

ANEXO

PROTOCOLO DE MUESTREO DE LLUVIA ÁCIDA NADP ¹



La metodología de muestreo para lluvia ácida es la recomendada por la NADP.

1. Periodo de Muestreo.

El periodo de muestreo es de una semana para el lado húmedo y ocho semanas para el lado seco. La muestra de agua del lado húmedo se recolecta todos los martes a las 9:00 a.m. Si esta lloviendo hay que esperar que termine de llover pero nunca más tarde de la media noche del martes, a ésta agua se le mide pH y conductividad y se lleva al laboratorio para determinar contenido de iones. En el caso del Área Metropolitana se analizan solo los sólidos totales y volátiles.

Las muestras del lado seco acumuladas durante 8 semanas se recolectan al mismo tiempo que la del lado húmedo cumplido el periodo de muestreo.

Cuando las muestras no se pueden llevar inmediatamente al laboratorio estas se refrigeran, pero la entrega al laboratorio no supera las 24 horas.

2. Recolección de la muestra

Al final de cada período estándar de muestreo, el balde es removido del colector siguiendo las siguientes instrucciones:

Acercarse al colector y trabajar desde el lado de viento abajo, con el objeto de minimizar el arrastre de contaminantes portados por la persona que puedan caer a la muestra.

¹ Nacional Atmospheric Deposition Program, USA

Colocar la tapa del balde y asegurarla provisionalmente mediante la utilización de cinta de enmascarar, con el propósito de evitar pérdidas de muestra durante su transporte al laboratorio. Durante este procedimiento debe evitarse todo contacto con los lados internos del recipiente o los de la tapa, ya que una simple huella dactilar o una gota de transpiración humana puede invalidar completamente una muestra por alteración de las concentraciones de sodio, cloro y otros posibles iones.

Remover el balde del colector, indicando, con una etiqueta el lado del cual fue removido e introducirlo dentro de una bolsa plástica para luego ser llevado al laboratorio.

Colocar el nuevo balde después de remover la bolsa plástica en el cual viene empacado. Los baldes no deben sacarse de la bolsa plástica hasta que no estén listos para ser colocados sobre el colector.

Anotar el tiempo a partir del cual se removió el balde del colector y el correspondiente al de la instalación del nuevo.

Llenar el formato u hoja de campo que se muestra en la figura 1.

Colocar formato de campo

3. Análisis In-situ

Se mide el volumen de la muestra con un recipiente graduado y se guarda 500 mL de agua en un frasco para reactivo marca: Schott Duran con tapa hermética plástica azul para ser llevado al laboratorio. Se toma otra muestra a la cual se le miden conductividad y el pH en el campo.

4. Análisis de Laboratorio

Se realizan en el laboratorio de Ingeniería Sanitaria de la Universidad Nacional Sede Medellín.² Siguiendo los métodos 2540-B Sólidos Totales Secados a 103-105°C y 2540-E Sólidos Totales Volátiles Secados a 550 °C, tal como se ilustra a continuación.

² Laboratorio en proceso de certificación.

Figura 1. Formato de Seguimiento del Equipo de Lluvia Ácida

Red de Monitoreo de la Calidad del Aire del Valle de Aburrá	FORMATO DE SEGUIMIENTO DEL EQUIPO DE LLUVIA ACIDA
--	--

Estación: _____

Sitio de muestreo: _____

Día: Martes 9:00 am.

Fecha de Inicio del Muestreo (dd/mm/aaaa)	Fecha de Recolección de Muestra (dd/mm/aaaa)	Semana No.	Wet	Dry	pH	Contador de Eventos Inicial	Contador de Eventos Final	Contador de Horas inicial	Contador de Horas final	Sólidos totales	Observaciones
		1	X								
		2	X								
		3	X								
		4	X								
		5	X								
		6	X								
		7	X								
		8	X	X							
		1	X								
		2	X								
		3	X								
		4	X								
		5	X								
		6	X								
		7	X								
		8	X	X							
		1	X								
		2	X								
		3	X								
		4	X								
		5	X								

Nombre del Responsable: _____

CONSECUTIVO	
CR-LLA-01	VERSIÓN: 02

	ANÁLISIS DE SÓLIDOS TOTALES	Código: IRE-026
	LABORATORIO DE INGENIERIA SANITARIA	Versión: 00
		Solicitud: 076

MÉTODO 2540-B SÓLIDOS TOTALES SECADOS A 103-105°C
MÉTODO 2540-E SÓLIDOS TOTALES VOLÁTILES SECADOS A 550 °C

1. OBJETIVOS

- 1.1 Determinar la concentración de Sólidos Totales y volátiles en agua natural, tratada y residual.
- 1.2 Verificar su cumplimiento según el Decreto 475 del 10 de Marzo de 1998 del Ministerio de Salud y Desarrollo de Colombia.

2. ALCANCE

Este método aplica para agua natural, tratada residual con un residuo que no exceda los 200mg.

3. DISCUSIÓN GENERAL

3.1 PRINCIPIO

Los sólidos es la expresión que se aplica a los residuos de material que quedan en un recipiente después de la evaporación de una muestra y su consecutivo secado en estufa a temperatura definida. Los sólidos totales incluyen los sólidos totales suspendidos, o porción de sólidos retenida en filtro, y los sólidos disueltos totales o porción que atraviesa el filtro.

Una muestra bien mezclada es evaporada en una cápsula secada y pesada hasta peso constante a una temperatura de 103-105°C. El incremento en peso después de pesar la cápsula, representa los Sólidos Totales. El resultado puede no representar el peso de los Sólidos Disueltos y Suspendidos actuales en muestras de aguas residuales.

El residuo obtenido de los sólidos totales secados a 103-105°C se incinera a peso constante, a una temperatura de 550 ± 50°C. Los sólidos remanentes representan los sólidos totales fijos, mientras que la pérdida de peso por ignición representa los sólidos totales volátiles.

La determinación es útil para el control de las operaciones en plantas de tratamiento de aguas residuales, porque ofrece un cálculo aproximado de la cantidad de materia

orgánica presente en la fracción sólida del agua residual, lodos activados y residuos industriales.

3.2 INTERFERENCIAS

Aguas altamente mineralizadas con una concentración significativa de Calcio, Magnesio, Cloruro y/o Sulfatos pueden ser higroscópicas y requieren un tiempo de secado prolongado, apropiada desecación y pesado rápido. La presencia de partículas flotantes, aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos en las muestras, esta determinado que no interfieren en el resultado final. Flotantes visibles dispersos de grasas y/o aceites deberán ser removidos de la muestra antes del análisis. Un excesivo residuo en la cápsula puede ocasionar la formación de costra en la misma, por esto, la muestra no debe dejar más de 200 mg de residuo.

3.3 SELECCIÓN DEL PROCEDIMIENTO

El método es adecuado para la determinación de sólidos totales en aguas potables, de superficie y salinas, así como aguas residuales domésticas e industriales, en una amplitud de hasta 20000 mg/L. Durante proceso de secado en la determinación de los sólidos volátiles puede producirse errores negativos por perdida de materia evaporable. La determinación de bajas concentraciones de sólidos volátiles en presencia de concentraciones elevadas de sólidos fijos puede estar sujeta a errores considerables.

3.4 TAMAÑO DE MUESTRA A ANALIZAR

Se toma un volumen de 50 mL del agua a analizar. Si la muestra se encuentra muy turbia con presencia de gran cantidad de material particulado tomar un volumen entre 10 y 50 mL.

3.5 MUESTREO Y ALMACENAJE

Eliminar de la muestra partículas flotantes grandes o aglomerados dispersos de material no homogéneo. Usar frascos de plástico o de vidrio resistente, en los que el material en suspensión no se adhiera a las paredes del recipiente. Realizar el análisis tan pronto como sea posible. 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 las muestras a temperatura ambiente.

Es preferible no almacenar las muestras por más de 24 h; bajo ningún concepto guardar las muestras por más de 7 días.

4. EQUIPOS Y VIDRIERÍA

- 4.1 Capsulas de porcelana con capacidad de 50 ml.
- 4.2 Probetas graduadas de 50 ml.
- 4.3 Baño de Maria
- 4.4 Desecador, con desecante e indicador coloreado de humedad o indicador instrumental.
- 4.5 Estufa para secado, para operar en el intervalo de 103 a 105°C.
- 4.6 Balanza analítica, con precisión de 0,1 mg.
- 4.7 Mufla para operar a 550 °C ± 50°C
- 4.8 Pinza para manipular las capsulas de porcelana.
- 4.9 Bandeja plástica o de aluminio de pesaje

5. REACTIVOS

- 5.1 Agua desionizada
- 5.2 Sílica gel

6. CONDICIONES AMBIENTALES

Sitio con buena iluminación, libre de humedad excesiva y material particulado en el aire.

7. PROCEDIMIENTO

7.1 DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS TOTALES

- 7.1.1 Secar en la estufa a 103-105°C la capsula de porcelana por 1h. Si van a ser determinados Sólidos Volátiles, calcinar a 550°C por 15 min. en una mufla. Llevar a un desecador por una hora y pesar en balanza analítica. Repetir el ciclo de secado o calcinado, enfriado, desecado y pesado hasta obtener peso constante o hasta que el cambio en peso sea menor al 4% de la pesada previa ó 0.05mg. Pesar inmediatamente antes del uso en balanza analítica y tomar este dato como peso de la capsula.
- 7.1.2 Agitar vigorosamente la muestra en el recipiente y medir de manera inmediata, con la ayuda de una probeta el volumen requerido según el tipo de muestra y vaciarlo

en la porcelana previamente pesada, enjuagar la probeta con agua desionizada para evitar perdida de muestra y adiccionarla ala capsula.

- 7.1.3 Evapórese hasta sequedad la muestra en un baño de María previamente calentado.
- 7.1.4 Secar la muestra evaporada en la Estufa a 103-105°C, enfriar la cápsula en el desecador hasta temperatura ambiente y pesar. Repetir el ciclo de secado, enfriado, desecado y pesado hasta obtener un peso constante, o hasta que el cambio en peso no exceda el 4% del pesado previo ó 0.05 mg registrar este peso como peso de la cápsula mas el residuo.

7.2 DETERMINACIÓN DE LOS SÓLIDOS TOTALES VOLÁTILES

- 7.2.1 Encender el horno mufla a una temperatura de 550 ±50 °C.
- 7.2.2 El residuo obtenido de los sólidos suspendidos secados en la estufa a 103-105°C por 1h y pesados, es llevado a incineración la mufla previamente encendida, por lo general la incineración solo precisa d 15 a 20 minutos, después de haber alcanzado los 550 ±50 °C.
- 7.2.3 Apagar la mufla, esperar aproximadamente 10 minutos y transferir la capsula a un desecador hasta balancear la temperatura y pesar en la balanza analítica.
- 7.2.4 Repetir el ciclo de secado, enfriado, desecado y pesado hasta obtener un peso constante, o hasta que el cambio en peso no exceda el 4% del pesado previo ó 0.05mg, tomar este peso como peso del residuo seco más la capsula incinerados.

8. CÁLCULOS

8.1 SÓLIDOS TOTALES

$$ST \text{ mg/L} = [(A - B) \times 10^6] / V$$

Donde:

- A: Peso del residuo seco más la capsula (g)
- B: Peso de la capsula (g)
- V: Volumen de muestra (ml)

8.2 SÓLIDOS TOTALES VOLÁTILES

$$STV \text{ mg/L} = [(A - C) \times 10^6] / V$$

Donde:

- A: Peso del residuo seco más la capsula secados a 103 -105 °C (g)
- C: Peso del residuo seco más la capsula incinerados 550 ±50 °C (g)
- V: Volumen de muestra (ml)

9. PRECAUCIONES DE MANEJO Y EQUIPO DE PROTECCIÓN PERSONAL

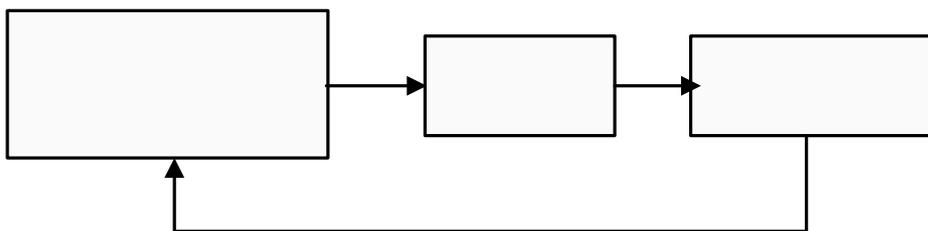
Utilizar guantes y pinzas para manipular las capsulas de porcelana. Cuando se determina los sólidos suspendidos volátiles utilizar guantes de asbesto para manipular el material antes y después de la incineración a 550 ± 50 °C.

10. DOCUMENTOS RELACIONADOS

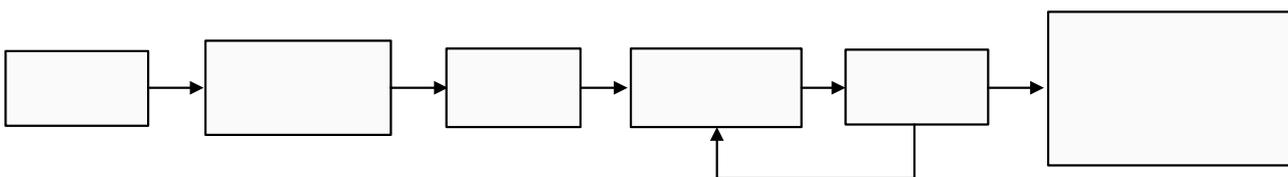
Procedimiento norma fundamental
Procedimiento control de documentos
Manual de operación de equipos
Manual de preparación de soluciones de fisicoquímica
Manual de métodos de análisis

11. FLUJOGRAMA

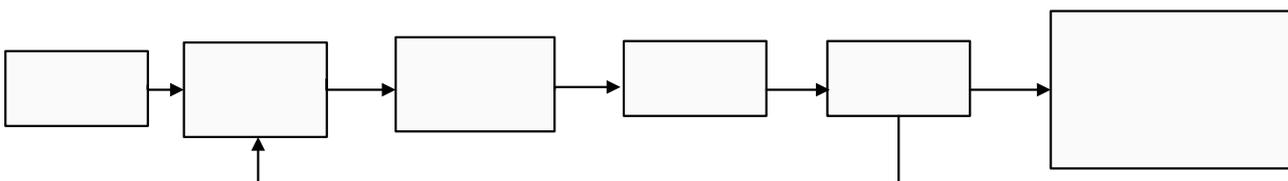
11.1 PREPARACIÓN DE LA CAPSULA DE PORCELANA



11.2 ANÁLISIS DE LA MUESTRA



11.3 DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS TOTALES VOLÁTILES



Secar en estufa a 103-105°C la capsula de porcelana por 1h. Si van a ser determinados Sólidos Volátiles, calcinar a 550°C por

Dejar enfriar e desecador

12 REFERENCIA BIBLIOGRAFICA

CLESERI, Lenore S., **GREENBERG**, Arnold E. y **EATON**, Andrew D. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 20th Edition. USA. Ed. United Book Press. Inc. SOLIDS 5520 D. Pág. 2-54 _ 2-55,2-58_ 2-59.