

Análisis gravimétrico en aguas

Según Harvey (2002), la gravimetría es un método en el que la señal es una masa o cambio de masa. Particularmente, la determinación de sólidos para el análisis de la calidad del agua se fundamenta en la gravimetría de partículas. Este método es utilizado para determinar la masa de partículas de analito a partir de su separación de la matriz, que puede ser sólida, líquida o gaseosa.

En la gravimetría de partículas se utilizan dos enfoques distintos para separar el analito de su matriz. El más frecuente es la filtración, en el que las partículas sólidas se separan de su matriz; un ejemplo de esta técnica puede ser la separación de los sólidos suspendidos totales a través de un filtro. Un segundo enfoque es el de la extracción de fase sólida o de fase líquida, como por ejemplo la determinación de sólidos disueltos totales, en la que se extrae la matriz líquida a través de su evaporación o secado.

El análisis gravimétrico en aguas se centra en la determinación cuantitativa de los sólidos y sales disueltos, así como en la cantidad de materia orgánica contenida en aguas naturales y residuales, mediante la evaporación y calcinación de la muestra (filtrada o no) a temperaturas específicas. A través de esta técnica los residuos son pesados y sirven de base para el cálculo del contenido de estos.

La gravimetría de partículas se aplica sobre todo al análisis ambiental de las muestras de agua, aire y suelo. Una de las aplicaciones cuantitativas puede ser el análisis de sólidos suspendidos en agua. En consecuencia, el estudio microbiológico del agua se hace a partir de la gravimetría de partículas. Un ejemplo de este es el análisis de las bacterias coliformes, en el que la señal es la observación visual y no la medición de una masa. Las partículas aerotransportadas totales se determinan usando un tomamuestras de aire de gran volumen equipado con un filtro de celulosa o de fibra de vidrio. Las distribuciones de los sedimentos y suelos, según el tamaño de los granos, permite determinar la cantidad de arena, aluvión y arcilla existentes en una muestra, por ejemplo, un grano de 2 mm de tamaño establece la frontera entre la grava y la arena (Harvey, 2002).

Guía 2. Determinación de sólidos

Competencia	Reconocer la importancia del análisis de la calidad del agua
Eje temático	Análisis gravimétrico del agua
Objetivo fundamental	Adquirir habilidad y práctica en la realización e interpretación de un análisis gravimétrico. Determinar los sólidos totales, sedimentables y en suspensión de diferentes muestras de agua
Objetivo de la guía	Registrar los resultados obtenidos del análisis gravimétrico
Curso	Laboratorio de tratamiento de Aguas
Nombre y apellidos (código)	
Fecha	

Sólidos

Son materiales suspendidos o disueltos en aguas limpias y residuales. Estos pueden afectar negativamente la calidad del agua o su suministro de varias maneras. Así, por ejemplo, las aguas con abundantes sólidos disueltos suelen ser de inferior palatabilidad y pueden inducir una reacción fisiológica en el consumidor ocasional. En consecuencia, para las aguas potables es deseable un límite de 500 mg/L de sólidos disueltos (American Public Health Association; American Water Works Association; Water Pollution Control Federation; Water Pollution Control Federation, 1992).

En los procesos de tratamiento unitarios, los sólidos pueden ser removidos del agua por transferencia de sólidos en las unidades de cribado, sedimentación, flotación y filtración (Pérez, 1990).

Figura 4. Horno de secado marca Binder



Fuente: Instituto de Fomento Pesquero (en línea).

Sólidos Totales (ST)

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

$$ST = SST + SDT$$

Sólidos Fijos (SF)

Es la expresión aplicada al residuo de sólidos totales, suspendidos o disueltos después de someter a ignición, durante un tiempo determinado y una temperatura específica. La pérdida de peso por ignición se debe a los sólidos volátiles (SV).

Las determinaciones de sólidos fijos y volátiles no distinguen exactamente entre materias orgánicas e inorgánicas, debido a que la pérdida de peso por ignición no se limita al material orgánico sino que incluye también pérdida por descomposición o volatilización de algunas sales minerales (American Public Health Association; American Water Works Association; Water Pollution Control Federation, 1992).

Interferencias

La heterogeneidad de la muestra que contiene una o más de dos fases puede provocar errores durante el muestreo en campo y en la toma de alícuotas para la determinación de sólidos. En consecuencia, se recomienda homogeneizar la muestra antes de tomar la alícuota.

Si parte de los sólidos de la muestra se adhieren a las paredes de los contenedores, ya sea en el material de muestreo o en los utensilios de trabajo, se debe considerar esto en la evaluación y en el reporte de los resultados.

La temperatura a la cual el residuo se seca tiene un efecto muy importante sobre los resultados, ya que pueden ocurrir pérdidas en el peso de la materia orgánica presente durante la etapa de secado y/o el desprendimiento de gases por descomposición química, por la oxidación del residuo o por la oclusión de agua.

El tipo de filtro, el tamaño del poro, el grosor del filtro, el tamaño de la partícula y la cantidad de material depositado en el filtro son los principales factores que afectan la separación de los sólidos suspendidos y las sales disueltas.

Los resultados para las muestras con alto contenido de grasas y aceites son cuestionables debido a la dificultad de secado a peso constante en un tiempo razonable.

Sólidos sedimentables

Fundamento teórico

El análisis de sólidos sedimentables presentes en una muestra de agua indica la cantidad de sólidos que pueden sedimentarse, a partir de un volumen dado de muestra y en un tiempo determinado. Es una medida de la cantidad de sólidos que pueden ser eliminados en el tratamiento primario de un agua.

Tabla 12. Lista de instrumentos para medición de sólidos sedimentables

Materialess	Reactivos
Cono Imhoff de 1L graduado en ml	Muestra de agua problema 2L.
Soporte para el cono	
Varilla agitadora	

Fuente: elaboración propia.

Método

La prueba volumétrica requiere solo un cono Imhoff (figura 5).

Figura 5. Conos Imhoff



Fuente: Xpin (en línea).

Procedimiento

1. Homogeneizar la muestra e inmediatamente llenar el cono de Imhoff hasta la marca de 1 L.
2. Dejar que la muestra sedimente durante 45 minutos.
3. Transcurridos los 45 minutos, se remueven suavemente las paredes con una varilla para facilitar la sedimentación de los sólidos adheridos a las paredes del mismo.
4. Mantener en reposo 15 minutos y registrar el volumen de sólidos sedimentados en el cono en ml/L.
5. En caso de producirse una separación de materiales sedimentables y flotantes, no deben valorarse estos últimos como material sedimentable.

Expresión de los resultados

Los sólidos sedimentables de las aguas de superficie y salinas, así como de los residuos domésticos e industriales, pueden ser determinados y expresados en función de un volumen (ml/L) o de un peso (mg/L) (American Public Health Association; American Water Works Association, Water Pollution Control Federation, 1992).

- Registre la cantidad de sólidos sedimentables de la muestra de agua en la tabla 19.

Sólidos Totales (ST) secados a 103-105°C

Fundamento teórico

La determinación de sólidos totales permite estimar la cantidad de materia disuelta y en suspensión que lleva un agua. El procedimiento consiste en evaporar una muestra de agua correctamente mezclada en una placa pesada y secada a peso constante en un horno a 103-105°C. El aumento de peso sobre la placa vacía representa los sólidos totales. Posteriormente se deben eliminar 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.

Tabla 13. Lista de instrumentos para determinación de sólidos totales

Materiales	Reactivos	Equipos
Cápsulas de posrcelana	Muestra de agua problema	Horno de secado (103-105°C).
Probetas de 100ml		Balanza de analítica
Desecador		

Fuente: elaboración propia.

Método gravimétrico

Figura 6. Cápsula de porcelana



Fuente: (MAD) en línea.

Procedimiento

1. Se introducen las cápsulas a la estufa y se secan a 103-105°C durante 60 minutos, aproximadamente. Posteriormente se pasan al desecador hasta que se enfríen.
2. Se pesan las cápsulas (A).
3. Se vierte una determinada cantidad de agua en las cápsulas (100 ml) y se introducen en la estufa. Dejar en la estufa durante 24 horas.
4. Transcurrido ese tiempo se pasan las cápsulas al desecador y se dejan enfriar.
5. Se pesan las cápsulas (B).

NOTA: Elegir un volumen de muestra que proporcione un residuo entre 2,5 y 200 mg. Si es necesario, añadir a la placa nuevas porciones de muestra, después de la evaporación.

Expresión de los resultados

- Registre en la tabla s14 los sólidos totales en ppm (mg/L) presentes en la muestra de agua, según el cálculo descrito a continuación.

$$\frac{mg}{L}ST = \frac{(B - A) \times 1000}{Vol}$$

Donde:

A = peso de la cápsula (mg)

B = peso de residuo seco + cápsula (mg)

V = volumen de muestra (ml)

Tabla 14. Registro de datos de la determinación de sólidos totales

Sólidos totales				
Muestra	1	2	3	4
Vol (ml)				
A (mg)				
B (mg)				
B-A (mg)				

Fuente: elaboración propia.

Sólidos Totales en Suspensión (SST) secados a 103-105°C

Fundamento teórico

Los sólidos en suspensión se determinan por la diferencia de peso de un filtrado por el cual se hace pasar la muestra. Es decir, se filtra una muestra bien mezclada por un filtro estándar y el residuo retenido en el mismo se seca a un peso constante de 103 a 105°C. El aumento de peso en el filtro representa los sólidos totales en suspensión. Ahora bien, si este material obtura el filtro y prolonga la operación de filtrado, la

diferencia entre el total de sólidos y el total de sólidos disueltos puede proporcionar un cálculo aproximado de los sólidos totales en suspensión (American Public Health Association; American Water Works Association; Water Pollution Control Federation, 1992).

Tabla 15. Lista de instrumentos para determinación de sólidos totales en suspensión

Materiales	Reactivos	Equipos
Crisoles gooch y filtros	Muestra de agua problema	Horno de secado (103-105°C).
Probeta de 100 ml	Agua destiladas	Balanza de analítica
Kitasato		Bomba de vacío
Desecador		

Fuente: elaboración propia.

Método gravimétrico

Procedimiento

1. Introducir el filtro (con la cara rugosa hacia arriba) en el crisol gooch.
2. Hágase el vacío y lávese el disco con tres volúmenes sucesivos de 20 ml de agua destilada.
3. Retire el crisol gooch del kitasato y séquelo en horno a 103-105°C por 60 minutos aproximadamente. Pasado este tiempo, desecar por 10 minutos. Una vez esté seco, pese el crisol gooch (A).
4. Montar el crisol gooch sobre el kitasato e iniciar la succión. Para ajustar el filtro, humedezca este con una pequeña cantidad de agua destilada.
5. Homogenice la muestra de agua y mida un volumen de 100 ml. Luego fíltrela al vacío.
6. Lave con tres volúmenes sucesivos de agua destilada de 10 ml, permitiendo el drenaje del filtro entre los lavados. Y continúe succionando por tres minutos después de terminar el filtrado.

7. Retire el crisol gooch del kitasato y séquelo en horno a 103-105°C por 60 minutos, aproximadamente. Pasado este tiempo, desecar el crisol gooch por 10 minutos y, una vez seco, pesarlo (B).

Figura 7. Crisol gooch



Fuente: imágenes descargadas en línea.

Expresión de los resultados

- Reporte en la tabla 16 los sólidos suspendidos totales en ppm (mg/L) presentes en la muestra de agua, teniendo en cuenta el cálculo descrito a continuación.

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

Donde:

A = peso de la cápsula (mg)

B = peso de residuo seco + cápsula (mg)

V = volumen de muestra (ml)

Tabla 16. Registro de datos de la determinación de sólidos suspendidos totales

Sólidos suspendidos totales				
Muestra	1	2	3	4
Vol. (ml)				
A (mg)				
B (mg)				
B - A (mg)				

Fuente: elaboración propia.

Sólidos Totales Disueltos(SDT) secados a 180 °C

Fundamento teórico

Se filtra una muestra bien mezclada por un filtro estándar. Posteriormente, el filtrado se evapora hasta que se seque en un crisol pesado y secado a 180°C. El aumento de peso del crisol representa los sólidos totales disueltos.

Para determinar los sólidos totales disueltos puede utilizarse el filtrado, a partir de la determinación de sólidos totales en suspensión (American Public Health Association; American Water Works Association; Water Pollution Control Federation, 1992).

Tabla 17. Lista de instrumentos para la determinación de sólidos totales disueltos

Materiales	Reactivos	Equipos
Crisoles gooch	Muestra de agua problema	Horno de secado (180 °C).
Filtros	Agua destilada	Balanza de analítica
Kitasato		Bomba de vacío
Desecador		
Probeta de 100 ml		

Fuente: elaboración propia.

Método gravimétrico

Procedimiento

1. Introducir el filtro (con la cara rugosa hacia arriba) en el crisol gooch.
2. Generar el vacío y lavar el disco con tres volúmenes sucesivos de 20 ml de agua destilada.
3. Retire el crisol gooch del kitasato y séquelo en horno a 180 °C por 60 minutos, aproximadamente. Pasado este tiempo, desecar por 10 minutos. Posteriormente pesarlo una vez seco (A).
4. Montar el crisol gooch sobre el kitasato e iniciar la succión. Para ajustar el filtro, humedézcalo con una pequeña cantidad de agua destilada.
5. Homogenícese la muestra de agua y mida un volumen de muestra de 100 ml, y fíltrela a vacío (puede utilizarse el filtrado de la determinación de sólidos suspendidos totales).
6. Lávese con tres volúmenes sucesivos de agua destilada de 10 ml, permitiendo el drenaje del filtro entre los lavados y continúe succionando por tres minutos después de terminar el filtrado.
7. Retire el crisol gooch del kitasato y séquese en horno a 180°C por 60 minutos aprox. Pasado este tiempo, desecar por 10 minutos. Posteriormente, pesarlo una vez seco (B).

Nota: Elija un volumen de muestra que proporcione entre 2,5 y 200 mg de residuo seco. Si se requiere más de 10 minutos para completar el filtrado, se deberá aumentar el tamaño del filtro o disminuir el tamaño de la muestra, pero en cualquier caso no se debe obtener menos de 2,5 mg de residuo.

Expresión de los resultados

- En la tabla 18 se deben reportar los sólidos disueltos totales en ppm (mg/L) presentes en la muestra de agua, teniendo en cuenta el cálculos descrito a continuación.

$$\frac{mg}{L} SDT = \frac{(B - A) \times 1000}{Vol}$$

Donde:

- A = peso de la cápsula (mg)
- B = peso de residuo seco + cápsula (mg)
- V = volumen de muestra (ml)

Tabla 18. Registro de datos de la determinación de sólidos disueltos totales

Sólidos disueltos totales				
Muestra	1	2	3	4
Vol. (ml)				
A (mg)				
B (mg)				
B - A (mg)				

Fuente: elaboración propia.

Tabla 19. Registro de resultados de la determinación de sólidos

Determinaciones	1	2	3	4
Sólidos sedimentables				
Sólidos totales				
Sólidos suspendidos totales				
Sólidos disueltos totales				

Fuente: elaboración propia.

Calidad de la muestra de agua

- Realice una conclusión acerca de la calidad de la muestra de agua, teniendo en cuenta los resultados obtenidos de las determinaciones de sólidos realizadas.

Autoevaluación

Marque con una X la respuesta que mejor describa el nivel de satisfacción en el desarrollo de esta guía de aprendizaje.

Tabla 20. Autoevaluación

Logro	Insatisfecho	Aceptable	Satisfecho	Por mejorar
Las instrucciones son claras				
Los elementos de trabajo son los adecuados				
El tiempo de trabajo es suficiente				
Se logra realizar todos los procedimientos				
Se aprende a realizar los métodos de análisis físicos				
La información contenida en esta guía es apropiada				
Considera que se aprende con el desarrollo de esta guía				
Le gusta la dinámica de esta guía				

Fuente: elaboración propia.

Observaciones: en este espacio complemente alguna de sus respuestas de la autoevaluación

Referencias

- Erdey, L. (1965). *Gravimetric analysis*. Pergamon: Oxford.
- Ramos, R. (2003). *El agua en el medio ambiente: muestreo y análisis*. (Primera edición). México: Editorial Plaza y Valdez S.A.
- American Public Health Association. (1995). *Standard methods for the examination of water and wastewater*. (19 edición). USA, Washington, D.C.: American Public Health Association

