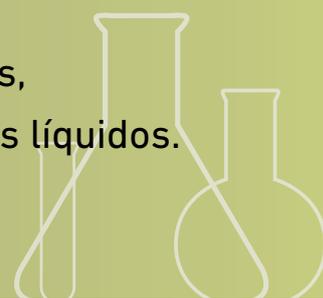


1020UY

Determinación de sólidos suspendidos totales, fijos y volátiles en aguas naturales y efluentes líquidos.



Método gravimétrico

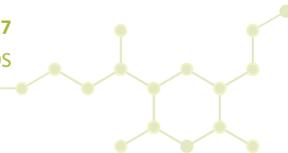
Elaborado - M. Menéndez

Modificado - C. Grau

Revisado - S. Azambuya, Jefe Sección Físicoquímico

Aprobado - N. Barboza, Director División Laboratorio Ambiental





1. APLICACIÓN

- 1.1. Esta normativa técnica es adecuada para la determinación de sólidos suspendidos totales, fijos y volátiles en aguas naturales y efluentes líquidos (industriales y domésticos).
- 1.2. El término Sólidos Suspendidos se aplica a la parte de los sólidos totales retenida por un filtro de fibra de vidrio.
- 1.3. El término Sólidos Suspendidos Totales se aplica a los residuos de material que quedan en un filtro después de la evaporación en estufa a 103 - 105 °C. Los Sólidos Suspendidos Fijos corresponden a los residuos remanentes del incinerado a 550 °C y los Sólidos Suspendidos Volátiles corresponden a los compuestos perdidos durante la calcinación a 550 °C (que dan una aproximación de la cantidad de materia orgánica presente en la muestra).
- 1.4. Mediante este procedimiento se pueden determinar los sólidos suspendidos desde 9,2 mg/L hasta 2,0E+04 mg/L.

2. REFERENCIAS

- 2.1. Manual de Control de Calidad Analítico – Laboratorio Ambiental DINAMA
- 2.2. Manual de Calidad – Laboratorio Ambiental DINAMA
- 2.3. Manual de Gestión de Calidad – Laboratorio Ambiental DINAMA
- 2.4. Carpeta de funcionamiento y mantenimiento de equipos – Laboratorio Ambiental DINAMA
- 2.5. Ruta de análisis (RFQ 17)
- 2.6. Instructivo de equipo bomba de vacío (INE 02)
- 2.7. Instructivo de equipo mufla (INE 27)
- 2.8. Instructivo de estufa 104 °C (INE 42)
- 2.9. Instructivo de balanza (INE 93)

3. RESUMEN DEL MÉTODO

- 3.1. La muestra se filtra en filtro estándar de fibra de vidrio, se seca hasta peso constante a 103-105 °C, para determinar sólidos suspendidos totales, y luego se coloca en mufla a 550 °C hasta peso constante para la determinación de sólidos suspendidos fijos y volátiles.

4. PRECAUCIONES DE SEGURIDAD

- 4.1. Usar túnica y guantes descartables.

5. INTERFERENCIAS

- 5.1. Se eliminan de la muestra las partículas gruesas flotantes o los aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos, si se decide que su inclusión no es deseable en el resultado final.
- 5.2. Se debe disminuir el volumen de muestra a filtrar para que el material retenido proporcione un residuo no mayor a 200 mg.
- 5.3. Las muestras ricas en sólidos disueltos exigen un lavado meticuloso del filtro luego del filtrado de la muestra, para asegurar la eliminación de todo el material disuelto.
- 5.4. Las muestras ricas en sólidos suspendidos pueden obstruir el filtro antes de terminar el filtrado y producir resultados altos debido a una cantidad excesiva de material coloidal capturado en el filtro obturado. En ese caso se recomienda disminuir el tamaño de la muestra, repitiendo el análisis.

6. MUESTREO Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

- 6.1. Se recogen las muestras en frascos de plástico (polietileno o equivalente) de capacidad un litro. Para muestras de aguas naturales recoger aproximadamente 2000 mL; para muestras de efluentes líquidos es suficiente un volumen menor.
- 6.2. Se conserva la muestra a ≤ 6 °C (> 0 °C) durante un período de siete días como máximo. De preferencia analizar dentro de las 24 horas para reducir al mínimo la descomposición microbiológica de los sólidos.

7. INSTRUMENTAL Y MATERIALES

- 7.1. Estufa para operar a 103 - 105 °C
- 7.2. Mufla para operar a 550 °C
- 7.3. Desecador provisto de un desecante con un indicador de color.
- 7.4. Balanza de resolución de 0,0001 g
- 7.5. Equipo de filtración compuesto por: embudo Büchner, con portafiltro de 47 mm de diámetro y frasco de succión de 1000 mL
- 7.6. Bomba de vacío
- 7.7. Pinzas de metal para manipular los crisoles
- 7.8. Pinzas de metal para manipular los filtros
- 7.9. Probetas de vidrio de 50, 100, 250 y 500 mL de capacidad
- 7.10. Matraz aforado de 250 mL
- 7.11. Pipeta automática de 1 - 10 mL
- 7.12. Crisoles o cápsulas de porcelana
- 7.13. Filtro de fibra de vidrio de 47 mm de diámetro, tamaño de poro 2,0 µm o menor
- 7.14. De acuerdo a bibliografía de referencia los filtros habilitados son: Whatman grade 934AH; Gelman type A/E; Millipore type AP40; E-D Scientific Specialties grade 161; Enviromental Express Pro Weigh; u otro que proporcione resultados equivalentes (ejemplo: Advantec GC50)

8. REACTIVOS

- 8.1. Silica gel con indicador de color para determinar la existencia de hidratación.
- 8.2. Solución Control de Sólidos Suspendidos: suspensión de celulosa microcristalina (500 mg/L): Ver preparación en el manual de Control de Calidad Analítico - Laboratorio Ambiental DINAMA (PGC04).
- 8.3. Agua desionizada (grado 2, según ISO 3696 en su versión vigente).

9. PRECAUCIONES PARA LA OPERACIÓN

- 9.1. Es importante secar los residuos a la temperatura indicada debido a que ésta puede influir considerablemente en el resultado.
- 9.2. Antes de filtrar la muestra se debe homogenizar bien agitando el recipiente por inversión reiteradas veces.
- 9.3. Se debe pesar el filtro con el crisol inmediatamente después de sacarlo del desecador para evitar un cambio de peso al exponerlos al ambiente por hidratación.
- 9.4. Tener especial cuidado con el estado de los desecadores (juntas, cierres, color de la sílica).

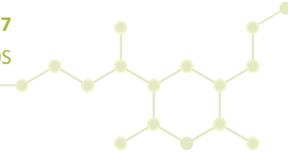
10. CALIBRACIÓN DEL MÉTODO

- 10.1. No aplica.

11. ANÁLISIS DE LA MUESTRA

Preparación del filtro

- 11.1. Se coloca un filtro de fibra de vidrio en el portafiltro de un embudo Büchner, conectado a un frasco de succión y al sistema de vacío.
- 11.2. Se enciende el sistema de vacío y se lava el filtro con tres volúmenes sucesivos de aprox. 20 mL de agua desionizada.
- 11.3. Se continúa la succión hasta eliminar toda el agua. Se apaga la bomba. Se retira cuidadosamente el filtro del embudo con una pinza y se transfiere a un crisol o una cápsula de porcelana que sirve como portador del filtro.
- 11.4. Si se va a determinar únicamente Sólidos suspendidos totales: Se seca el filtro dentro del crisol en la estufa a 103 - 105 °C durante el tiempo necesario (ver nota). Se coloca en desecador y una vez alcanzada la temperatura ambiente, se pesa el crisol con el filtro en balanza analítica de precisión de 0,1 mg.



Nota 1: Se repite el ciclo de secado, colocación en desecador y pesada hasta obtener un peso constante o hasta que el cambio en el peso sea menor al 4 % de la pesada previa, o una diferencia de hasta 0,5 mg. Cada laboratorio debe evaluar los tiempos de la muestra en la estufa en que se aseguran estas condiciones.

El Laboratorio Ambiental de DINAMA realizó la validación, lográndose peso constante de secado en estufa para sus condiciones y equipos en 1 hora.

- 11.5. Si se van a determinar Sólidos suspendidos fijos y volátiles, se seca el filtro dentro del crisol en la mufla a 550 °C durante el tiempo necesario (ver nota), se coloca en desecador y una vez alcanzada la temperatura ambiente, se pesa el crisol con el filtro en balanza analítica de precisión de 0,1 mg.

Nota 2: Se repite el ciclo de secado, colocación en desecador y pesada hasta obtener un peso constante o hasta que el cambio en el peso sea menor al 4 % de la pesada previa, o una diferencia de hasta 0,5 mg. Cada laboratorio debe evaluar los tiempos en la mufla en que se aseguran estas condiciones.

El Laboratorio Ambiental de DINAMA realizó la validación, lográndose peso constante del filtro de luego de incineración en mufla para sus condiciones y equipos en 1 hora.

- 11.6. Almacenar los crisoles con los filtros ya preparados en el desecador, hasta su posterior utilización.

Procesamiento de la muestra

- 11.7. Se pesa el filtro (previamente preparado) en el crisol con una precisión de 0,1 mg inmediatamente antes de usar. Se registra en la ruta de análisis como P1.

- 11.8. Se coloca el filtro de fibra de vidrio en el portafiltro del embudo. Se moja el filtro con un pequeño volumen de agua desionizada. Se agita la muestra repetidas veces por inversión y se toma un volumen adecuado de la misma. Para aguas naturales por características de las mismas los volúmenes a filtrar son mucho mayores que para el caso de las muestras provenientes de efluentes industriales. Para estos últimos filtrar al menos 20 mL (menos de esta cantidad no se considera muestra representativa). En caso que el cliente solicite el análisis de sólidos suspendidos en una muestra que filtra menos de 20mL, informar estimado y con la siguiente observación: "Características de la muestra no permiten filtrar el volumen mínimo requerido por la técnica de sólidos suspendidos".

Nota 3: Se elige un volumen de muestra que proporcione un residuo de entre 2,5 y 200 mg de residuo seco. Si se requiere más de 10 minutos para filtrar la muestra, se descarta el filtro y deberá filtrarse un volumen menor de muestra.

- 11.9. Después de la filtración de la muestra, se lava el filtro con agua desionizada.

Nota 4: en muestras muy cargadas no lavar con más de 10 mL de agua porque el filtro puede saturarse.

- 11.10. Se retira cuidadosamente el filtro del embudo con ayuda de una pinza y se transfiere al crisol de porcelana.

- 11.11. Se seca el filtro con el residuo en el crisol en la estufa a 103–105 °C durante el tiempo necesario para lograr peso constante, luego se coloca en desecador y una vez alcanzada la temperatura ambiente se pesa el crisol con el filtro en balanza analítica de precisión de 0,1 mg. Se registra en la ruta de análisis como P2.

Nota 5: Cada laboratorio debe determinar el tiempo necesario de secado para obtener peso constante, o hasta que el cambio en el peso sea menor al 4 % del peso anterior o una diferencia de hasta 0,5 mg.

El Laboratorio Ambiental de DINAMA realizó la validación, lográndose peso constante de secado en estufa para sus condiciones y equipos en 2 horas tanto para muestras de efluentes como para aguas naturales.

- 11.12. Se coloca el filtro con el residuo en el crisol en la mufla a 550 °C durante el tiempo necesario para lograr peso constante luego se coloca en desecador y una vez alcanzada la temperatura ambiente, se pesa el crisol con el filtro en balanza analítica de precisión de 0,1 mg. Se registra en la ruta de análisis como P3.

Nota 6: Cada laboratorio debe determinar el tiempo necesario de incineración para obtener peso constante, o hasta que el cambio en el peso sea menor al 4 % del peso anterior o una diferencia de hasta 0,5 mg.

El Laboratorio Ambiental de DINAMA realizó la validación, lográndose peso constante de incineración en mufla para sus condiciones y equipos en 1 hora tanto para muestras de efluentes como para aguas naturales.

12. ANÁLISIS DE DATOS

12.1. Se calcula la concentración de los sólidos suspendidos en la muestra por medio de las siguientes ecuaciones:

Sólidos Suspendidos Totales, mg/L = $(P_2 - P_1) \times 1000000 / V$

Sólidos Suspendidos Fijos, mg/L = $(P_3 - P_1) \times 1000000 / V$

Sólidos Suspendidos Volátiles, mg/L = $(P_2 - P_3) \times 1000000 / V$

donde:

P1: corresponde al peso del filtro y el crisol en gramos (g).

P2: corresponde al peso del filtro más el residuo y el crisol en g luego de secado en estufa.

P3: corresponde al peso del filtro más el residuo y el crisol en g luego de incinerado en mufla.

V: corresponde al volumen de la muestra en mL.

13. CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

13.1. **Control de la precisión:** Se debe realizar el análisis por duplicado cada 3 muestras, o al menos 1 duplicado por serie de muestras. Verificar que la dispersión de los duplicados esté dentro de los límites del gráfico de control de rangos normalizados correspondiente (según Manual de Control de Calidad Analítico). Si algún resultado se encuentra fuera de control, proceder de acuerdo a lo establecido por el Manual de Control de Calidad Analítico

13.2. **Control de la exactitud:** El día del análisis realizar una dilución 1/10 de la solución "Control de Sólidos Suspendidos" (500 mg/L de celulosa microcristalina). Filtrar 250 mL y procesar simultáneamente con las muestras. Verificar que el porcentaje de recuperación esté dentro de los límites del gráfico de control correspondiente (según Manual de Control de Calidad Analítico). De lo contrario, revisar el procedimiento y si corresponde repetir el análisis de todas las muestras de esa serie.

13.3. **Control de Blancos:** Incluir cada día de análisis 1 blanco, filtrando 500 mL de agua desionizada a través de un filtro. Procesar simultáneamente con las muestras. El valor de sólidos suspendidos obtenido debe ser menor que el LC de la metodología. Si es igual o mayor repetir el análisis de todas las muestras de esa serie.

14. BIBLIOGRAFÍA

14.1. American Public Health Association (APHA) (2012). Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 22nd. Edition, APHA, AWWA, WEF, Washington, DC. Método 2540 D Total suspended solid dried at 103-105 °C y 2540 E Fixed and volatile solids ignited at 550 °C pp. 2-66 a 2-67.