

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES SECADOS A 103 – 105 °C. SM 2540 D	Código: M-S-LC-I018
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 1 de 10

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 domesticas e industriales, aguas superficiales, lluvias y subterráneas.

Esta técnica se aplica en el GLCA para el recurso hídrico superficial; el rango de aplicación es de: 4,5 – 20.000 mgSST/L.

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

Tabla 1. DATOS DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO

NOMBRE DEL METODO:		Sólidos Suspendidos Totales	
FECHA DEL INFORME DE ESTANDARIZACIÓN: 16 de Septiembre de 1999			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
• LIMITE DE DETECCION	4,5	mg/L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISION EN TÉRMINOS DE %CV	4,3	%	Std bajo 4,0 mg/L
	0,9	%	Std alto 20.000 mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	0	%	Std bajo 4,0 mg/L
	-4,4	%	Std alto 20.000 mg/L
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	4,5 – 20.000	mg/ L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL METODO	NO APLICA	mg/ L	
RECUPERACION EXPRESADO COMO %	118	%	Adicionado bajo
	98	%	Adicionado Alto

3. DEFINICIONES

CV: Coeficiente de Variación

E(%): Porcentaje de error

Ea: Estándar de concentración alta

Eb: Estándar de concentración baja

GLCA: Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES SECADOS A 103 – 105 °C. SM 2540 D	Código: M-S-LC-I018
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 2 de 10

I.A. Intervalo de Aplicación

LDM: Límite de Detección del Método

R: Porcentaje de recuperación

s: Desviación Estándar

Std: Estándar

USP: United States Pharmacopoeia

4. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

Antes de iniciar el análisis revisar el Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio y las hojas de Seguridad que reposan en el mueble ubicadas a la entrada; en el área de recepción de muestras.

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 digital
- Balanza analítica
- Bomba de vacío

5.1.1. Verificación de Equipos

- Verificar la balanza analítica con las masas antes de realizar cualquier pesaje.
- Verificar que la temperatura del horno se encuentre entre 103 y 105 °C, antes de proceder con la determinación del análisis.

5.2 REACTIVOS

- Agua destilada
- Colin coloidal USP

5.3 MATERIALES Y VIDRIERIA

- 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 de 100, 250 y 500 mL.
- 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 suspendiendo la operación de filtrado cuando el tiempo de filtración haya superado los 10 minutos.

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

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.

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 siguiente tabla.

Tabla 2. CONTROL DE CALIDAD MÉTODO 2540 D.

Calibración o Estandarización	Muestra Control (QCS)	Blanco del Método (MB)	Blanco Fortificado En Laboratorio (LFB)	Duplicado	Blanco Fortificada En Laboratorio (LFB)
-	-	X	-	X	-

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

- Realizar un blanco diariamente o por cada lote de 20 muestras, lo que sea más frecuente. El valor obtenido debe ser menor o igual a la mitad del límite de cuantificación del método, de no obtener el valor anterior se debe proceder al re-análisis del lote de muestras.

- Realizar el duplicado de una muestra al azar. 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 replicabilidad del método. El porcentaje de la diferencia entre los duplicados no debe ser mayor al 10%; si la variación excede este límite, debe repetirse el análisis.
- En el análisis de muestras se debe considerar la lectura de un estándar de baja concentración (50 mgSST/L) y uno de alta concentración (500 mgSST/L). Los resultados de los análisis de los estándares de control deben encontrarse dentro de los límites establecidos en la carta de control del método; si el resultado analítico cae fuera de los límites de control normales, revisar el procedimiento realizado para determinar que ocurrió. No realizar más análisis hasta verificar que paso, comunicar la anomalía al Líder de Análisis, revisar e iniciar nuevamente la marcha analítica cuando el Líder de Análisis de la autorización..

Diligenciar los datos en el formato correspondiente a captura de datos de métodos gravimétricos reportando en número entero y entregar al líder del grupo de análisis fisicoquímicos.

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.

Los sólidos coloidales consisten en limo fino, bacterias, partículas causantes de color, virus, etc., los cuales no sedimentan sino después de periodos razonables, y su efecto global se traduce en el color y la turbiedad de aguas sedimentadas sin coagulación. Los sólidos disueltos, materia orgánica e inorgánica, son invisibles por separado, no son sedimentables y globalmente causan diferentes problemas de olor, sabor, color y salud, a menos que sean precipitados y removidos mediante métodos físicos y químicos.

El método se aplica en este laboratorio para la matriz agua. Está validado para el intervalo de 4,5 a 20000 mgSST/L. Es un método gravimétrico que 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; el residuo que queda retenido se seca a 103-105°C. El incremento en el peso del filtro representa la cantidad de sólidos suspendidos totales.

8.2 TOMA Y PRESERVACIÓN DE MUESTRA

Tomar la muestra en tal forma que no contenga partículas flotantes grandes o aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos. Utilizar frascos plásticos de polipropileno de por lo menos 500 mL de capacidad.

Refrigerar la muestra a 4°C hasta el momento del análisis para minimizar la descomposición microbiológica de los sólidos. Antes de iniciar el análisis, llevar la muestra a temperatura ambiente. Efectuar el análisis dentro de los siete (7) días siguientes a la toma de la muestra.

 <p>Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES SECADOS A 103 – 105 °C. SM 2540 D	Código: M-S-LC-I018
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 5 de 10

8.3 LIMPIEZA DE LA VIDRIERÍA

Lavar el material de vidrio que se utiliza en este método como indica el procedimiento general de lavado que se sigue en el laboratorio.

8.4 EJECUCIÓN DE LA TÉCNICA

8.4.1 Procedimiento de Preparación de Estándares

En un vaso de 250 mL colocar alrededor de 10 gramos de caolín y secarlo a 103-105°C durante dos horas, como mínimo. Dejar enfriar dentro de un desecador, hasta temperatura ambiente.

Preparar las siguientes muestras como control de calidad:

Estándar Control Concentración de 50 mgSST/L.: Pesar directamente en un vaso de 250 mL 0.0050 g de caolín y adicionar 100 mL de agua destilada medidos con una probeta. Agitar para homogeneizar. Peso esperado de residuo seco = 5 mg

Estándar Control Concentración 500 mgSST/L. Pesar directamente en un vaso de 250 mL 0.050 g de caolín y adicionar 100 mL de agua destilada medidos con una probeta. Agitar para homogeneizar. Peso esperado de residuo seco = 50 mg.

NOTA: Peso necesario de caolín para preparar 100 mL de suspensión = 0,0050 g. Si el caolín se mantiene en el desecador, no requiere ser secado cada vez que se va a utilizar.

8.4.2 Procedimiento de Análisis

8.4.2.1 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 de forma consecutiva.
- 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 20 mL de agua destilada, 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 105°C por 1 hora.
- Bajar del horno y llevar el conjunto a un desecador, dejar enfriar aproximadamente por 15 minutos hasta temperatura ambiente.
- Pesar y registrar el peso del conjunto en el formato correspondiente en la columna tara 1.
- Repetir el ciclo de secado, enfriado y pesado hasta que el cambio de peso sea inferior al 4% del pesaje anterior o 0,5 mg, lo que sea menor. Registrar en el formato el nuevo peso. Mantener el conjunto en un desecador hasta que se vaya a utilizar; registrar en columna tara 2.

 <p> IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales </p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES SECADOS A 103 – 105 °C. SM 2540 D	Código: M-S-LC-I018
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 6 de 10

- 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 (un tercer ciclo de secado se debe registrar en la columna de observaciones).

8.4.2.2 Procesamiento de la Muestra

- Sacar del desecador las capsulas correspondientes a las muestras que va 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 muestra que produzca un residuo entre 2,5 y 200 mg.
- Agitar la muestra invirtiendo el recipiente varias veces.
- De la muestra recién agitada, transferir rápidamente en un vaso de precipitados, un volumen mayor a la alícuota que se va a utilizar para realizar el análisis. Homogenizar la muestra con un agitador magnético a una velocidad que permita reducir el tamaño de partícula y lograr una muestra más homogénea.
- Tomar de la muestra bien homogenizada una alícuota con una pipeta, durante el proceso de agitación, desde el punto medio del recipiente evitando el vórtice y transferirla sobre el filtro de fibra de vidrio, registrar el volumen en el formato de captura de datos.
- Lavar el filtro con tres volúmenes sucesivos de 10 mL de agua grado reactivo y continuar la succión durante aproximadamente 3 minutos después de que la filtración esté completa para retirar el exceso de humedad del filtro.
- 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 1 hora.
- Llevar el conjunto a un desecador y dejar enfriar 1 hora hasta temperatura ambiente.
- Pesar y registrar el peso del conjunto en el formato captura de datos para gravimetría en la columna peso 1
- Repetir el ciclo de secado, enfriado y pesado hasta que el cambio de peso sea inferior al 4% del pesaje anterior o 0,5 mg, lo que sea menor. Registrar en el formato el nuevo peso, en la columna peso 2.
- 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 frascos que contienen el residual de cada muestra. Entregarlos a la persona designada para el manejo del cuarto frío con el fin de que sean almacenados nuevamente.

Nota: Si requiere determinar solidos volátiles, conservar la membrana proveniente de la determinación de los sólidos suspendidos.

8.5 CÁLCULO DE RESULTADOS

Realizar los cálculos por medio de la siguiente ecuación:

$$SST = \frac{(A - B)1000}{V}$$

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES SECADOS A 103 – 105 °C. SM 2540 D	Código: M-S-LC-I018
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 7 de 10

Donde:

SST: Sólidos Suspendidos Totales, en mgSST/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 mL.

Registrar los resultados en el formato captura de datos por gravimetría en números enteros.

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. 22ed., New York, 2012
- Instructivo lavado material de vidrio.
- Disposición final de residuos.
- Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio
- Aseguramiento de calidad.
- Verificación y auditoría de datos analíticos
- Aseguramiento de control de calidad analítica
- Solicitud de muestras para análisis
- Solicitud de reactivos, vidriería y materiales
- Rótulos de reactivos

11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	14/12/2017	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI

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



