

 UNIVERSIDAD DE LOS LLANOS®	PROCESO DE GESTION DE APOYO A LA ACADEMIA		
	INSTRUCTIVO PARA DETERMINAR SOLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN AGUAS		
	Código: IN-GAA-116	Versión: 05	Fecha de aprobación: 03/08/2022

1. Objetivo

Determinar el contenido de sólidos suspendidos totales, en muestras de agua, según la norma SM 2540 D, método gravimétrico, asegurando la entrega oportuna de resultados confiables a nuestros clientes y su satisfacción en la prestación del servicio.

2. Alcance

Este instructivo aplica para el análisis de aguas residuales no domésticas, aguas residuales domésticas, aguas subterráneas, aguas superficiales.

3. Referencias Normativas

- American Public Health Association, American Water Works Association & Water Environment Federation. STANDARD METHODS: For the Examination of Water and Wastewater, 23RD Edition, American Public Health Association 800 I Street, NW. Washington D.C., 2017. ISBN 978-087553-287-5.
- Instructivo para determinar sólidos suspendidos totales, fijos y volátiles en aguas. Gestión de Tecnología de Negocio. Centro de Innovación y Tecnología. Departamento de Servicio Técnico de Laboratorio de Transporte y Transversales. Laboratorio de Aguas y Suelos. Instituto Colombiano de Petróleo.

4. Definiciones

- **Analito:** especie química que se analiza.
- **Blanco:** agua reactivo o matriz equivalente que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos disolventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra problema.
- **Blanco fortificado:** es una herramienta estadística que garantiza la calidad de los resultados, permite llevar un control sobre las pruebas y a su vez sobre los equipos, con relación al tiempo o secuencia de las mediciones, en donde se establecen límites estadísticos, que pueden ser preventivos, de peligro o de acción.
- **Material de referencia certificado:** material de referencia, acompañado de un certificado, en el que una o más de sus propiedades está certificada por un procedimiento que establece trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la que se expresa dicha propiedad, y para el que cada valor certificado está asociado a una incertidumbre con un nivel de confianza determinado.
- **Muestra:** parte representativa de la materia objeto del análisis.
- **NIST:** Instituto Nacional para Estándares y Tecnología.
- **Patrón:** medida materializada, instrumento de medición, material de referencia o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad o uno o más valores de una magnitud para servir de referencia.
- **SM:** Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.

5. Condiciones Generales

Los sólidos suspendidos son aquellos que se retienen en un filtro con tamaño de poro nominal de 2.0 μm o menos. Sólidos fijos es el término aplicado al residuo de sólidos totales, suspendidos o disueltos después de calentar a sequedad por un tiempo y a una temperatura determinada. Los sólidos que permanecen en la membrana corresponden a la fracción de sólidos fijos suspendidos.

La determinación de sólidos suspendidos, no distingue entre materia orgánica e inorgánica porque la pérdida durante el secado no es confinada solo a materia orgánica, el secado puede incluir pérdida por descomposición o volatilización de algunas sales minerales.

5.1 Método gravimétrico

La muestra es filtrada y el residuo retenido en el filtro se seca hasta peso constante a una temperatura entre 103°C - 105°C durante 1 hora. El incremento en el peso del filtro representa los sólidos suspendidos totales.



Interferencias.

- Se deben excluir de la muestra todas aquellas partículas grandes flotantes o aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos, si se determina que su exclusión no afecta el resultado final.
- En muestras con alto contenido de grasas y aceites, quitar la capa de grasa de la muestra antes del análisis.
- La excesiva cantidad de residuo en el recipiente de secado puede formar una capa que atrapa el agua dificultando el proceso de secado. Por lo tanto, se debe limitar el tamaño de la muestra para obtener residuos menores a 200 mg.

NOTA 1: Si la filtración se prolonga considere modificar el tamaño del poro o reducir el volumen de la muestra.

5.2 Muestreo, preservación y almacenamiento.

Tomar muestras representativas siguiendo las instrucciones dadas en el SM 1060. Las muestras pueden ser recolectadas en recipiente de vidrio o plástico, y pueden ser muestras puntuales o compuestas. Usar recipientes en los cuales el material en suspensión no se adhiera a las paredes. El análisis se debe iniciar tan pronto como sea posible, refrigerar hasta el momento del análisis para evitar la descomposición microbológica de los sólidos. Preferiblemente no almacenar las muestras por más de 24 horas y en ningún caso exceder los 7 días, antes del análisis llevar las muestras a temperatura ambiente.

NOTA 2: para la determinación de los sólidos, se recomienda homogenizar bien la muestra y hacer estos análisis después del pH y la conductividad.

5.3 Materiales, equipos y reactivos.

5.3.1 Materiales.

- Material volumétrico de diferentes volúmenes.
- Vasos de precipitados de diferentes volúmenes.
- Vidrio de reloj.
- Caja Petri (Pyrex).
- Membranas de filtración de fibra de vidrio (1.6 µm).
- Filtro con microfibra de vidrio 47 mm.
- Erlenmeyer con desprendimiento lateral.

5.3.2 Equipos.

- Horno o estufa de secado para operar entre 103°C - 105°C
- Plancha de Calentamiento
- Desecador provisto de agente desecante (sílica gel)
- Balanza Analítica
- Agitador Magnético con barras agitadoras revestidas de teflón
- Bomba de vacío

5.3.3 Reactivos.

- Tierra diatomácea (macerar previamente) o fécula de maíz.
- Cloruro de Sodio

Blanco fortificado 100 mg/L: pesar 100 mg de tierra diatomácea y 100 mg de NaCl, disolver en agua tipo II y/o destilada, trasvasar a un balón aforado de 1000 mL y aforar hasta la marca con agua tipo II y/o destilada.

6. Contenido

A continuación, se presentan las actividades para desarrollar el análisis de sólidos suspendidos totales en matrices acuosas.



6.1 Preparación del recipiente de la membrana filtrante.

Para desarrollar el análisis de sólidos suspendidos totales, es importante tener en cuenta lo siguiente:

- La manipulación del filtro con microfibra de vidrio debe realizarse utilizando pinzas adecuadas.
- Armar el equipo de filtración al vacío (bomba y membrana de fibra de vidrio)
- Colocar el filtro con microfibra de vidrio en la membrana de filtración, aplicar vacío; lavar la membrana con 3 porciones sucesivas de 20 mL de agua grado reactivo.
- Retirar el filtro del equipo de filtración, colocarla en un vidrio de reloj o caja Petri (Pyrex), y llevarla a la estufa durante 1 hora a 103°C – 105°C.
- Enfriar en desecador y pesar el filtro.

6.2 Análisis de muestras.

6.1.1 Sólidos suspendidos totales.

- Escoger un volumen de muestra que produzca un residuo entre 2.5 y 200 mg. Si el volumen filtrado no da el rendimiento mínimo esperado, incrementar el volumen de la muestra hasta 1000 mL. Para el blanco fortificado tomar 100 mL de muestra.
- Mezclar bien la muestra hasta su completa homogeneización.
- Tomar el volumen de muestra, durante la homogeneización y verterlo sobre el filtro de fibra de vidrio previamente pesado e instalado en el equipo de filtración.
- Una vez se haya filtrado la muestra, lavar la membrana y las paredes del equipo de filtración con tres porciones de 10 mL de agua tipo reactivo, permitiendo un drenaje completo entre los lavados.
- Continuar la succión durante 3 minutos después de haber terminado la filtración.
- Las muestras con altos contenidos de sólidos disueltos pueden requerir lavados adicionales.
- Remover cuidadosamente el filtro y transferirlo al horno, sobre un vidrio de reloj o caja Petri (Pyrex).
- Secar la membrana y el vidrio de reloj o caja Petri (Pyrex) durante 1 hora a 103°C - 105°C, enfriar en desecador.
- Pesar en una balanza analítica.
- Repetir el ciclo anterior hasta peso constante o hasta obtener una variación menor del 4% con respecto al peso anterior, o hasta que la pérdida de peso sea menor de 0.5 mg.

Nota 3: para la medición de volúmenes utilizar material de vidrio volumétrico, si el volumen es menor a 50 mL emplear pipeta volumétrica.

6.3 Cálculos.

6.1.2 Sólidos suspendidos totales.

Calcular el contenido de sólidos suspendidos totales de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$S.S \text{ (mg/L)} = \frac{(A - B) \times 1000}{V}$$

Dónde:

S.S = Sólidos suspendidos, mg/L

A= Peso del recipiente + residuo seco, en mg

B = Peso del recipiente vacío, en mg

V = Volumen de muestra, en mL

6.4 Controles de calidad requeridos.

Para garantizar la calidad de los resultados emitidos, los controles de calidad establecidos para el método de ensayo son los siguientes:

Blanco fortificado: Analizar una solución de referencia de concentración conocida, por cada set de 20 muestras o menos, y procesarla con todos los pasos de preparación y análisis de las muestras, con la finalidad de evaluar el rendimiento del método y la recuperación del analito en la matriz blanco.

Duplicados: Seleccione aleatoriamente muestras de rutina para ser analizadas por duplicado. Analizar en cada set de 20 muestras o menos.

Blanco del método: Analice un método en blanco (MB) por lote de 20 muestras para cada método, El análisis en blanco incluye todos los pasos y procedimientos de preparación.

Registrar los datos obtenidos en la bitácora del análisis. Evaluar estos controles según lo estipulado en el instructivo "Aseguramiento de la validez de los resultados".

6.5 Incertidumbre.

La estimación de la incertidumbre para el análisis de sólidos suspendidos totales en aguas fue desarrollada de acuerdo al instructivo general "Estimación de incertidumbre".

6.6 Reporte de resultados

Una vez realizados los cálculos y la revisión, para asegurar la calidad y confiabilidad de los mismos, el valor obtenido debe ser reportado, teniendo en cuenta el instructivo general "Manejo de cifras significativas".

7. Flujograma

No aplica

8. Documentos de Referencia

- Bitácora del análisis
- Bitácora de balanza
- Formato de uso de equipos
- Carta de control

9. Listado de anexos

No aplica

10. Historial de Cambios

Versión	Fecha	Cambios	Elaboró / Modificó	Revisó	Aprobó
01	22/02/2019	Documento Nuevo	Efraín Castillo. <i>Analista de lab.</i>		Marco A. Torres <i>Director ICAOC</i>
02	13/03/2019	Correcciones estructurales y de redacción.	Efraín Castillo. <i>Analista de lab.</i>	Alexander Montes <i>Responsable unidad</i>	Mario Gutiérrez <i>Prof. de Calidad</i>
03	11/06/2019	Se ajusta la terminología a aguas residuales no domésticas (ARnD), cantidad de residuo para el análisis de muestra y se actualizan los controles de calidad del método.	Alexander Montes <i>Responsable unidad</i>	Marlene Estrada <i>Líder Técnico</i>	Juan Trujillo <i>Director de CCA</i>
04	13/08/2021	Correcciones de Redacción	Laurentino Matta <i>Analista de Lab.</i>	Joan Patiño <i>Responsable Unidad</i>	Juan Trujillo <i>Director CCA</i>
05	03/08/2022	Se ajusta la nomenclatura del blanco fortificado	Eliana Quiñones <i>Analista Lab.</i>	Karen Mendoza <i>Prof. Calidad CCA</i>	Juan Trujillo <i>Director CCA</i>