

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN EL
LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDIO

CONTENIDO

1.	OBJETIVO	2
2.	ALCANCE	2
3.	RESPONSABLES	2
4.	TERMINOS Y DEFINICIONES	2
5.	REFERENCIA NORMATIVA / DOCUMENTOS REFERENCIALES	2
6.	CONDICIONES GENERALES / POLÍTICAS DE OPERACIÓN.....	2
6.1	ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL	2
6.2	MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS	3
6.2.1	MATERIALES	3
6.2.2	EQUIPOS	3
6.2.3	REACTIVOS.....	3
6.3	CONDICIONES AMBIENTALES REQUERIDAS.....	3
6.4	LIMITACIONES E INTERFERENCIAS	3
6.5	CONTROLES Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD	4
7.	DESARROLLO	5
7.1	FUNDAMENTO TÉCNICO	5
7.2	DESCRIPCION DE LA METODOLOGIA ANALITICA	5
7.2.1	TOMA, PRESERVACIÓN, TRANSPORTE Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRA	5
7.2.3	CALCULOS	6
9.	FORMATOS PARA REGISTRO DEL PROCESO ANALITICO Y DE LOS RESULTADOS.....	7

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

1. OBJETIVO

Determinar la cantidad de Sólidos Suspendidos Totales secados entre 103 a 105°C en agua, por el método gravimétrico, SM 2540 B.

2. ALCANCE

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

3. RESPONSABLES

La ejecución del presente procedimiento es responsabilidad en orden decreciente de la dirección técnica, los analistas de laboratorio y los auxiliares técnicos.

4. TÉRMINOS Y DEFINICIONES

Filtración: proceso de separación de sólidos en suspensión en un líquido mediante un proceso poroso que retiene los sólidos y permite el pasaje del líquido.

Sólidos suspendidos totales (SST): Los sólidos suspendidos totales hacen referencia al material particulado que se mantiene en suspensión en las corrientes de agua superficial y/o residual.

5. REFERENCIA NORMATIVA / DOCUMENTOS REFERENCIALES

NTC-ISO/IEC 17025:2005, Requisitos Generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración

Determinación de Sólidos Suspendidos secados entre 103-105°C. Método gravimétrico SM 2540D. Método estándar para el análisis de agua y aguas residuales APHA-AWWA-WEF. Edición 23 (2017) p 2-70 a p 2-71.

6. CONDICIONES GENERALES / POLÍTICAS DE OPERACIÓN

6.1 ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

Antes de iniciar el análisis revisar instructivo para el aseguramiento de la calidad de los ensayos en el laboratorio de aguas de la Universidad del Quindío M.EDS-04.LA.INT.14. Utilizar como protección personal delantal de laboratorio, guantes de nitrilo, monogafas, pinzas.

Adicionalmente conocer las Hojas de seguridad de los productos químicos manejados, y mantenerlas al alcance de todo el personal del Laboratorio de Aguas.

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

6.2 MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

6.2.1 Materiales

El material volumétrico utilizado en este método debe ser de clase A con certificado de calibración o verificado de acuerdo con el procedimiento de verificación de material volumétrico.

- Embudo Gooch
- Discos de fibra de vidrio 47mm
- Probeta de 100 mL
- Balones aforados (1000 mL)
- Sistema de filtración
- Desecador
- Pinza metálica para manipular filtro

6.2.2 Equipos

Los equipos deben ser verificados y/o ajustados de acuerdo con el instructivo. Registrar los resultados en el formato de registro M.EDS-04. LA.F.01 Registro datos primarios ensayos fisicoquímicos.

- Balanza Analítica
- Horno de secado
- Nevera
- Bomba de vacío
- Cronómetro

6.2.3 Reactivos

En un plato de aluminio agregar alrededor de 10 gramos de estándar de caolín y secar en un horno entre 103-105°C durante dos horas aproximadamente, como mínimo. Deje enfriar dentro de un desecador, hasta temperatura ambiente.

Prepare las siguientes muestras como control de calidad:

- **Solución estándar 100 mg/L:** Pesar 0.100 g de caolín y disolver en 1000 mL de agua desionizada. registrar en el M.EDS-04. LA.F.03 Preparación de reactivos.

6.3 CONDICIONES AMBIENTALES REQUERIDAS

Las condiciones ambientales no son críticas para la ejecución de este ensayo, ni tienen influencia sobre el resultado obtenido.

6.4 LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Antes de iniciar el análisis, excluya el material grueso o partículas flotantes no homogéneas, o de naturaleza extraña al resto de la muestra. Aguas altamente mineralizadas con contenidos significativos de calcio, magnesio, cloruro o sulfato puede ser higroscópicas y requerir un secado prolongado, una desecación adecuada y un pesaje rápido.

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

Dispersar con un mezclador la grasa y el aceite flotantes, antes de separar una porción de muestra para el análisis. Teniendo en cuenta de que se puede formar una capa hidrófila por un exceso de residuo, limitar el tamaño de muestra de tal manera que se obtenga como mínimo 2.5 mg y máximo 200 mg de residuo.

Lavar el filtro después de cada muestra con agua desionizada para asegurar la remoción del material. Si los sólidos suspendidos obstruyen el filtro, prolongando la filtración, considere aumentar el diámetro del filtro o disminuir el volumen de la muestra. Cuando las muestras contienen altas concentraciones de sólidos disueltos, lave minuciosamente todas las superficies expuestas del filtro para asegurarse de que se elimine el material disuelto.

Los tiempos de filtración prolongados resultantes de la obstrucción de material en el filtro, produce resultados elevados debido a la excesiva retención de materia coloidal en el filtro. Si el material suspendido taponar el filtro y prolonga la filtración, la diferencia entre los sólidos totales y los sólidos disueltos totales pueden dar un estimativo de los sólidos suspendidos totales, sólo en el caso que no se puede realizar nuevamente el análisis.

6.5 CONTROLES 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 1.

Tabla 1. Control de calidad necesarios para la técnica de sólidos suspendidos totales

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

Tomados del SM Tabla 2020: II (-Control de calidad no es obligatorio para el método)

Para aquellos valores que sean inferiores al Límite de cuantificación de método se informara “<LCM mg/L” (valor a definir después de haber realizado análisis estadístico). La dirección técnica del laboratorio revisa la información consignada en los registros y autoriza para el procesamiento de informes.

Por cada lote de 20 muestras o menos se deben realizar los siguientes controles:

- Blanco con agua desionizada (MB)
- Estándar caolín mg/L (Para SST inferiores o iguales a 200 mg/L)
- Cartas control 100 mg/L (LFB)
- Analizar un duplicado de una muestra escogida aleatoriamente para evaluar el porcentaje de diferencia relativa (RPD) el cual debe de ser inferior al 10 %.
- Registrar las iniciales del analista y la fecha de análisis en las casillas correspondientes y graficar el valor de cada estándar. 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. No realizar más análisis hasta verificar que sucede, comunicar la anomalía al líder de análisis y revisar, iniciar nuevamente la marcha analítica cuando el líder de análisis lo ordene.
- Agua desionizada para preparación de estándar y soluciones de trabajo con una conductividad eléctrica menor a 1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25°C y con un pH mayor a 5.6 e inferior a 7.3.

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

- Refrigerar la muestra a 6°C hasta el momento del análisis para minimizar la descomposición microbológica de los sólidos.

7. DESARROLLO

7.1 FUNDAMENTO TÉCNICO

El término sólido se refiere a la materia suspendida (no filtrable) y disuelta (filtrable), presente en aguas (naturales, tratadas, o residuales). Los sólidos pueden afectar en forma adversa la calidad de un cuerpo de agua o un efluente en muchas formas. La evaluación de sólidos suspendidos totales se requiere en los análisis de aguas residuales para valorar su concentración, y la calidad de las fuentes de agua superficial o subterránea, para determinar la eficiencia de las unidades de tratamiento.

Es un método que se basa en la retención de las partículas sólidas de una muestra homogeneizada que se pasa a través de un filtro de fibra de vidrio previamente activado y secado en un horno entre 103-105°C hasta lograr un peso constante. El incremento del peso del filtro representa los sólidos suspendidos.

La temperatura a la cual el residuo se seca incide en los resultados, debido a que la pérdida de peso por la volatilización de la materia orgánica, agua mecánicamente ocluida, agua de cristalización y gases a partir de la descomposición química termo-inducida, como bien la ganancia de peso debido a la oxidación, dependen de la temperatura y el tiempo de calentamiento. Cada muestra requiere especial atención al desecarse después del secado.

Secar las muestras a peso constante si es posible, esto implica múltiples ciclos de secado-enfriado -pesado para cada determinación.

7.2 DESCRIPCION DE LA METODOLOGIA ANALITICA

7.2.1 TOMA, PRESERVACIÓN, TRANSPORTE Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRA

Usar recipientes de plástico o vidrio refractario, teniendo siempre en cuenta que el material en suspensión no debe adherirse a las paredes del recipiente, iníciase el análisis lo antes posible, pues resulta poco útil preservar la muestra. Refrigerarse a 6°C hasta realizar el análisis, para reducir al mínimo la descomposición microbológica de los sólidos. Antes de iniciar el análisis, se debe llevar las muestras a temperatura ambiente, y homogenizarla agitándola vigorosamente. Se prefiere no almacenar la muestra por un tiempo mayor de 24 horas y por ningún concepto guardarlas por más de 7 días. Las muestras se codifican en el M.EDS-04. LA.F.05 Rótulo de Muestras, mediante un código único el cual será su identificación durante su permanencia en el laboratorio de acuerdo a la información registrada en el M.EDS-04. LA.F.06 Registro de Ingreso de muestras

7.2.2 PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

Preparación de las fibras de vidrio

Insertar el filtro de vidrio en el sistema de filtración con el lado corrugado hacia arriba. Aplicar vacío y lavar con tres porciones de agua desionizada en proporciones de 20 mL cada una. Aplicar vacío hasta eliminar el exceso

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

de agua. Retirar el filtro con una pinza y transferirlo en un plato de aluminio inerte y después llevarlo a un horno a una temperatura entre 103 y 105 °C, secarlo por una hora (1 hora). Trasladar con unas pinzas el plato de aluminio a un desecador a temperatura ambiente mínimo por una hora y pesar. Repetir el ciclo de secado, enfriado y pesado hasta lograr un peso constante, que se da cuando la diferencia entre los resultados sea una diferencia de 0,5 mg.

- Pesar y registrar el peso de la cápsula en el formato M.EDS-04. LA.F.01 Registro datos primarios ensayos fisicoquímicos.

Procesamiento de la muestra

Las muestras deben estar a temperatura ambiente, seleccionar un volumen de muestra entre 2,5 y 200 mg de residuo seco (dependiendo del origen de la muestra)

1. Homogenizar la muestra a analizar con la ayuda de un agitador magnético durante dos minutos (mínimo), en caso de no tener agitador magnético agitar manualmente.
2. Colocar en el equipo de filtración la fibra de vidrio humedeciendo con una pequeña cantidad de agua desionizada para fijar el filtro en el mismo (La parte corrugada hacia arriba).
3. Transfiera un volumen medido de muestra a través del filtro de vidrio (dependiendo del origen de la muestra)
4. Lavar tres veces con un volumen de 10 mL de agua deionizada y aplicar vacío hasta sequedad
5. Retire cuidadosamente el filtro del equipo de filtración, y colocarlo en plato de aluminio
6. Secar en horno a 103-105°C durante una hora aproximadamente
7. Enfríe la cápsula en el desecador
8. Pesar
9. Repita la operación hasta peso constante

Nota: Repetir el ciclo de secado, enfriamiento, desecado y pesado hasta obtener un peso contante o hasta que la perdida de peso sea menor a 0,5 mg.

- Analizar por duplicado al menos el 10% de todas las muestras.
- Registrar todos los datos obtenidos en el formato M.EDS-04. LA.F.01 Registro datos primarios ensayos fisicoquímicos.

7.2.3 CALCULOS

$$SST \frac{mg}{L} = \frac{(A - B) \times 1 \times 1000 \times 1000}{V(mL)}$$

Donde:

SST: Sólidos solubles Totales en mg/L

A: Peso final de la capsula más el residuo en mg (se escoge el valor menor registrado)

B: Peso inicial de la cápsula en mg

V: volumen de muestra en mL

1000: factor de conversión de mililitro a litro.

1000: factor de conversión de gramo a miligramo

**INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN EL
LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO**

8. FORMATOS PARA REGISTRO DEL PROCESO ANALITICO Y DE LOS RESULTADOS

M.EDS-04.LA.F.01 Registro datos primarios ensayos fisicoquímicos

M.EDS-04.LA.F.02 Carta de control del método

M.EDS-04.LA.F.03 Preparación de reactivos

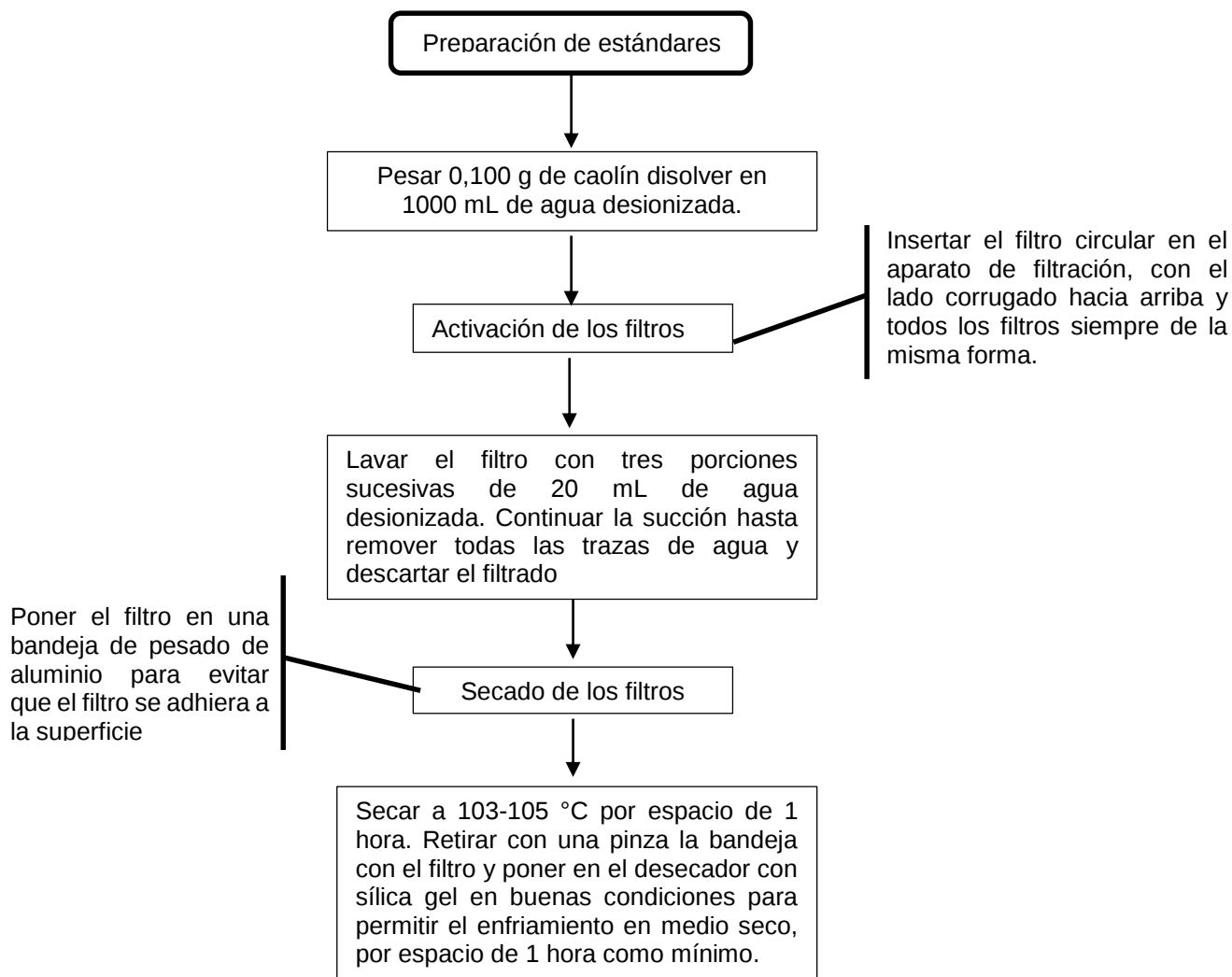
M.EDS-04.LA.F.05 Rótulo de Muestras

M.EDS-04.LA.F.06 Registro de Ingreso de muestras

Elaboró: Jonathan Henao Valencia - Analista Laboratorio de Aguas	Revisó: Lina Marcela León Gallón Dirección técnica - Laboratorio de Aguas Diana Milena Cardona Lindo – Profesional Apoyo Acreditación de Laboratorios	Aprobó: Luis Fernando Polanía Obando – Vicerrector de Extensión y Desarrollo Social
<u>Fecha:</u> 2019/11/20	<u>Fecha:</u> 2020/02/12	<u>Fecha:</u> 2020/02/20

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN EL
LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

9. FLUJOGRAMA



INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN EL
LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

Análisis de la muestra

