_H = 2^{(1 - 0.5 \times \log(C))}$$

C: Concentración de fracciones de hidrocarburos.

#### 4.4.Resultados de la Comparación

Del método Cromatográfico se obtuvo como resultado las concentraciones de F2 y F3 para las muestras preparadas con aceites lubricantes, los resultados se presentan a continuación.

##### 4.4.1. Evaluación de Aceites Lubricantes.

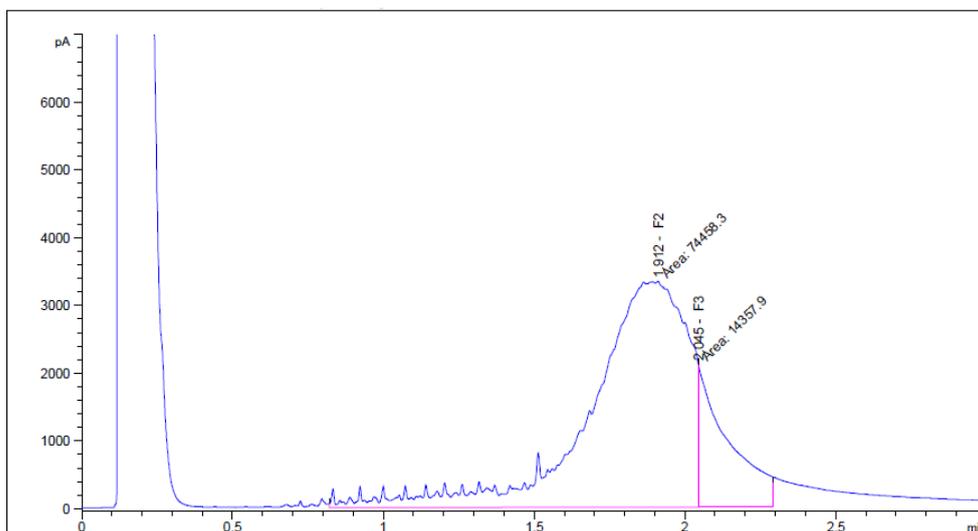


Figura 16. Gráfica de cromatograma de Muestra A Amelie. se observa que el área de la fracción F2 es de 74458.3, con el pico más alto en el tiempo 1.912 minutos. Se observa que el área F3 es de 14357.9, con el pico más alto en el tiempo 2.045 minutos.

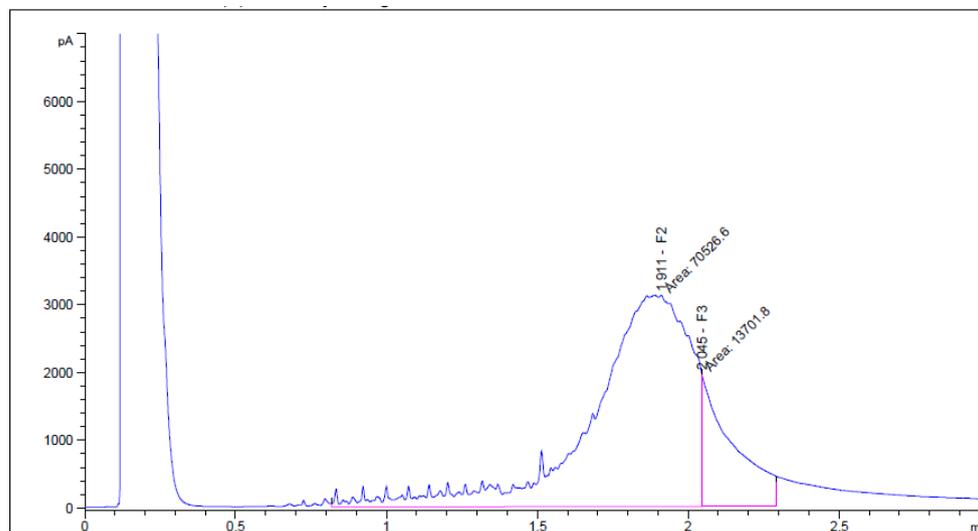


Figura 17. Gráfica de cromatograma de Muestra B Defie. Se observa que el área de la fracción F2 es de 70526.6, con el pico más alto en el tiempo 1.911 minutos. Se observa que el área F3 es de 13701.8, con el pico más alto en el tiempo 2.045 minutos

De acuerdo al método EPA Method 8015C, los resultados del método Cromatográfico se obtienen con la siguiente fórmula:

$$C \left( \frac{mg}{L} \right) = \left[ \frac{C_m V_c}{V_i} \right] D$$

Donde,

C : Concentración de Hidrocarburo (mg/L)

$C_m$ : Concentración de la muestra obtenida por curva de calibración (mg/L o ng/uL)

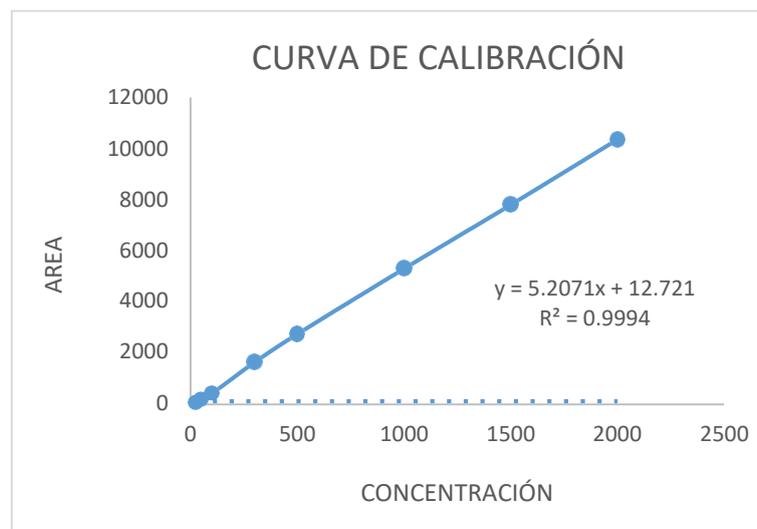
$V_c$ : Volumen de muestra concentrada (mL)

$V_i$ : Volumen de muestra inyectado (mL)

D: Factor de Dilución.

Tabla 40:

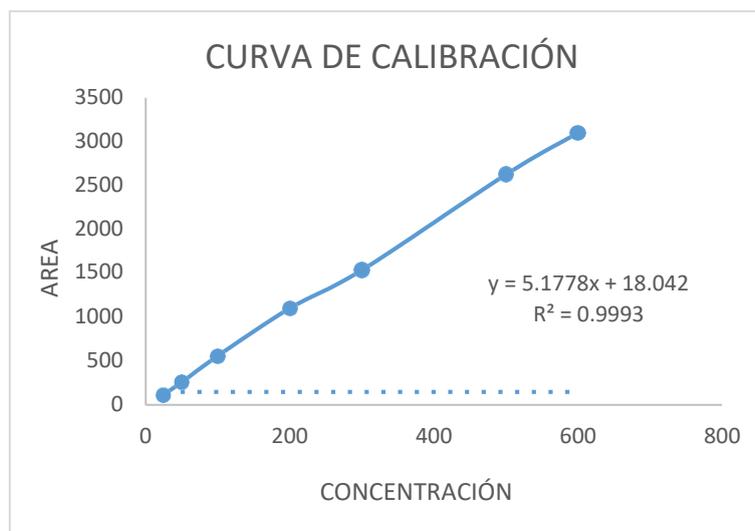
Curva de calibración Fracción F2



Fuente: Autoría propia.

Tabla 41:

Curva de calibración Fracción F3



Fuente: Autoría propia.

En las siguientes tablas se presenta los resultados de la comparación de métodos.

Tabla 42:

Concentración de fracciones de hidrocarburos por método Cromatográfico

Muestra	Marca	Fracciones	Área	Cm	C (mg/L)	Total de fracciones
A	Amelie	F2	74458.3	14296.81	7148.40	8533.14
		F3	1457.9	2769.49	1384.74	
B	Defie	F2	70526.6	13541.75	6770.87	8092.26
		F3	13701.8	2642.77	1321.39	

Fuente: Autoría propia.

Tabla 43:

Concentración de fracciones de hidrocarburos por método Gravimétrico en muestra C Amelie.

Fracciones	Vol.	Código de balón	Peso inicial (g)	Peso final 1 (g)	Peso final 2 (g)	C (mg/L)
mg/L de C5 - C10	1100	310	76,4698	82.6515	82.6515	5619.7273
mg/L de > C10	1100	65	46.8545	54.8548	54.8548	6915.2727

Fuente: Autoría propia.

Se observa que el porcentaje de recuperación de una primera comparación entre los métodos da como resultado que el método gravimétrico tiene recuperación del 81.04% de la muestra C Amelie.

#### 4.4.2. Evaluación de confirmación.

Se realizó una segunda comparación entre los resultados de los métodos, bajo las mismas condiciones de extracción, con la Muestras D Amelie para el método Cromatográfico y la Muestra E Amelie en el método Gravimétrico.

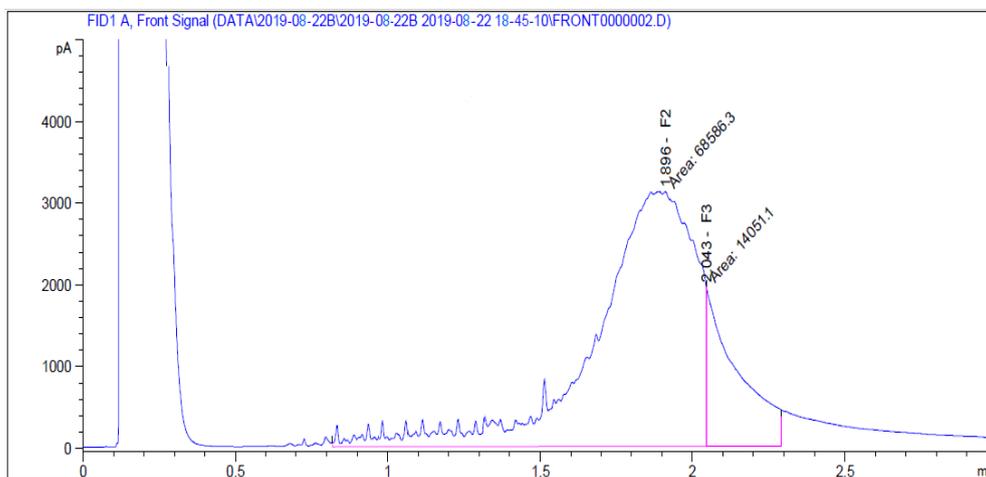
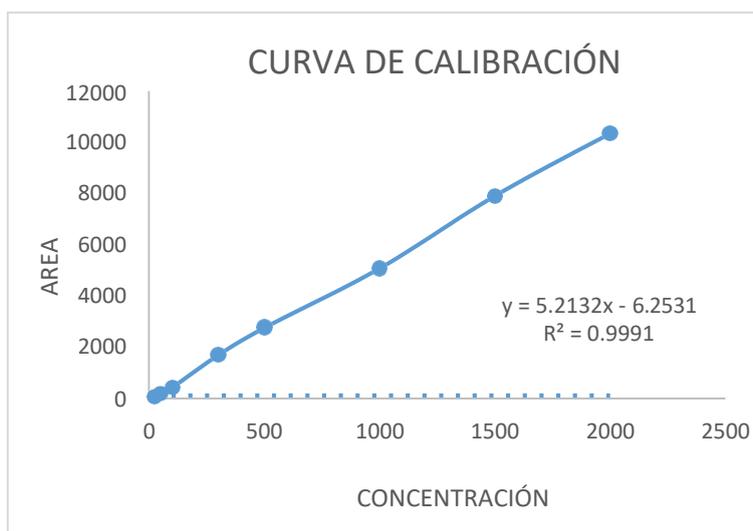


Figura 18: Gráfica de cromatograma de Muestra D Amelie. se observa que el área de la fracción F2 es de 68586.3, con el pico más alto en el tiempo 1.896 minutos. Se observa que el área F3 es de 14051.1, con el pico más alto en el tiempo 2.043 minutos.

Tabla 44:

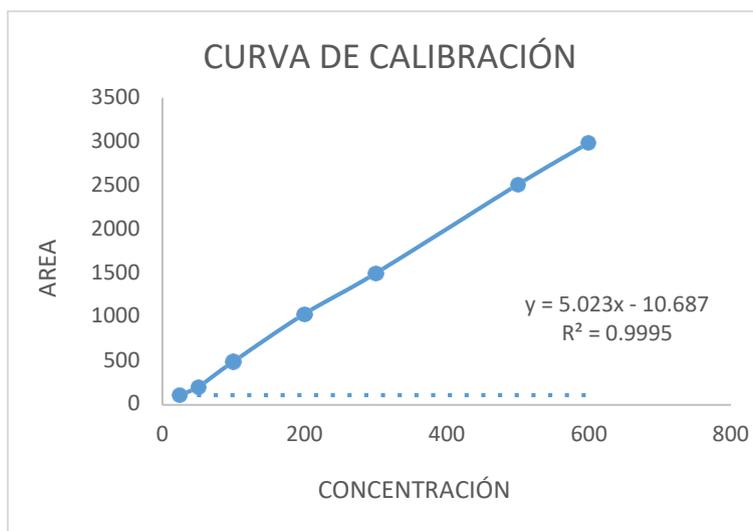
Curva de calibración Fracción F2



Fuente: Autoría propia.

Tabla 45:

Curva de calibración Fracción F3



Fuente: Autoría propia.

Tabla 46:

Concentración de fracciones de hidrocarburos por método Cromatografía en muestra D Amelie

Muestra	Marca	Fracciones	Área	Cm	C (mg/L)	Total de fracciones
D	Amelie	F2	68586.30	13157.59	6578.80	7978.53
		F3	1451.10	2799.45	1399.73	

Fuente: Autoría propia.

Tabla 47:

Concentración de fracciones de hidrocarburos por método Gravimétrico en muestra E Amelie

Fracciones	Vol.	Código de balón	Peso inicial (g)	Peso final 1 (g)	Peso final 2 (g)	C (mg/L)
mg/L de C5 - C10	1000	79	82.0231	86.6515	87.6816	5630.3483
mg/L de > C10	1000	65	46.8545	54.4613	53.9013	7011.7413

Fuente: Autoría propia.

Se observa que el porcentaje de recuperación de una segunda comparación entre los métodos da como resultado que el método gravimétrico tiene recuperación del 87.88% para la muestra D Amelie.

## CAPITULO V. Discusión de Resultados

### 5.1. Condiciones Físicoquímicas

El trabajo de investigación que se realizó contempla técnicas clásicas como extracción con solvente soluble en el analito de interés, destilación fraccionada y cuantificación por gravimetría.

El fundamento de la elección de la temperatura se basó en las definiciones del método EPA 8015 C para los hidrocarburos del Rango Orgánico Gasolina (GRO) traducido del inglés Gasoline Range Organics (C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>) que corresponden a los hidrocarburos con un punto de ebullición de 60 °C a 170 °C, Rango Orgánico Diesel DRO (C<sub>10</sub> a C<sub>28</sub>) correspondientes a hidrocarburos con un punto de ebullición entre 170°C a 430°C y de C<sub>28</sub> a C<sub>40</sub> correspondientes a hidrocarburos con un punto de ebullición mayores a 430 °C.

La cuantificación de los hidrocarburos de C<sub>5</sub> depende de las condiciones de toma de muestra considerando los hidrocarburos con C<sub>5</sub> con menor punto de ebullición es el iso-pentano con punto de ebullición de 27,8°C y el n-pentano con punto de ebullición de 36,1°C, su cuantificación dependerá de las condiciones de toma de muestra, si las condiciones de toma de muestra tiene una temperatura mayores de 36.1°C no se encontraran los hidrocarburos iso-pentano y n-pentano, si las condiciones de toma de muestra están por debajo de 27.8°C es posible cuantificar los hidrocarburos de C<sub>5</sub> mencionados líneas arriba, siempre y cuando durante el transporte, condiciones de toma de muestra, dependiendo del lugar de toma de muestra, podrán cuantificar hidrocarburos de C<sub>5</sub>.

El presente método tiene alcance para las fracciones de hidrocarburos de C<sub>5</sub> siendo la mínima temperatura de ebullición reportado para el n-pentano de 36,1°C y 27,8°C para el ciclo pentano hasta los hidrocarburos mayores de C<sub>10</sub> con puntos de ebullición mayores de 170°C.

La destilación con aumento gradual de la temperatura permite optimizar el proceso mejorando la precisión y veracidad de los resultados.

Los controles de calidad basados en el uso de Material Control Interno en las dos fracciones de hidrocarburos, demuestran valores de analitos recuperables y consistentes en variadas matrices, tales como agua potable, agua natura y agua residual industrial

## 5.2. Efectividad del Solvente

Considerando en la práctica que los hidrocarburos son inyectados directamente en el equipo de cromatografía de gases para ser cuantificados, desde el punto de ebullición más bajo de lo indicado en el método EPA 8015 C por lo que en el presente trabajo de investigación se usó el solvente Cloruro de Metileno por ser el solvente orgánico con un punto de ebullición de 39°C.

La elección del solvente para la extracción de los hidrocarburos, se tomó teniendo en consideración lo siguiente:

1ero: No se puede calcular con exactitud la cantidad de hidrocarburos que puede disolver el solvente usado.

2do: Con la premisa de que las aguas potables y naturales sin contacto con contaminantes naturales o artificiales, y consideraremos que los hidrocarburos en las fuentes de aguas contaminadas son los que contiene crudo de petróleo.

Según el Instituto Americano de Petróleo (API) se han identificado alrededor de 600 hidrocarburos cuyos puntos de ebullición están el rango de -161,0°C a 449,7°C, donde la totalidad tienen carácter no polar por lo que se eligió el solvente Cloruro de Metileno, por presentar mayor efectividad como solvente y poseer el menor punto de ebullición 39°C.

Se evaluó la efectividad de los solventes, quedando como resultado que el Cloruro de Metileno es el solvente más adecuado, para la separación de fases.

## 5.3. Precisión y Veracidad de Resultados

### 5.3.1. Pruebas de normalidad "Anderson Darling" de los datos obtenidos.

De los resultados obtenidos, el tipo de distribución se evaluó con los estadísticos de prueba de Anderson Darling para lo cual se presenta los siguientes supuestos:

Ho: Los resultados de las muestras de agua potable, agua natural, agua residual industrial y MCI para las fracciones  $C_5 - C_{10}$  y  $> C_{10}$  se distribuyen de forma normal.

Ha: Los resultados de las muestras de agua potable, agua natural, agua residual industrial y MCI para las fracciones  $C_5 - C_{10}$  y  $> C_{10}$  no se distribuyen de forma normal.

Nivel de significancia al **95%** de confianza  $\alpha = 0,05$ .

Criterio de decisión

- Si “P-Value” es menor que  $\alpha$ , se rechaza la hipótesis nula ( $H_0$ )
- Si “P-Value” es mayor que  $\alpha$ , se acepta la hipótesis nula ( $H_0$ )

Las tablas 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26 y 27 muestran un P-Value obtenido por la prueba de Anderson Darling, los cuales son: 0,078, 0,933, 0,119, 0,186, 0,728, 0,451, 0,790, 0,197 respectivamente por lo que se acepta la hipótesis nula.

### **5.3.2. Prueba de valores atípicos en los datos obtenidos.**

Para la determinación de valores atípicos se usó la gráfica de caja para las muestras de agua potable, agua natural, agua residual industrial y MCI para las fracciones  $C_5 - C_{10}$  y  $> C_{10}$ , generándose graficas mostradas en las tablas 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35 y 36 observándose que los resultados de agua natural para fracciones  $C_5 - C_{10}$  presenta un resultado atípico por lo que para el cálculo se retiró dicho valor, los demás resultados de  $C_5 - C_{10}$  y  $> C_{10}$  no presentan valores atípicos.

### **5.3.3. Veracidad T-Student en la adición de muestra agua residual industrial y MCI.**

La veracidad se evaluó con el estadístico de prueba T- Student de 1 muestra, para lo cual se presentan los siguientes supuestos:

Ho: Los resultados de ARI y MCI para las fracciones  $C_5 - C_{10}$  y  $> C_{10}$ , presentan veracidad.

Ha: Los resultados de ARI y MCI para las fracciones  $C_5 - C_{10}$  y  $> C_{10}$ , no tienen veracidad.

Nivel de confianza al 95% y de significancia  $\alpha = 0,05$ .

Criterio de decisión

- Si “P-Value” es menor que  $\alpha$ , se rechaza la hipótesis nula ( $H_0$ )
- Si “P-Value” es mayor que  $\alpha$ , se acepta la hipótesis nula ( $H_0$ )

La tabla 37 el valor de P-Value obtenido por la prueba de T-Student de 1 muestra, para los resultados de ARI y MCI para las fracciones  $C_5 - C_{10}$  y  $> C_{10}$  siendo estos: p-valúe 0,66, 0,06, 0,11, 0,10 por lo que se acepta la hipótesis nula.

La precisión de los resultados se evaluó con el RSD Y  $RSD_H$  para lo cual usamos los resultados obtenidos de las tablas 08, 09, 10 y 11; tomando los siguientes supuestos.

Ho: Los resultados de la tabla 08, 09, 10 y 11 son precisos.

Ha: Los resultados de la tabla 08, 09, 10 y 11 no son precisos.

Criterio de decisión

Si  $RSD < RSD_H$  los resultados son precisos.

Si  $RSD > RSD_H$  los resultados no son precisos.

De la tabla 39 los resultados de RSD de muestras de agua potable, agua natural y agua residual industrial para las fracciones  $C_5 - C_{10}$  y  $> C_{10}$  son 18,932, 11,683, 11,437, 12,590, 4,967, 5,153 respectivamente y los resultados de  $RSD_H$  son 35,348, 36,506, 34,165, 33,838, 17,471, 17,475 por lo que se demuestra la precisión de los resultados.

#### 5.4. Comparación de Métodos

De acuerdo con lo indicado por la Eurachem (2016) la veracidad de un método se comprueba mediante el porcentaje de recuperación entre el método propuesto y el método de referencia, mediante la fórmula:

$$R(\%) = \frac{\bar{x}}{x_{ref}} * 100$$

En la primera evaluación se obtuvo como resultado 87.88% de recuperación, mientras que 81.04% en la segunda evaluación.

De acuerdo a lo señalado por Rodriguez, Pellerano, Romero, Acevedo y Vasquez (2012) el criterio de veracidad para métodos analíticos es dada por  $100\% \pm 4 S$ , donde S es la mayor desviación estándar obtenida.

La Desviación estándar de los valores 87.88 y 81.04 es de 4.83.

El criterio es dado por  $100\% \pm 4 (4.83)$ , es decir el rango de aceptación en porcentaje es de [119.35 a 80.65].

Encontrándose los valores de 87.88 y 81.04 dentro del criterio de aceptación. Por lo tanto, se puede

concluir que es método que presenta veracidad.

## **CAPITULO VI. Conclusiones**

- El método experimental permite cuantificar las fracciones  $C_5 - C_{10}$  y  $> C_{10}$  por gravimetría de manera veraz y precisa de acuerdo a los resultados obtenidos precisos a un 95% de nivel de confianza.
- El método “Determinación de fracciones de hidrocarburos por método gravimétrico en agua potable, natural y residual industrial” desarrollado en la presente investigación, demostró ser confiable veraz y sus resultados tienen una variación de 12% de diferencia respecto a los ensayos hechos con cromatografía de gases FID.
- En base a los resultados obtenidos, se considera que el método propuesto es una excelente alternativa para la evaluación de concentraciones de fracciones de hidrocarburos en aguas, con la ventaja de ser no solo confiable sino, más económico.

## **CAPITULO VII. Recomendaciones**

El presente trabajo se basa en un contexto de contaminación al ambiente por la industrialización que realiza el hombre a los recursos naturales. Por lo tanto, se recomienda a futuros investigadores, que tengan interés por mejorar el medio ambiente, en buscar soluciones para detener, modificar y/o mitigar la contaminación al agua por derrames de petróleo y derivados.

El apoyo de la sociedad, el estado y las empresas es fundamental para el desarrollo de nuevas formas de remediar el ambiente, así como nuevas técnicas para la determinación del grado de contaminación que desprende. Se debe buscar la comunicación y el buen entendimiento de estos tres factores.

Otra recomendación es aplicar el método desarrollado en el presente trabajo para la determinación de fracciones de hidrocarburos en aguas, ya que se ha comprobado que es efectivo para agua natural, potable y residual industrial, y que el efecto de matriz no se presente como interferencia.

## CAPITULO VIII. Referencias

- Abdulsalam, K., Luqman, H. (2013) *Production and Evaluation of some Gas Oil Fractions from Taq-Taq Crude Oil and Their Structural Group Analysis*. International Journal of Engineering and Innovative Technology (IJEIT) Volume 3.
- Agencia de Protección Ambiental. (2007). Método 8015 C *Nonhalogenated Organics by gas chromatography*. Estados Unidos.
- Agencia de Protección Ambiental. (1996). EPA 542-F-96-019 *Guía del Usuario: Extracción con solventes*. Estados Unidos. Recuperado de: [http://webapp1.dlib.indiana.edu/virtual\\_disk\\_library/index.cgi/4303362/FID3482/pdf/citguide/spansolv.htm](http://webapp1.dlib.indiana.edu/virtual_disk_library/index.cgi/4303362/FID3482/pdf/citguide/spansolv.htm)
- Agencia de Protección Ambiental. (1996) EPA 3510 C *Separatory funnel liquid-liquid extraction*. Rev 3. Estados Unidos. Recuperado de: <https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/3510c.pdf>
- Agencia de Protección Ambiental. (2007) EPA 8015 C *Compuestos Orgánicos no halogenados por cromatografía de gases*. Rev.3. Estados Unidos. Recuperado de: <https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/8015c.pdf>
- Agencia de Protección Ambiental. (2007) EPA 3500C-19 *Organic Extraction and Sample Preparation*. Estados Unidos.
- Aldabe, S; Aramendía, P, Bonazzola, C. y Laceu, L. (2004). *Química 2: Química en acción*. Editorial Colihue, Buenos Aires, Argentina.
- Alexeiev, V. (1976) *Análisis cuantitativo*. Editorial Mir Moscú. Rusia.
- Aleman, A. (2009). *Determinación de hidrocarburos totales de petróleo en suelo y sedimentos de la Cuenca del Rio Coatzacoalcos* (tesis de pregrado). Universidad Veracruzana. México
- American Psychological Association. (2012). *Publication manual of the American Psychological Association*. (6<sup>th</sup> ed.) Washington, DC: American Psychological Association.

- ANCAP (s.f.). *El mundo del Petróleo*. Uruguay. Recuperado de:  
<https://es.scribd.com/doc/219414347/Folleto-petroleo-ANCAP>
- Antón, D. (s.f.) Las teorías del origen de los hidrocarburos. *Revista Raices*. Recuperado de:  
[https://www.raicesuruguay.com/raices/anton\\_hidrocarburos.html](https://www.raicesuruguay.com/raices/anton_hidrocarburos.html)
- Asociación española de Compañías de Investigación, Exploración y Producción de hidrocarburos y almacenamiento subterráneo ACIEP (s.f.). *Cómo se forman los hidrocarburos*. Recuperado de <https://www.aciep.com/EP/que-es-la-EP>
- Baldiris, A (2012) *Desarrollo de un software para realizar cálculos en procesos de extracción líquido líquido*. Colombia.
- Bloomfield, M. (2002) *Química de los organismos vivos*. México. Editorial Limusa.
- Brow, G. y Salle, E. (1977) *Química Cuantitativa*. Editorial Reverté. Barcelona, España.
- Choppin, G. (1985) *Química: ciencia de la materia, la energía y el cambio*. México. Editorial publicaciones cultura.
- Chow, S. (1987) *Petroquímica y la sociedad*. Editorial; Fondo de cultura económica. México.
- Cromer, A. (2007). *Física para las ciencias de la vida*. Editorial Reverté. Madrid, España.
- Douglas, E., McDaniel D. & Alexander J. (1994) *Conceptos y modelos de química inorgánica*. Editorial Reverté S.A. EEUU
- Feijoo, C. 2012. *Procesamiento de la mezcla crudo y médium distillate for blending stock (MDBS) para aumentar la producción de destilados medios* (tesis pregrado). Universidad Nacional de Ingeniería. Perú. Pag. 13.
- Fleming, M. (2012). *Petroleum Hydrocarbon Content, Leaching and Degradation from Surficial Bitumens in the Athabasca Oil Sands Region*. (tesis de master) University of Saskatchewan. Canadá
- Flores, R. (2012) *Detección de arenas productivas a través del análisis de gases total y cromatografía del registro de lodo en perforación de pozos de gas y condensado en la cuenca Ucayali* (tesis pregrado). Universidad Nacional de Ingeniería Perú. Pag. 16.

- Gil, P. (2015). *Plataformas petrolíferas y procesos para la extracción del petróleo* (tesis pregrado). Universidad de la Laguna. Pg. 11 al 14. España.
- Gonzales, C. (2006) *Equilibrios iónicos y métodos químicos de análisis*. Editorial Rosa Mateos. España.
- Grijalva, P. (2003). *Evaluación de una técnica colorimétrica para la determinación de hidrocarburos totales en muestras de agua*.
- Harris, D. (2007) *Análisis químico cuantitativo*. Tercera edición. Editorial Reverté SA. España.
- Iñesta, J. y Garcia, P. (2002) *El petróleo. El recorrido de la energía*. Comunidad de Madrid. Primera edición. España. Editorial E.i.S.E. Doménech, S.A.
- ISO 5725-2 (1994) Rev. 2013. *Exactitud (veracidad y precisión) de los métodos de medición y los resultados. Parte 2: Método básico para la determinación de la repetibilidad y la reproducibilidad de un método de medición estándar*. Organización Internacional de Normalización.
- Jaramillo, O. (2007) *Notas de Físico- Química: Estados de la Materia; Líquidos*. *Revista de la Universidad Nacional Autónoma de México*. México.
- Kerlinger, F. (1988) *Investigación del Comportamiento*. Cuarta edición. México. Editorial Interamericana.
- Kutcherov, V. (2011) *Abiogénico Abiogenic Deep Origin of Hydrocarbons and Oil and Gas Deposits Formation*. DOI: 10.5772 / 51549. Intech. Open science. Rusia. Recuperado de: <https://www.intechopen.com/books/hydrocarbon/abiogenic-deep-origin-of-hydrocarbons-and-oil-and-gas-deposits-formation>
- Linde, A. (2001) *Cromatografía de gases*. España. Recuperado de: [https://www.abellolinde.es/es/images/Cromatograf%C3%ADa%20de%20gases%2019107-01\\_tcm316-120150.pdf](https://www.abellolinde.es/es/images/Cromatograf%C3%ADa%20de%20gases%2019107-01_tcm316-120150.pdf)
- Lluch, J. 2008 *Tecnología y margen de refino del petróleo*. España. Pg. 2-4. Editorial Diaz de Santos

- Magnusson, B. & Ornemark, U. (2014) *Guia Eurachem: La adecuación al uso de los métodos analíticos - Una guía de laboratorio para la validación de métodos y temas relacionados*. Segunda edición. ISBN 978-91-87461-59-0. Recuperado de: [https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/MV\\_guide\\_2nd\\_ed\\_ES.pdf](https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/MV_guide_2nd_ed_ES.pdf)
- Mora, D; Marbot, R. (2010). Determinación de las fracciones del petróleo crudo con el empleo de la destilación simulada por cromatografía gaseosa como método alternativo. *Revista CENIC. Ciencias Químicas*, vol. 41, núm. 2 pp. 105-112
- Olvera, J. y Vasquez, E. 2014. *Estudio de la Validación y estimación de la incertidumbre en la medición de la viscosidad cinemática, gravedad API y peso molecular en aceite crudo de acuerdo a los métodos: ASTM D445-09, ASTM D70-09 Y ASTM D2502-04 (2009)*. (tesis pregrado) Instituto Politécnico Nacional. México Pg. 11 -12.
- Prieto, V. y Martínez, A. (1999). La contaminación de las aguas por hidrocarburos: un enfoque para abordar su estudio. *Revista del Instituto Nacional de Higiene, Epidemiología y Microbiología de Cuba*.
- Repetto (1997) *Toxicología Fundamental Edición tercera*. España. Editorial Diaz de Santos. Repetto, M. y Repetto, G. (2009) *Toxicología fundamental*. España. Edición cuarta. Editorial Diaz de Santos.
- Riazi, R (2005). *Characterization and properties of petroleum fractions*. Editorial ASTM, stock number MNL50.
- Rodriguez, S., Pellerano, R., Romero, C., Acevedo, H. y Vasquez, F. (2012) Validación de un método analítico para la determinación de boro en muestras foliares de *Citrus reticulata*. *Revista Tumbaga*. A. Pg 64-65. Colombia.
- Sociedad nacional de Minería Petróleo y energía (2007). *Los tipos de petróleo*. Informe quincenal de la SNMPE 52. Mayo I-2007. Perú
- Taborda, M. (2013) *Curso Practico de Química General*. Universidad de Magdalena. Colombia.

Tejerina, M. (2015) *UF 1909 - Toma de muestra de contaminantes atmosféricos*. Edición 5.1 Editorial Elearning S.L. España.

Universidad Autónoma de Madrid. (s.f.). *Extracción líquido – líquido*. Área de Ingeniería Química. Madrid. Recuperado de:  
[http://www.uam.es/personal\\_pdi/ciencias/mgilarra/experimentacionIQII/ExtraccLiqLiq2006.pdf](http://www.uam.es/personal_pdi/ciencias/mgilarra/experimentacionIQII/ExtraccLiqLiq2006.pdf)

Velasquez, J. 2017. Contaminación de suelos y aguas por hidrocarburos en Colombia. Análisis de la fitorremediación como estrategia biotecnológica de recuperación. *Revista de Investigación Agraria y ambiental*. Vol.8 Num. 1. Universidad Nacional Abierta y a Distancia. Colombia.

Wilches, M., Ruiz, L. y Hernández, M. (2007). *Bioingeniería VI: Fundamentos de Instrumentación para la química clínica y las radiaciones ionizantes*. Editorial Universidad de Antioquia. Colombia.

## CAPITULO IX. Anexos

### GLOSARIO

#### ▪ **Agua**

Sustancia líquida inodora, incolora e insípida en estado puro. De acuerdo a la NTP 214.042 se clasifica en:

- ✓ Agua Natural: subterránea, manantial, termal, superficial, rio, laguna/lago, deposición atmosférica.
- ✓ Agua Residual: residual doméstica, residual industrial y residual municipal.
- ✓ Agua para uso y consumo humano: bebida, piscina y laguna artificial
- ✓ Agua Salina: de mar, salobres, salmuera, inyección y reinyección.
- ✓ Agua de proceso: circulación o enfriamiento, alimentación para calderas, de calderas, lixiviación, purificación, inyección y reinyección.

#### ▪ **Agua natural**

Se presentan en sus diferentes estados, las cuales se encuentran interactuando entre sí mediante equilibrios químicos regidos por leyes termodinámicas y en cuya composición química intervienen factores geológicos, hidrogeológicos, geomorfológicos, microbiológicos, climáticos y ambientales.

#### ▪ **Agua potable**

Agua que puede ser consumida debido a que no representa un riesgo para la salud.

#### ▪ **Agua residual industrial**

Aguas residuales originadas como consecuencia del desarrollo de un proceso productivo, incluyéndose a las provenientes de la actividad minera, agrícola, energética, agroindustrial, entre otras.

#### ▪ **Analito**

En química analítica analito es el componente (elemento, compuesto o ion) de interés analítico de una muestra. Son especies químicas cuya presencia o concentración se desea conocer. El

analito es una especie química que puede ser identificado y cuantificado, es decir, determinar su cantidad y concentración en un proceso de medición química, constituye un tipo particular de mensurando en la metrología química.

- **Aseguramiento de Calidad**

Todas aquellas actividades planeadas y sistemáticas implementadas dentro del sistema de calidad y demostradas como necesarias para proporcionar una confianza adecuada de que una entidad cumplirá sus requisitos de calidad.

- **Asternosfera**

Zona superior del manto terrestre, que está debajo de la litosfera, aproximadamente entre 30 y 130 kilómetros de profundidad hasta los 670 km. Está compuesta por materiales silicatados dúctiles, en estado sólido y semifundidos parcial o totalmente.

- **Athabasca**

Ciudad ubicada al norte de Alberta, Canadá

- **Calidad**

Conjunto de propiedades inherentes a un objeto que le confieren capacidad para satisfacer necesidades implícitas o explícitas.

- **Cuantificar**

Determinación de la cantidad de analito que contiene una determinada muestra.

- **Desviación Estándar**

Esta es una medida del grado de dispersión de valores alrededor de una media en una distribución de valores.

- **Emulsión**

Según farmacia, es un sistema constituido por dos fases líquidas inmiscibles, una de las cuales se dispersa a través de la otra en forma de gotas muy pequeñas.

Emulsión de acuerdo a la USP, sistema bifásico en lo que un líquido está disperso en otro en forma de pequeñas gotitas. O/W si la fase dispersa es aceite y la fase discontinua es agua. W/O si la fase dispersa es agua y la fase discontinua es aceite o un material oleaginoso.

- **Exactitud**

Es la proximidad de concordancia entre el resultado de una medición y el valor de referencia aceptado.

- **Error (de medición)**

El resultado de una medición menos el valor verdadero del mensurando.

- **Error Aleatorio**

Resultado de una medición menos la media que resultaría de un número infinito de mediciones del mismo mensurando realizadas bajo condiciones de repetibilidad.

- **Error Sistemático**

Media que resultaría de un número infinito de mediciones del mismo mensurando realizadas bajo condiciones de repetibilidad menos un valor verdadero del mensurando.

Nota: El error sistemático es igual al error menos el error aleatorio. Como el valor verdadero, el error sistemático y sus causas no pueden ser conocidos.

- **Esquisto**

Constituyen un grupo de rocas caracterizados por la preponderancia de minerales laminares que favorecen su fragmentación en capas delgadas.

- **Fase dispersa**

Líquido que se dispersa en pequeñas gotitas, también se le conoce como interna o discontinua.

- **Fase dispersante**

Líquido como medio de dispersión, también llamado externa o discontinua.

- **Material de Referencia**

Material o sustancia en la cual uno o más valores de sus propiedades son suficientemente homogéneos y bien definidos como para ser utilizados en la calibración de aparatos, en la evaluación de un método de medición o para asignar valores a otros materiales.

- **Material de Referencia Certificado**

Material de referencia acompañado de un certificado, en el cual uno o más valores de sus propiedades están certificados por un procedimiento que establece Trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la cual se expresan los valores de la propiedad y en el que cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel declarado de confianza.

- **Matriz**

Se refiere las características de la composición de un material que contiene el analito de interés y puede ser matriz natural o sintética.

- **Mensurando**

Un mensurando es una magnitud. Es la cantidad de objeto de medida, es decir, la cantidad o concentración de analito. El mensurando es una cantidad que se somete a una medición en una comparación con un patrón que proporciona la información requerida.

- **Minitab**

Es un programa de computadora diseñado para ejecutar funciones estadísticas básicas y avanzadas.

- **Precisión**

Se refiere a la dispersión del conjunto de valores obtenidos de mediciones repetidas de una magnitud. Cuanto menor es la dispersión mayor la precisión.

- **Rezumaderos**

Lugar donde se deposita o acumula un líquido o sustancia que ha salido por pequeñas cantidades.

- **Validación**

Confirmar el cumplimiento de los requisitos particulares para un uso especificado propuesto, por medio del examen y la presentación de evidencias objetivas.

- **Veracidad**

Es la proximidad de concordancia entre el valor promedio obtenido de una serie grande de resultados de prueba y un valor de referencia aceptado.

Grado de aproximación entre el valor más representativo en una serie de resultados del ensayo y un valor de referencia aceptado.

- **Tarball**

Es una gota de aceite semisólido que se encuentra en o cerca del océano.

- **Taq Taq**

Campo petrolero ubicado en la región de Kurdistán de Irak. Taq Taq es uno de los tres campos que han sustentado el crecimiento de la producción de petróleo de Kurdistán en la última década.

Los otros son Khurmala Dome y Tawke.