



Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales
Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia

SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL

Código TP 0088

Fecha de elaboración: 02/082007

Versión: 03

Página: 1 de 7

SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN AGUA SECADOS A 103 – 105 °C.

TÍTULO: SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN AGUA SECADOS A
103 – 105 °C.

CÓDIGO: TP0088

VERSIÓN: 03

COPIA N°: _____

ELABORADO POR:

ANA MARÍA HERNÁNDEZ H
ING. QUIMICA U.N.

REVISADO POR:

ROCIO DEL PILAR BOJACA B.
QUIMICA U.N.

APROBADO POR:

MARTA ELENA DUQUE S.
Coordinadora GLCA

* Este documento debe ser revisado por lo menos cada **dos años**.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código TP 0088	Fecha de elaboración: 02/082007	Versión: 03
SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN AGUA SECADOS A 103 – 105 °C.			

DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN AGUA SECADOS

A 103 –105°C

1. INTRODUCCIÓN

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 mg/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.

2. DEFINICIONES

Eb: Estándar de concentración baja
 Ea: Estándar de concentración alta
 LDM: Límite de Detección del Método
 I.A. Intervalo de Aplicación
 s: Desviación Estándar
 CV: Coeficiente de Variación
 R: Porcentaje de recuperación
 E(%): Porcentaje de error
 Std: Estándar

3. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

Utilice los implementos de seguridad, de acuerdo con lo señalado en el instructivo AI0174 (Bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad, tapabocas o respirador con cartuchos adecuados).



4. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Antes de iniciar el análisis, retire 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 costra que impide el paso del agua, limite el tamaño de muestra suspendiendo la operación de filtrado cuando el tiempo de filtración haya superado los 10 minutos.

5. RESULTADOS DE LA VALIDACIÓN DEL METODO

En la Tabla 1 se presentan los valores obtenidos experimentalmente para cada uno de los parámetros de validación del método. El procedimiento seguido para la validación está documentado en la “Carpetita de Validación del Método” (Código TC0293).

➤ CUADRO PARÁMETROS DE ESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO

Sólidos Suspendidos			
NOMBRE DEL METODO: Totales			
CÓDIGO DEL PSO: TP0088			
FECHA DEL INFORME DE ESTANDARIZACIÓN: 16 de Septiembre de 1999			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
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



6. TOMA Y PRESERVACIÓN DE MUESTRA

Tome la muestra en tal forma que no contenga partículas flotantes grandes o aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos.

Utilice frascos plásticos de polipropileno de por lo menos 500 mL de capacidad.

Refrigere la muestra a 4°C hasta el momento del análisis para minimizar la descomposición microbiológica de los sólidos. Antes de iniciar el análisis, lleve la muestra a temperatura ambiente.

Efectúe el análisis dentro de los siete días siguientes a la toma de la muestra.

7. APARATOS, REACTIVOS, MATERIALES Y VIDRIERIA

7.1 APARATOS

7.1.1. Horno digital (ED 53 WTB Binder)

7.1.2. Balanza analítica de cuatro cifras decimales (Mettler Toledo AG 204)

7.1.3. Bomba de vacío (Emerson Gast)

7.2 REACTIVOS

7.2.1. Agua destilada

7.2.2. Caolín coloidal USP (United States Pharmacopoeia XIII)

7.3 MATERIALES Y VIDRIERIA

7.3.1. Botellas de Polipropileno.

7.3.2. Aparato completo para filtración por membrana, fabricado en plástico (policarbonato), para membranas de 47 mm de diámetro, capacidad de 250 mL, para ser utilizado para filtración al vacío o a presión, con recipiente receptor de filtrado.

7.3.3. Filtros de fibra de vidrio Ref: S&S GF6, diámetro 47 mm, REF 10370019

7.3.4. Cápsulas de aluminio de 65 mm de diámetro, para pesar.

7.3.5. Pinzas metálicas para manejo de las cápsulas de aluminio y de los filtros de fibra de vidrio.

7.3.6. Microespátula metálica para manejo de los filtros de fibra de vidrio.

7.3.7. Desecador para SST.

7.3.8. Probetas de vidrio de 100, 250 y 500 mL.

7.3.9. Frasco lavador.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código TP 0088	Fecha de elaboración: 02/082007	Versión: 03
SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN AGUA SECADOS A 103 – 105 °C.			

8. LIMPIEZA DE LA VIDRIERÍA

El material de vidrio que se utiliza en este método se lava siguiendo el procedimiento general de lavado que se sigue en el laboratorio y que se describe en el documento TP0125.

9. PREPARACION DE ESTÁNDARES DE CONTROL DE CALIDAD

En un vaso de 250 mL coloque alrededor de 10 gramos de caolín y séquelo a 103-105°C durante dos horas, como mínimo. Deje enfriar dentro de un desecador, hasta temperatura ambiente. Prepare las siguientes muestras como control de calidad:

ESTÁNDAR CONTROL Concentración 50 mg/L. Prepárelo diariamente.

Peso necesario de caolín para preparar 100 mL de suspensión = 0,0050 g. Si mantiene el caolín en el desecador, no se requiere secarlo cada vez.

Preparación: Pese directamente en un vaso de 250 mL 0.0050 g de caolín y adicione 100 mL de agua destilada medidos con una probeta. Agite para homogeneizar.

Peso esperado de residuo seco = 5 mg

ESTÁNDAR CONTROL Concentración 500 mg/L. Prepárelo diariamente.

Peso necesario de caolín para preparar 100 mL de suspensión = 0,0500 g. Si mantiene el caolín en el desecador, no se requiere secarlo cada vez.

Preparación: Siga el procedimiento indicado anteriormente para el patrón de 50 mg/L

Peso esperado de residuo seco = 50 mg.

10. PROCEDIMIENTO.

10.1. Preparación del filtro o disco de fibra de vidrio: Siempre maneje el disco mediante pinzas metálicas y/o microespátula metálica. No manipule el filtro con la mano.

10.1.1 Marque cada cápsula de aluminio con un número, de forma consecutiva.

10.1.2 Coloque el disco sobre el soporte, con el lado rugoso hacia arriba, aplique vacío.

10.1.3 Lave el disco con tres porciones sucesivas de 20 mL de agua destilada, medidos con probeta.

10.1.4 Deje el vacío durante 1 minuto adicional para secar el disco.

10.1.5 Cuidadosamente y con la ayuda de una microespátula o de unas pinzas, retire el disco y colóquelo dentro de la cápsula de aluminio correspondiente.

10.1.6 Seque el conjunto (cápsula de aluminio + disco) en el Horno precalentado a 105°C por 1 h.

10.1.7 Lleve el conjunto a un desecador y deje enfriar aproximadamente por 15 minutos, hasta temperatura ambiente.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código TP 0088	Fecha de elaboración: 02/082007	Versión: 03
SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN AGUA SECADOS A 103 – 105 °C.			

- 10.1.8 Pese y registre el peso del conjunto en el formato correspondiente TF0067, en la columna Tara 1.
- 10.1.9 Repita el ciclo de secado, enfriado y pesado. Registre en el formato el nuevo peso. Mantenga el conjunto en un desecador hasta que se vaya a utilizar; registre en columna tara 2.
- 10.1.10 La máxima variación aceptada en el peso del conjunto es de cinco unidades en la cuarta cifra decimal. 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 registra en la columna de observaciones).
- 10.2 Procesamiento de la muestra.
- 10.2.1 Saque del desecador el conjunto correspondiente a la muestra que va a procesar. Instale el disco en el equipo de filtración. Haga vacío en el sistema y fije el disco con una pequeña cantidad de agua destilada.
- 10.2.2 Agite invirtiendo el recipiente de la muestra varias veces.
- 10.2.3. De la muestra recién agitada, tome rápidamente una alícuota medida con probeta, transfiera cuantitativamente al filtro y registre el volumen total filtrado en el formato TF0067.
- 10.2.4 Deje el vacío por un minuto más para retirar el exceso de humedad del filtro.
- 10.2.5 Retire cuidadosamente el disco con ayuda de una microespátula y colóquelo en la cápsula de aluminio correspondiente.
- 10.2.6 Seque el conjunto en el Horno a 103-105°C, durante 1 hora.
- 10.2.7 Lleve el conjunto a un desecador y deje enfriar aproximadamente por 15 minutos, hasta temperatura ambiente.
- 10.2.8 Pese y registre el peso del conjunto en el formato TF0067, en la columna Peso 1
- 10.2.9 Repita el ciclo de secado, enfriado y pesado. Registre en el formato el nuevo peso, en la columna peso 2.
- 10.2.10 La máxima variación aceptada en el peso del conjunto es de cinco unidades en la cuarta cifra decimal. 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 (registre el tercer peso en la columna de observaciones).
- 10.2.11 Tape firmemente los frascos que contienen el residual de cada muestra. Entréguelos a la persona designada para el manejo del cuarto frío con el fin de que sean almacenados nuevamente.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código TP 0088	Fecha de elaboración: 02/082007	Versión: 03
SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN AGUA SECADOS A 103 – 105 °C.			

11. PROCESAMIENTO DE DATOS Y CALCULO DE RESULTADOS

Efectúe los cálculos por medio de la ecuación:

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

Donde:

SST: Sólidos Suspendidos Totales, en mg/L

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

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

V: Volumen de muestra filtrada, en mL.

Registre los resultados en el formato TF0067, con dos cifras significativas.

12. CONTROL DE CALIDAD Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

12.1 En el análisis de muestras debe considerar la lectura de un estándar de baja concentración (50 mg/L) y uno de alta concentración (500 mg/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, deben revisarse los reactivos y material de vidrio. El análisis solo se puede reanudar cuando se corrija el problema.

12.2 Se debe procesar un duplicado por cada 20 muestras analizadas (por lo menos uno). 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.

12.4 Los resultados son diligenciados en el formato TF0067 correspondiente a captura de datos de métodos gravimétricos reportando dos cifras significativas, y deben ser entregados al líder del grupo de análisis fisicoquímicos.

13. BIBLIOGRAFIA

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. *American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 20ed., New York, 1998*

Instructivo IS0174. Documentación de la Calidad. Sistema de Calidad del Laboratorio del Ideam

Carpeta de Validación del Método (Código CV0293), *Documentación de la Calidad. Sistema de Calidad del Laboratorio del Ideam.*

Procedimiento relacionado, PR, código PC0125. *Documentación de la Calidad. Sistema de Calidad del Laboratorio del Ideam.*

ROMERO ROJAS, J.A., Calidad del Agua Escuela Colombiana de Ingeniería 2002.