1. OBJETIVO

Establecer la metodología para la determinación de sólidos disueltos totales secados a 180°C en agua, por el método gravimétrico SM 2540 C.

2. ALCANCE

Este método de análisis aplica a muestras de aguas residuales domesticas e industriales, aguas superficiales, lluvias y subterráneas.

Esta técnica se aplica en el GLCA para el recurso hídrico superficial; los rangos de aplicación son: 50-8.000 mgST/L.

En la tabla 1 se observan los resultados obtenidos en la validación del método:

Tabla 1. DATOS DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO

PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LIMITE DE DETECCION	50	mg ST/L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISION EN TÉRMINOS DE %CV	4.1	%	Std bajo 100 mg ST/L
	1.2	%	Std alto 5.000 mg ST/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	1.8	%	Std bajo 100 mg ST/L
	-1.1	%	Std alto 5.000 mg ST/L
	NA	%	Muestra Certificada
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	50-8.000	mg ST/L	Sin dilución de la muestra.
RECUPERACION EXPRESADO COMO %	85-107	%	Muestra adicionada baja-M1Ab
	97-104	%	Muestra adicionada alta –M1Aa

3. DEFINICIONES

GLCA: Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental
h = Hora
LDM = Hallado en la pre-estandarización es de 50 mgST/L. El intervalo de aplicación es de 50 - 20.000 mgST/L
LIA = Límite inferior de alarma
LIC = Límite inferior de control
LSA = Límite superior de alarma
LSC = Límite superior de control
s = Desviación estándar

4. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

Antes de iniciar el análisis revisar el Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio y las hojas de Seguridad que reposan en el mueble ubicadas a la entrada; en el área de recepción de muestras.
Utilizar los implementos de seguridad de acuerdo con lo señalado en el instructivo bata, guantes, o tapabocas y gafas protectoras.

Los residuos producto del análisis de la determinación, se tratan de acuerdo al documento disposición de muestras y residuos de análisis, disposición final de residuos

5. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

5.1 EQUIPOS

- Baño María
- Horno de secado a 104° ± 1
- Balanza analítica

5.1.1. Verificación de Equipos

- Verificar la balanza analítica con las masas antes de realizar cualquier pesaje.
- Verificar que la temperatura del horno se encuentre entre 103 y 105 °C, antes de proceder con la determinación del análisis.

5.2 REACTIVOS

- Agua destilada
- Cloruro de sodio
- Caolín

5.3 MATERIALES

- Vasos de precipitado de 10 y 100 mL
- Cápsulas de porcelana de 100 mL
- Desecador
- Pinzas metálicas para manejo de las cápsulas
- Micro espátula metálica
- Frasco lavador.

- Agitador magnético

6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Antes de iniciar el análisis, retirar las partículas gruesas flotantes y los aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos o de naturaleza extraña al resto de la muestra. Aguas altamente mineralizadas con considerables contenidos de calcio, magnesio, cloruros o sulfatos pueden ser higroscópicas y requieren un secado prolongado, apropiado desecamiento y pesado rápido.

Dispersar con un mezclador la grasa y el aceite flotantes, antes de separar una porción de muestra para análisis. Puesto que un residuo excesivo puede formar una capa hidrófila, limitar el tamaño de muestra para que proporcione un residuo no mayor de 200 mg. Se recomienda realizar este tipo de muestras por duplicado como aseguramiento de calidad, debido a la dificultad que se puede presentar durante el proceso de secado para lograr el peso constante en un tiempo razonable

Homogenizar las muestras con un agitador magnético y si están presentan sólidos en suspensión, transferir la alícuota para el análisis con una pipeta de diámetro ancho.

Algunas muestras se secan con la formación de una capa que evita la evaporación del agua; para este tipo de muestras se requiere realizar un manejo especial.

Los residuos secados a una temperatura entre 103 y 105 ° C pueden retener no sólo agua de cristalización, sino también algún agua ocluida mecánicamente. La pérdida de CO_2 resultará en la conversión de bicarbonato en carbonato.
La pérdida de materia orgánica por volatilización suele ser muy leve. Debido a que la eliminación del agua ocluida es marginal a esta temperatura, puede llevar a que la obtención del peso constante sea muy lento.

7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Las prácticas de control de calidad se consideran parte integrante de cada método, para este método se incluye la siguiente tabla.

Tabla 2. CONTROL DE CALIDAD MÉTODO 2540 B.

Calibración o Estandarización	Muestra Control (QCS)	Blanco del Método (MB)	Blanco Fortificado En Laboratorio (LFB)	Duplicado	Blanco Fortificada En Laboratorio (LFB)
-	-	-	-	X	-

Tomado del SM Tabla 2020: II. (- indica que un tipo de control de calidad no es obligatorio para el método)

- Realizar un blanco diariamente o por cada lote de 20 muestras, lo que sea más frecuente. El valor obtenido debe ser menor o igual a la mitad del límite de cuantificación del método, de no obtener el valor anterior se debe proceder al re-análisis del lote de muestras.

- Realizar el duplicado de una muestra al azar. Incluir al menos un duplicado para cada tipo de matriz diariamente o con cada lote de 20.
- Llevar la carta control para los duplicados de las muestras analizadas.
- Diligenciar el tiempo de análisis y firmar el formato
- Entregar el formato para verificación.
- En forma paralela, con cada grupo o lote de muestras que se procese en un mismo día, realizar los controles antes descritos (500 mgST/L) preparados como está descrito en el numeral 8.4.1 Si los resultados de estos controles están dentro del nivel de control, registrar las concentraciones obtenidas en la carta de control del método. Graficar el resultado obtenido para el estándar contra la fecha en que se corrió. Verificar el estándar de control, si el resultado analítico cae fuera de los límites de control normales, deben revisarse el procedimiento de filtración, análisis o el analito de control.
- Dos veces al año se analizan muestras ciegas, de muestras certificadas internacionalmente que permiten evaluar la reproducibilidad, precisión y exactitud interlaboratorios.
- Llevar los registros de las concentraciones recuperadas de los estándares en la carta de control para sólidos totales. Registrar las iniciales del analista y la fecha de análisis en las casillas correspondientes y graficar el valor de cada estándar. Cuando los resultados se encuentren entre el límite de alarma y control, revisar todo el procedimiento para determinar que ocurre. Si cualquier dato cae fuera de los límites de control debe ser reexaminado. No realizar más análisis hasta verificar que sucede, comunicar la anomalía al líder de análisis y revisar, iniciar nuevamente la marcha analítica cuando el líder de análisis lo ordene.

8. DESARROLLO

8.1 PRINCIPIO

Los sólidos son materiales suspendidos y disueltos en el agua. Los sólidos pueden afectar negativamente a la calidad del agua o al suministro de varias maneras.
Las aguas altamente mineralizadas no son adecuadas para muchas aplicaciones industriales o incluso resultan estéticamente insatisfactorias para bañarse. Los análisis de sólidos son importante en el control de procesos de tratamientos biológico y físico de aguas residuales y para evaluar el cumplimiento de las limitaciones que regulan su vertimiento.
El contenido de materia en suspensión es muy variable según los cursos de agua. Para cada uno de ellos está en función de la naturaleza de los terrenos atravesados, de la estación, la pluviometría, los trabajos, los vertimientos etc.

Los “sólidos totales” se definen como la materia que permanece como residuo después de la evaporación y secado a 103 ± 105 °C. El valor de los sólidos totales incluye materias disueltas (sólidos disueltos totales: porción que pasa a través del filtro) y no disuelto (sólidos suspendidos totales: porción de sólidos totales retenidos por un filtro).

Los sólidos secados entre 103 ±105 °C pueden retener aguas de cristalización y también algo de agua ocluida. Como resultado de la conversión del bicarbonato en carbonato, habrá una pérdida de CO_2. La

pérdida de material orgánico por volatilización será por lo general muy ligera. Los resultados para residuos ricos en aceites y grasas pueden ser cuestionables debido a la dificultad que supone el secado a peso constante en un tiempo razonable.

Los análisis de sólidos son importantes en el control de procesos de tratamiento biológico y físico de aguas residuales y para evaluar el cumplimiento de las limitaciones que regulan su vertimiento.

8.2 TOMA Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

Tomar la muestra en tal forma que no contenga partículas flotantes grandes o aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos (numeral 10). Utilice frascos plásticos de polipropileno de 2000 mL de capacidad.

Refrigerar la muestra a 4ºC hasta el momento del análisis para minimizar la descomposición microbiológica de los sólidos. Antes de iniciar el análisis, llevar la muestra a temperatura ambiente. Efectuar el análisis dentro de los siete (7) días siguientes a la toma de la muestra.

8.3 LIMPIEZA DE VIDRIERÍA

Lavar toda la vidriería con jabón neutro y enjuagar muy bien con agua destilada. Reservar esta vidriería únicamente para las determinaciones de sólidos y utilizar únicamente a la que se le haya efectuado control de calidad.

8.4 EJECUCIÓN DE LA TÉCNICA

8.4.1 Procedimiento de Preparación de Estándares

Secar previamente el cloruro de sodio y el caolín secado a 103 - 105°C durante dos horas y desecado mínimo durante una hora.

Como se indicó inicialmente el valor de los sólidos totales incluye materias disueltas (sólidos disueltos totales: porción que pasa a través del filtro) y no disuelto (sólidos suspendidos totales: porción de sólidos totales retenidos por un filtro). Para la preparación del estándar de control se debe pesar volúmenes iguales de caolín (sólido no disuelto) y NaCl (sólido disuelto).

Estándar de Control de 500 mgST/L: Pesar 0.025 gramos de caolín (seco) y 0.025 gramos NaCl (seco) en vasos de precipitado de 10 mL. Transferir cuantitativamente, de forma directa, el contenido de los vasos a la cápsula de porcelana con aproximadamente 100 mL de agua destilada.

8.4.2. Procedimiento de Análisis

8.4.2.1 Preparación de la Cápsula de Porcelana

- Siempre manejar la cápsula mediante pinzas metálicas. No manipular la cápsula con la mano.

- Marcar con un número cada cápsula para identificarla, emplear un marcador indeleble.
- Si se va a realizar el análisis de solidos volátiles a la muestra, secar la capsula a 550 ° C durante 2 h en una mufla. Si sólo se miden los sólidos totales, secar la capsula en el horno precalentado a 104 ±1 C durante 2 horas, después de este tiempo llevar la cápsula a un desecador y dejar enfriar, como mínimo 2 horas. De esta forma se asegura el peso inicial constante de la cápsula para el análisis y se hace innecesaria la repetición del ciclo de secado, enfriado y secado de las cápsulas.
- Pesar y registrar el peso de la cápsula en el formato de captura de datos

8.4.2.2 Procesamiento de la Muestra

- Sacar del desecador la cápsula correspondiente a la muestra que se va a procesar.
- Permitir que la muestra se acondicione a temperatura ambiente y elegir un volumen de muestra que produzca un residuo entre 2,5 y 200 mg.
- Agitar la muestra invirtiendo el recipiente varias veces.
- De la muestra recién agitada, transferir rápidamente en un vaso de precipitados, un volumen mayor a la alícuota que se va a utilizar para realizar el análisis. Homogenizar la muestra con un agitador magnético.
- Tomar 100 mL de la muestra bien homogenizada con una pipeta, durante el proceso de agitación, desde el punto medio del recipiente evitando el vórtice y transferirla a la capsula, registrar el volumen en el formato de captura de datos
- Colocar la cápsula para secado en el baño maría precalentada a la temperatura de ebullición del agua.
- Retirar la cápsula del baño cuando se haya secado totalmente. Si es necesario, añadir porciones de muestra a la misma capsula después de la evaporación.
- Secar la cápsula en el horno a 103 ± 105ºC, durante 2 horas.
- Llevar la cápsula a un desecador y dejar enfriar aproximadamente por 2 horas, hasta temperatura ambiente.
- Pesar y registrar el peso de la cápsula en el formato como peso 2.

NOTA: Con el secado de 2 horas se asegura que a la muestra se le ha retirado la humedad en su totalidad y se está evitando la repetición del ciclo de secado, enfriamiento y pesada.

- Analizar por duplicado al menos el 10% de todas las muestras.
- Registrar todos los datos obtenidos en el formato de captura.

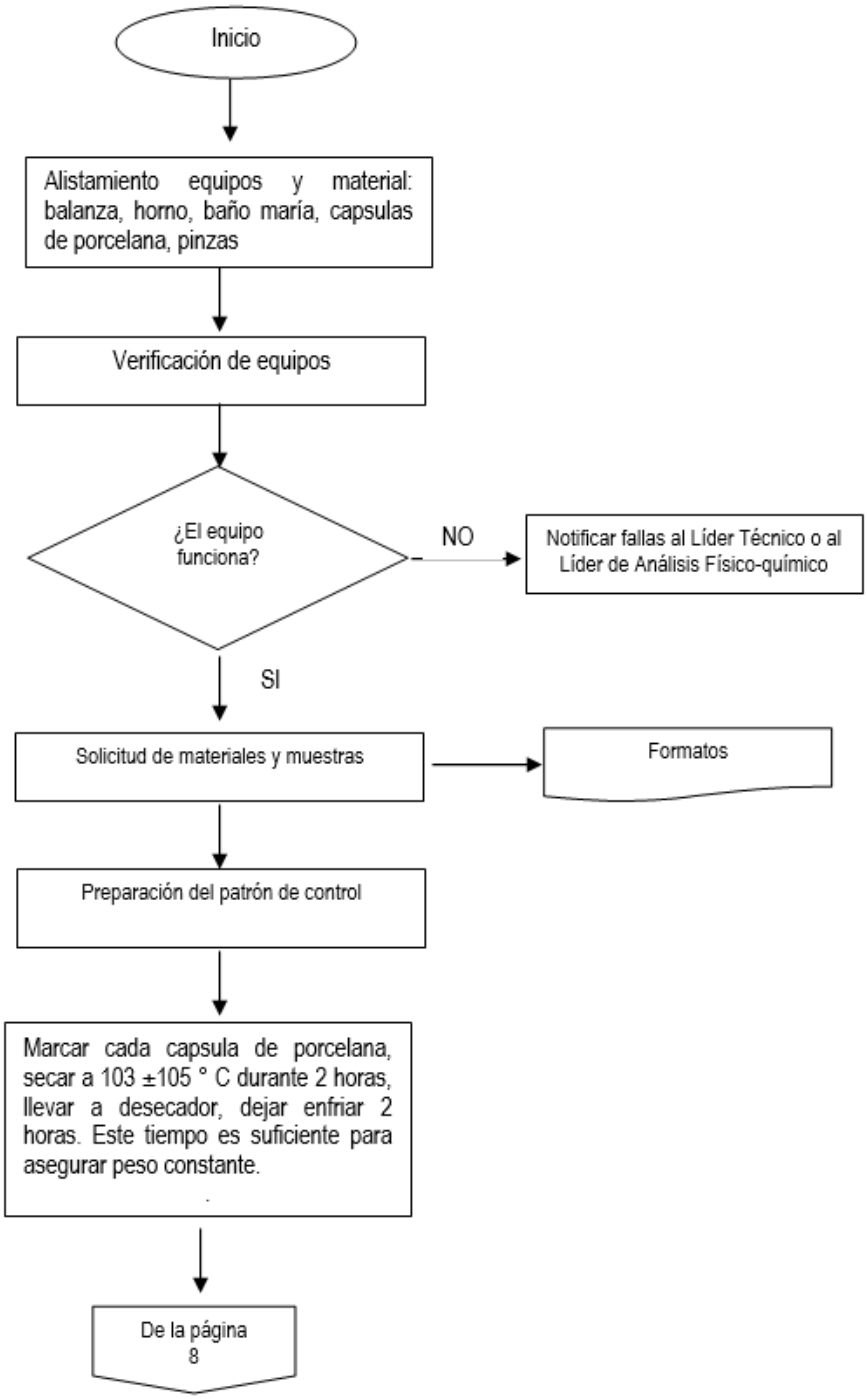
8.5 CÁLCULO DE RESULTADOS

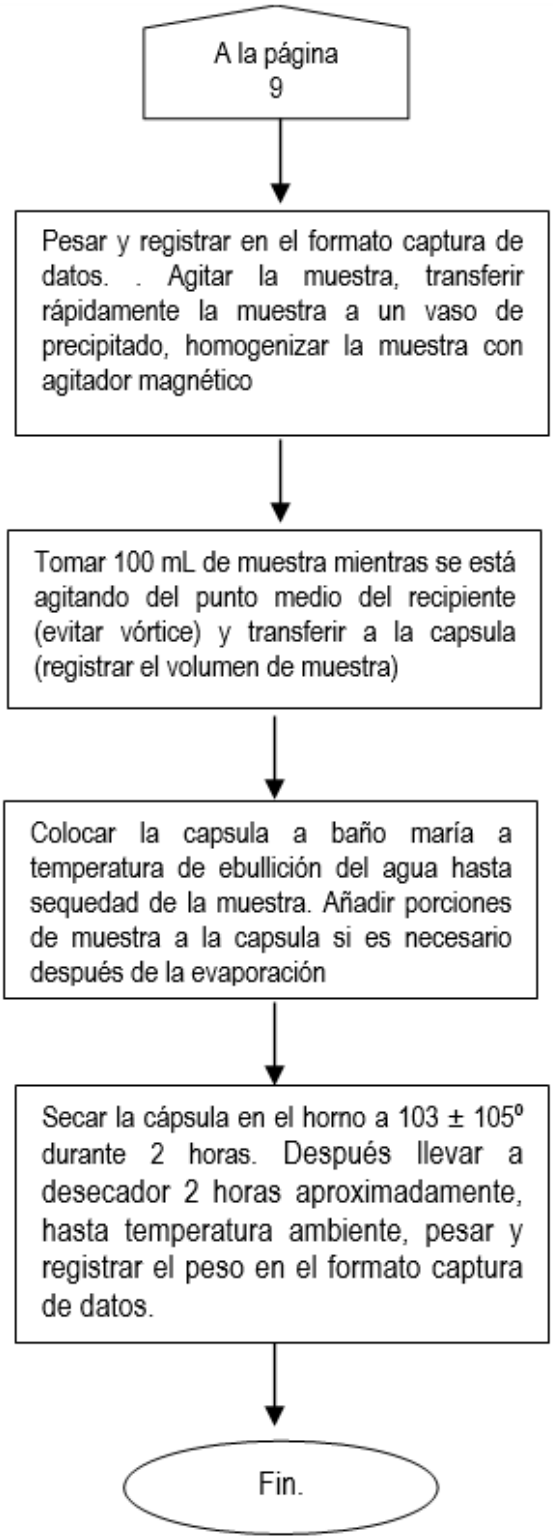
Realizar los cálculos por medio de la siguiente ecuación:

Donde:

ST: Sólidos Totales, en mgST/L

ANEXO 1. Diagrama




A la página 9
Pesar y registrar en el formato captura de datos. . Agitar la muestra, transferir rápidamente la muestra a un vaso de precipitado, homogenizar la muestra con agitador magnético
Tomar 100 mL de muestra mientras se está agitando del punto medio del recipiente (evitar vórtice) y transferir a la capsula (registrar el volumen de muestra)
Colocar la capsula a baño maría a temperatura de ebullición del agua hasta sequedad de la muestra. Añadir porciones de muestra a la capsula si es necesario después de la evaporación
Secar la cápsula en el horno a 103 ± 105º durante 2 horas. Después llevar a desecador 2 horas aproximadamente, hasta temperatura ambiente, pesar y registrar el peso en el formato captura de datos.
Fin.