

1. OBJETIVO

Establecer la metodología para la determinación de sólidos suspendidos totales secados a 103-105°C en agua, por el método gravimétrico SM 2540 D.

2. ALCANCE

Este método de análisis aplica a muestras de aguas residuales domésticas e industriales, aguas superficiales, lluvias y subterráneas.

Esta técnica se aplica en el Laboratorio de Calidad Ambiental para el recurso hídrico superficial; el rango de aplicación es de: 5 a 20.000 mg SST/L.

En la tabla 1 se observan los resultados obtenidos en la validación del método:

Tabla 1. Resultados de la confirmación del Método

CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-I018 Instructivo de Ensayo Determinación Sólidos Suspendidos Totales Secados a 103 – 105 °C			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 21-07-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	2	mgSST/L	
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	5	mgSST/L	
PRECISIÓN EN TÉRMINOS DE % CV	5,41	%	Nivel de concentración bajo, 10 mgSST/L
	0,69	%	Nivel de concentración medio, 10.000 mgSST/L
	0,35	%	Nivel de concentración alto, 20.000 mgSST/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	2,80	%	Nivel de concentración bajo, 10 mgSST/L
	1,45	%	Nivel de concentración medio, 10.000 mgSST/L
	0,63	%	Nivel de concentración alto, 20.000 mgSST/L
	6,78	%	Mc, muestra CALA
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	5-20.000	mgSST/L	Sin dilución de la muestra

3. DEFINICIONES

CV: Coeficiente de Variación

E(%): Porcentaje de error

Ea: Estándar de concentración alta

Eb: Estándar de concentración baja

LCA: Laboratorio de Calidad Ambiental

LDM: Límite de Detección del Método

LCM: Límite de Cuantificación del Método

R: Porcentaje de recuperación

RPD: Diferencia Porcentual Relativa

s: Desviación Estándar

STD: Estándar

USP: United States Pharmacopoeia

SST: Sólidos Suspendedos Totales

SDT: Sólidos Disueltos Totales

4. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

Antes de iniciar el análisis, revisar el Manual E-SGI-ST-M001 Sistema de gestión de seguridad y salud en el trabajo y las hojas de seguridad de los reactivos.

Utilizar los implementos de seguridad de acuerdo con lo señalado en el instructivo: bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad y tapaboca.

Los residuos producto del análisis de la determinación, se tratan de acuerdo al documento disposición de muestras y residuos de análisis, disposición final de residuos

5. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

5.1. Equipos

- Horno
- Balanza analítica
- Bomba de vacío
- Sistema de filtración
- Agitador magnético

5.1.1. Verificación de Equipos

Comprobar que los equipos se encuentran en óptimas condiciones, antes de operarlos. Diligenciar el formato M-S-LC-F007 de control diario de manejo del equipo.

- Verificar la balanza analítica con las masas antes de realizar cualquier pesaje. Instructivo de aseguramiento metrológico. M-S-LC-I048
- Verificar que la temperatura del horno se encuentre entre 103 y 105 °C, antes de proceder con la determinación del análisis. Para esto, debe asegurar que el valor (Tecla SP) sea el adecuado, preferiblemente 104 °C. Si el valor no es el adecuado, utilizando las teclas arriba y abajo puede fijar el valor.

5.2. Reactivos

- Agua tipo I
- Celite 545 o Celulosa tipo 20 µm

5.2.1. Preparación de soluciones

Blanco fortificado Concentración 100 mg SST /L: Secar el reactivo en estufa a 103-105°C durante dos horas, antes de preparar las soluciones. Pesar 0,100 g de Celite 545 o Sigmacell Cellulose Type 20, diluir a 1 L con agua Tipo I y agitar durante un tiempo ≥15 minutos para homogenizar bien.

Registrar la preparación de los reactivos en el formato M-S-LC-F064 Control de preparación de soluciones.

Concentración del Estándar mgSST/L	Peso del Estándar g	Volumen Final mL
5	0,005	1.000
50	0,050	1.000
100	0,100	1.000

Concentración del Estándar mgSST/L	Peso del Estándar g	Volumen Final mL
500	0,500	1.000
1.000	1,000	1.000
5.000	5,000	1.000
10.000	10,000	1.000
20.000	20,000	1.000

5.3. Materiales

- Botellas de polipropileno.
- Equipo completo para filtración para membranas de 47 mm de diámetro
- Filtros de fibra de vidrio diámetro 47 mm
- Cápsulas de aluminio de 65 mm de diámetro
- Pinzas metálicas
- Microespátula
- Desecador
- Probetas de vidrio, pipetas graduadas de boca ancha.
- Frasco lavador

6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Antes de iniciar el análisis, retirar las partículas gruesas flotantes y los aglomerados sumergidos, de materiales no homogéneos o de naturaleza extraña al resto de la muestra. Debido a que un residuo excesivo en el filtro puede formar una capa que impide el paso del agua, limitar el tamaño de muestra o considerar aumentar el diámetro del filtro.

Cuando las muestras contengan altas concentraciones de sólidos disueltos, lavar bien todas las superficies expuestas del filtro para asegurar la eliminación del material disuelto. La filtración prolongada debido a la obstrucción del filtro puede capturar más materiales coloidales, dando como resultado valores altos.

Homogenizar las muestras con un agitador magnético y si están presentan sólidos en suspensión, transferir la alícuota para el análisis con una pipeta de boca ancha.

Algunas muestras se secan con la formación de una capa que evita la evaporación del agua; para este tipo de muestras se requiere realizar un manejo especial.

Los residuos secados a una temperatura entre 103 y 105 °C pueden retener no sólo agua de cristalización, sino también algún agua ocluida mecánicamente. La pérdida de CO₂ resultará en la conversión de bicarbonato en carbonato. La pérdida de materia orgánica por volatilización suele ser muy leve. Debido a que la eliminación del agua ocluida es marginal a esta temperatura, puede llevar a que la obtención del peso constante sea muy lento.

Se debe tener un cuidado especial con las muestras viscosas, porque pueden arrastrar aire durante la homogenización y pueden ser difíciles de transferir en volúmenes exactos. También, tener especial cuidado con las muestras que contienen altos niveles de sólidos disueltos que son difíciles de enjuagar completamente durante el proceso de filtrado.

Los sólidos totales disueltos (SDT) y los sólidos suspendidos totales (SST) son fracciones diferentes de una misma muestra, el equipo y las técnicas de enjuague utilizadas pueden afectar negativamente los resultados de SST o SDT. Para evitar esto, tener cuidado de evitar que la fracción SDT migre al borde no enjuagado del filtro debajo del embudo y se retenga

como peso "SST". Si lo anterior se puede corroborar, revisar la efectividad del sello del equipo de filtración y considerar los enjuagues adicionales.

Si se utiliza una pipeta para medir y transferir la muestra, colocar la punta de la pipeta en el centro (profundidad y ancho) del recipiente bien homogenizado. Si se usa una plancha de agitación magnética y una barra de agitación, establecer la velocidad para disminuir el tamaño de partícula en la muestra y hacerla más uniforme; luego pipetear la muestra desde la mitad del camino entre la pared del contenedor y el vórtice. La fuerza centrífuga puede separar partículas de diferentes tamaños y densidades, lo que resulta en una precisión deficiente cuando varía el punto de extracción de la muestra. Evitar usar un agitador magnético con muestras que contengan partículas magnéticas. Si se utiliza una probeta, transferir las muestras inmediatamente después de agitar o sacudir para evitar cualquier asentamiento de los sólidos de la muestra.

La temperatura de secado, la duración del calentamiento y la matriz de muestra pueden afectar la pérdida de peso debido a la volatilización de la materia orgánica, el agua ocluida mecánicamente, el agua de cristalización y los gases de la descomposición química inducida por el calor. También pueden afectar el aumento de peso debido a la oxidación.

Abrir el desecador el menor número de veces posible para minimizar la entrada de aire húmedo. Revisar que la sílica del desecador este siempre seca para evitar que las membranas puedan absorber agua. Pesar las muestras tan pronto como sea posible después de retirarlas del desecador para minimizar la absorción de agua de la atmósfera.

Secar las muestras a peso constante si es posible; esto implica ciclos múltiples de secado, enfriamiento y pesaje para cada muestra.

Los resultados de los residuos con alto contenido de aceite o grasa pueden ser dudosos porque tales muestras son difíciles de secar a peso constante en un tiempo razonable. Cualquier muestra que no alcance un peso constante debe ser calificada indicando el número de ciclos de secado y el cambio de peso final.

Al pesar muestras secas, estar alerta a los cambios de peso debido a la exposición al aire o degradación de la muestra. Garantizar que las muestras se enfríen a temperatura ambiente antes de ser pesadas. Eliminar el exceso de agua de los filtros de fibra de vidrio antes de colocarlos en las capsulas de aluminio. El exceso de agua provoca que los filtros se adhieran al recipiente de pesado durante el secado ocasionando ruptura o pérdida de material al momento de realizar el pesaje del filtro, sesgando los resultados. Lo anterior es crítico para muestras con contenido bajo de sólidos suspendidos. Utilizar agua tipo I para enjuagar los filtros.

6.1. Condiciones Ambientales

Las condiciones ambientales no afectan la validez de los resultados, sin embargo, en el área donde se realiza el análisis de sólidos suspendidos totales, cuenta con un termo higrómetro para controlar temperatura y humedad diariamente y los datos se registran en el documento M-S-LC-F021 formato condiciones ambientales.

7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Las prácticas de control de calidad se consideran parte integrante de cada método, para este método se incluye la tabla 2020: II.

Tabla 2. Control de calidad método 2540 D.

Calibración o Estandarización	Muestra Control (QCS)	Blanco del Método (MB)	Blanco Fortificado en Laboratorio (LFB)	Duplicado	Matriz fortificada en Laboratorio (LFM)	Duplicado matriz fortificada en laboratorio (LFMD)	Otro
-	-	X	X	X	-	-	-

Tomado del SM Tabla 2020: II. (- indica que un tipo de control de calidad no es obligatorio para el método)

El Laboratorio de Calidad ambiental establece los siguientes controles para la determinación de sólidos suspendidos totales:

- Efectuar el análisis dentro de los 7 días posteriores a la toma de la muestra.
- Analizar un blanco (BK) por cada lote de 20 muestras. El análisis en blanco incluye todos los pasos y procedimientos de preparación de la cápsula con agua tipo I. Si el valor del blanco (BK) está en o por encima del nivel del límite de cuantificación del método informe, tomar medidas correctivas de manera inmediata. Lo anterior puede conllevar a reanalizar todo el lote de muestras.
- Realizar el duplicado de una muestra al azar del $\geq 5\%$ todas las muestras o incluir al menos un duplicado para cada tipo de matriz diariamente o con cada lote de 20. Los duplicados evalúan la limpieza del material de vidrio y la repetibilidad del método. La diferencia porcentual relativa (RPD) entre los duplicados no debe ser mayor al 10%; pero los RPD pueden variar considerablemente debido a la matriz y concentración de la muestra. Si la variación excede este límite, debe repetirse el análisis.
- Procesar el blanco fortificado de 100 mg SST/L con cada lote de 20 muestras.
- Registrar los resultados de cada QC en las cartas de control graficando el valor promedio diario de la concentración de los controles. Cuando los resultados se encuentren entre el límite de alarma y control, revisar todo el procedimiento para determinar que ocurre. Si cualquier dato cae fuera de los límites de control debe ser reexaminado y si es necesario, repetir el análisis de todo el grupo de muestras. No realizar más análisis hasta verificar que sucede; comunicar anomalía al líder de Físico –Química. Revisar e iniciar nuevamente la marcha analítica cuando el líder lo autorice.
- Tomar las acciones respectivas en el caso que se presenten tendencias de datos en la carta de control, de acuerdo con lo definido en el M-S-LC-I051 Instructivo de Aseguramiento de Calidad Analítica.

8. DESARROLLO

8.1. Principio

Las aguas crudas naturales contienen tres tipos de sólidos no sedimentables: suspendidos, coloidales y disueltos. Los sólidos suspendidos son transportados gracias a la acción de arrastre y soporte del movimiento del agua; los más pequeños (menos de 0,01 mm) no sedimentan rápidamente y se consideran sólidos no sedimentables, y los más grandes (mayores de 0,01 mm) son generalmente sedimentables.

Este método gravimétrico se basa en la retención de las partículas sólidas en un filtro de fibra de vidrio a través del cual se hace pasar una muestra homogénea, y luego de secar el residuo retenido a una temperatura de 103-105°C, hasta lograr peso constante, el incremento en el peso del filtro representa la cantidad de sólidos suspendidos totales presentes en la muestra.

8.2. Toma y preservación de muestra

Tomar la muestra en recipientes de vidrio de borosilicato, plástico o fluoropolímero por ejemplo politetrafluoroetileno (PTFE), o botellas de Teflón, para evitar que los sólidos suspendidos de la muestra se adhieran a la pared del recipiente. Tomar mínimo 500 mL de muestra y durante la recolección evitar las partículas flotantes grandes o aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos.

Refrigerar la muestra a < 6 °C (no congelar) hasta el momento del análisis para minimizar la descomposición microbiológica de los sólidos. Efectuar el análisis dentro de los siete (7) días siguientes a la toma de la muestra.

8.3. Limpieza de la vidriería

Realizar el lavado en la pileta asignada en el mesón de análisis. Realizar pre enjuague, frotar vigorosamente con un churrusco adecuado el material, utilizando detergente libre de fosfatos del mismo que se prepara en el área de lavado.

Enjuagar con abundante agua del grifo para asegurar la eliminación de trazas de detergente, y enjuagar seguidamente con agua destilada Tipo I. Dejar escurrir y secar en el sitio y guardar el material seco.

8.4. Ejecución de la técnica

Solicitar las muestras mediante el formato M-S-LC-F011 Formato entrega de muestras analistas.

8.4.1. Preparación del Disco o Filtro de Fibra de Vidrio

- Siempre manejar el filtro mediante pinzas metálicas. No manipular el filtro con la mano.
- Marcar cada cápsula de aluminio con un número para evitar confusiones.
- Colocar el filtro sobre el soporte del equipo de filtración, con el lado rugoso hacia arriba, aplicar vacío.
- Lavar el filtro con tres porciones sucesivas de 10 mL de agua tipo I, medidos con probeta.
- Dejar el vacío durante 1 minuto adicional para secar el filtro.
- Cuidadosamente y con la ayuda de unas pinzas, retirar el filtro y colocarlo dentro de la cápsula de aluminio correspondiente.
- Secar el conjunto (cápsula de aluminio + filtro) en el horno precalentado a 104 °C por 1 hora.
- Bajar del horno y llevar el conjunto a un desecador, dejar enfriar aproximadamente por una (1) hora hasta temperatura ambiente.
- Pesar y registrar el peso del conjunto en el formato correspondiente en la columna peso 1ª tara.
- Repetir el ciclo de secado, enfriado y pesado hasta que el cambio de peso sea menor o igual a 0,5 mg. Registrar en el formato el nuevo peso. Mantener el conjunto en un desecador hasta que se vaya a utilizar; registrar en columna peso 2ª tara.
- Si se cumple con el requisito anterior, se ha logrado obtener peso constante. En caso contrario, se debe someter a un nuevo ciclo de secado hasta que se cumpla con el requisito requerido (un tercer ciclo de secado se debe registrar en la columna de observaciones).
- Preparar filtros suficientes para las muestras programadas, los controles y una reserva en caso de algún problema.

8.4.2. Selección de los filtros y volumen de muestra

Elegir el volumen de la muestra para obtener un resultado entre 2,5 y 200 mg de residuo seco. Si la filtración tarda 10 minutos en completarse, disminuir el volumen de la muestra.

En el caso que el peso del residuo sea menor o mayor al definido en el método, evaluar la situación con el Líder de Química para confirmar o repetir el análisis, utilizando un volumen de muestra mayor, que no agote la muestra antes de terminar su ciclo de custodia.

8.4.3. Procesamiento de la Muestra

- Sacar del desecador las cápsulas correspondientes a las muestras que se van a procesar. Instalar cada filtro en el equipo de filtración. Hacer vacío en el sistema y fijar el filtro con una pequeña cantidad de agua destilada.
- Permitir que la muestra se acondicione a temperatura ambiente y elegir un volumen de acuerdo a la muestra a procesar.
- Agitar la muestra invirtiendo el recipiente varias veces y transferir rápidamente a una probeta (tener en cuenta las indicaciones específicas indicadas en el numeral 6 de este documento, sobre el uso de pipeta o probeta); registrar el volumen de muestra en el formato de captura de datos.
- Lavar cuidadosamente las paredes del embudo de filtración con tres volúmenes sucesivos de 10 mL de agua tipo I y continuar la succión durante aproximadamente 3 minutos, después de que la filtración esté completa para retirar el exceso de humedad del filtro.

Nota 1: Al filtrar muestras con altas concentraciones de sólidos disueltos, puede requerir lavados adicionales para asegurar que el material disuelto se elimine totalmente de las paredes del embudo de filtración.

Nota 2: Antes de remover el embudo de filtración, golpear suavemente el conjunto para que el agua en exceso pase por el filtro antes de terminar la filtración.

- Retirar cuidadosamente el filtro con ayuda de unas pinzas y colocar en la cápsula de aluminio correspondiente.
- Secar el conjunto en el horno a 103-105°C durante una (1) hora; transcurrido este tiempo llevar el conjunto a un desecador y dejar enfriar por una (1) hora hasta temperatura ambiente.
- Pesar y registrar el peso del conjunto en el formato captura de datos para gravimetría en la columna peso 1ª tara.
- Repetir el ciclo de secado, enfriado y pesado hasta que la diferencia de peso sea < 0,5 mg. Registrar en el formato el nuevo peso, en la columna peso 2ª tara.
- Si se cumple con este requisito se puede decir que se ha alcanzado peso constante. En caso contrario se debe someter a un nuevo ciclo de secado hasta que se cumpla con el requisito anterior (registrar el tercer peso en la columna de observaciones).
- Tapar firmemente los recipientes que contienen el residual de cada muestra, marcar sobre la etiqueta el parámetro SST que indique la ejecución del análisis y entregar la muestra a la persona designada para el manejo del cuarto frío con el fin de que sean almacenados nuevamente.
- Registrar el uso de los equipos al terminar la jornada.
- Registrar la ejecución de los análisis en el formato de recepción de muestras y control de análisis.

Nota 3: Con este montaje, no se puede analizar sólidos suspendidos volátiles. De requerirse este parámetro, hacer el montaje desde el inicio en cápsula de porcelana.

8.4.4. Formatos

Formato entrega de muestras analistas M-S-LC-F011.

Formato Solicitud de reactivos, vidriería y materiales M-S-LC-F039.

Control de preparación de soluciones M-S-LC-F064.

Formato Rótulos de reactivos M-S-LC-F014.

Formato Control diario de manejo del equipo M-S-LC-F007.

Formato carta control exactitud MS-LC-F055.

Formato carta control precisión MS-LC-F056.

Formato captura de datos gravimétricos M-S-LC-F035.

8.4.5. Cálculo de resultados

Realizar los cálculos por medio de la siguiente ecuación:

$$\text{mgSST/L} = \frac{(A - B) \times 1000 \times 1000}{V \text{ mL}}$$

Donde:

SST: Sólidos Suspendidos Totales, en mg SST/L.

A: Peso final del conjunto (filtro + cápsula de aluminio) con el residuo seco, en mg.

B: Peso inicial del conjunto (filtro + cápsula de aluminio), en mg.

V: Volumen de muestra filtrada, en mililitros.

1000: Factor de conversión de gramo a miligramo.

1000: Factor de conversión de mililitro a litro.

Es recomendable utilizar hoja de cálculo Excel para esta actividad.



**INSTRUCTIVO DE ENSAYO
DETERMINACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES
SECADOS A 103 – 105 °C. SM 2540 D**

Código: M-S-LC-I018

Versión : 03

Fecha: 21/10/2020

Página: 8 de 10

- Realizar el redondeo final a número entero, de acuerdo con lo contenido a este respecto en el Instructivo de Aseguramiento de Calidad Analítica M-S-LC-I051.
- Registrar los datos obtenidos en la carpeta digital de correlación de variables SOLIDOS Y TURBIEDAD.xls.
- Colocar el formato en la AZ correspondiente de la técnica analítica para la revisión de los resultados del líder físico-químico y el visto bueno de la calidad del resultado. Una vez se encuentren aprobados los resultados el analista digitará los mismos en la base de datos del IDEAM.
- Antes de proceder a registrar en la base de datos, confirmar que se hayan hecho las observaciones sobre desempeño y se haya resuelto el trabajo No Conforme, si se generó.

8.4.6. Actividades finales

- Lavar el material y guardarlo una vez esté seco.
- Diligenciar el formato de recepción de muestras y control de análisis M-S-LC-F002 con la fecha de realización de análisis y firma del analista responsable de la técnica.
- Escribir las observaciones del comportamiento del estándar en las cartas de control en el formato de captura de datos.
- Una vez los resultados estén revisados y aprobados, digitar el registro de los resultados en la base de datos del IDEAM.

9. DIAGRAMA

Ver anexo 1

10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 2540 D. 23 ed., New York, 2017

11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	14/12/2017	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI. Realizado por Adriana Dueñas Moreno.
02	30/05/2019	Actualización del documento de acuerdo a la versión 23 del Standard Methods. Realizado por Adriana Dueñas Moreno. Revisión con base en la documentación relacionada. Revisión ortográfica
03	21/10/2020	Nueva versión producto de la actualización de la documentación del Sistema Integrado de Gestión.

ELABORÓ: Adriana Dueñas Moreno Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	REVISÓ: Carlos Martín Velásquez Ramírez Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	APROBÓ: Nelson Omar Vargas Martínez Subdirector de Hidrología
--	---	--

ANEXO 1. Diagrama



