

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. SÓLIDOS DISUELTOS TOTALES SECADOS A 180°C SM 2540 C	Código: M-S-LC-I019
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 1 de 9

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; el rango de aplicación es de: 12 – 10.000 mg SDT/L.

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

Tabla 1. DATOS DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO

NOMBRE DEL METODO:		Sólidos Disueltos	
FECHA DEL INFORME DE VALIDACIÓN: 29/11/2010			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LIMITE DE DETECCION	12	mg SDT/L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISION EN TÉRMINOS DE %CV	9.7	%	Estándar casi cero 10 mg SDT/L
	7.5	%	Eb 25mg SDT/L
	2.43	%	Em 5000 mg SDT/L
	1.88	%	Ea 10000 mg SDT/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	7.9	%	Nivel de Concentración bajo 10mg SDT/L
	8.29	%	Nivel de Concentración bajo 25mg SDT/L
	0.62	%	Nivel de Concentración Media 5000 mg SDT/L
	0.47	%	Nivel de Concentración alto 10000 mg SDT/L
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	12-10000	mg SDT/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL METODO	NA	N.A	Con la mayor dilución posible o aceptable.
RECUPERACION EXPRESADO COMO %	99.54	%	Nivel de Concentración bajo
	96.29	%	Nivel de Concentración alto

3. DEFINICIONES

- (SDT) Sólidos disueltos totales: Sustancias orgánicas e inorgánicas solubles en agua que no son retenidas en el material filtrante.
- Eb: Estándar de concentración baja
- Em: Estándar de concentración media

- Ea: Estándar de concentración alta
- LDM: Limite de Detección del Método
- CV: Coeficiente de variación.
- LSA = Limite superior de alarma
- LSC = Limite superior de control
- LIA = Limite inferior de alarma
- LIC = Limite inferior de control

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, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad y tapaboca.

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

- Equipo de filtración
- Baño María.
- Horno de secado
- 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

- Cloruro de sodio
- Caolín coloidal USP

5.3 MATERIALES Y VIDRIERIA

- Cápsulas de porcelana capacidad de 100ml.
- Probeta de 100 mL.

- Balón aforados clase A de 1L.
- Beaker
- Agitador magnético.
- Desecador
- Filtro de fibra de vidrio de 47mm de diámetro
- Pinzas metálicas para manejo de filtros de fibra de vidrio.
- Pinzas metálicas para manejo de capsulas de porcelana.
- Micro espátula metálica.
- Frasco lavador.

6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Las aguas altamente mineralizadas con un contenido considerable de calcio, magnesio, cloruros y sulfatos puede ser higroscópicas y requieren de un secado prolongado, una desecación adecuada y un pesado rápido. Las muestras ricas en bicarbonatos requieren un secado cuidadoso y posiblemente prolongado a $180^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ para asegurar una conversión completa de bicarbonato a carbonato. Debido a que los residuos excesivos en la capsula de porcelana pueden formar una capa de agua limitando el secado total, limitar el tamaño de la muestra para que proporcione un residuo no mayor de 200 mg.

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 C.

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 el duplicado de una muestra al azar. Incluir al menos un duplicado para cada tipo de matriz diariamente o con cada lote de 20. Los duplicados evalúan la limpieza del material de vidrio y la replicabilidad del método. El porcentaje de la diferencia entre los duplicados no debe ser mayor al 10%; si la variación excede este límite, debe repetirse el análisis.
- Utilizar únicamente el material al cual se le haya realizado control de calidad.
- Los resultados son diligenciados en el formato correspondiente captura de datos de métodos gravimétricos.
- Evitar procesar la muestra después del tiempo máximo sugerido para el análisis.
- Realizar en el análisis de muestras, la lectura de un estándar de baja concentración (50 mg/L) y uno de alta concentración (500 mg/L).

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. SÓLIDOS DISUELTOS TOTALES SECADOS A 180°C SM 2540 C	Código: M-S-LC-I019
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 4 de 9

Los resultados de los análisis de los estándares de control deben encontrarse dentro de los límites establecidos en la carta de control del método; si el resultado analítico cae fuera de los límites de control normales, revisar el procedimiento realizado para determinar que ocurrió. No realizar más análisis hasta verificar que paso, comunicar la anomalía al Líder de Análisis, revisar e iniciar nuevamente la marcha analítica cuando el Líder de Análisis de la autorización..

Diligenciar los datos en el formato correspondiente a captura de datos de métodos gravimétricos.

8. DESARROLLO

8.1 PRINCIPIO

El principio de la técnica radica en una muestra bien mezclada filtrada a través de un filtro de fibra de vidrio al vacío y el filtrado se evapora a sequedad en una capsula de porcelana a $180^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ hasta peso constante. El aumento en peso de la capsula de porcelana representa el total de sólidos disueltos.

Los sólidos se refieren a la materia en suspensión o disueltos en agua o aguas residuales. El alto contenido de sólidos en suspensión en las aguas puede ser estéticamente insatisfactorio, las aguas con alto contenido de sólidos disueltos en general, son de inferior potabilidad y pueden inducir una reacción fisiológica desfavorable en el consumidor.

Los análisis son importantes en el control de los procesos de tratamiento biológico y físico de aguas residuales para evaluar el cumplimiento de las entidades que regulan los efluentes de aguas residuales.

Limitar el tamaño de la muestra para que proporcione un residuo seco no mayor de 200 mg procurando que los tiempos de filtración no sean tan prolongados. Para las muestras ricas en sólidos disueltos, lavar meticulosamente el filtro para evitar la pérdida del material disuelto.

Esta determinación se realiza sobre matriz de agua residual y superficial.

8.2 TOMA Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

Utilice botellas de vidrio resistentes o de plástico; comenzar el análisis tan pronto como sea posible debido a la imposibilidad de preservar la muestra. Refrigere la muestra a 4°C hasta el momento del análisis para minimizar la descomposición microbiológica de los sólidos.

El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 7 días. Sin embargo, Se recomienda realizar el análisis dentro de las 24 h posteriores a su colecta. Las Muestras deben estar a temperatura ambiente al momento del análisis.

8.3 LIMPIEZA DE LA VIDRIERÍA

Lave toda la vidriería y capsulas de porcelana con jabón neutro y enjuague muy bien con agua destilada. Siga el procedimiento general de lavado como se describe en el documento TPO125.

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. SÓLIDOS DISUELTOS TOTALES SECADOS A 180°C SM 2540 C	Código: M-S-LC-I019
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 5 de 9

8.4 EJECUCIÓN DE LA TÉCNICA

8.4.1 Procedimiento De Preparación De Estándares

Secar alrededor de 10 gramos de caolín y cloruro de sodio a 103-105°C durante dos horas, como mínimo. Dejar enfriar dentro de un desecador hasta temperatura ambiente. Si mantiene el caolín en el desecador, no se requiere secarlo cada vez.

Preparar las siguientes muestras como control de calidad:

Estándar Control Concentración 50 mg/L: Pesar 0.050 g de caolín y 0.050 g de cloruro de sodio (NaCl), disolver y transferir cuantitativamente a un balón de 1L clase A, aforar y conservar en un frasco ámbar por un tiempo no mayor a seis meses. Antes de filtrar, agitar vigorosamente y medir 100 mL de patrón, lavar la probeta con agua destilada y lavar el filtro asegurando el paso del cloruro de sodio. Peso esperado de residuo seco = 5 mg.

Estándar control Concentración 500 mg/L: Pesar 0.500 g de caolín y 0.500 g de NaCl disolver y transferir cuantitativamente a un balón de 1L clase A, aforar y conservar en un frasco ámbar por un tiempo no mayor a seis meses. Antes de filtrar, agitar vigorosamente y medir 100 mL de patrón, lavar la probeta con agua destilada y lavar el filtro asegurando el paso del cloruro de sodio. Peso esperado de residuo seco = 50 mg.

8.4.2 Procedimiento de Análisis

8.4.2.1 Preparación del Filtro de Fibra de Vidrio

- Siempre manejar el filtro mediante pinzas metálicas. No manipular el filtro con la mano.
- Colocar el filtro sobre el soporte del equipo de filtración, con el lado rugoso hacia arriba, aplicar vacío.
- Lavar el filtro con tres porciones sucesivas de 20 mL de agua destilada, medidos con probeta.
- Dejar el vacío durante 1 minuto adicional para secar el filtro y descartar los lavados.
- Marcar cada recipiente receptor de filtrado con el número correspondiente a la capsula de porcelana donde donde se depositará el filtrado para la correspondiente evaporación.

8.4.2.2 Preparación de la Capsula de Porcelana

- Siempre manejar el filtro mediante pinzas metálicas. No manipular la capsula con la mano.
- Marcar cada una de las cápsulas con un número para identificarlas, emplear un marcador indeleble.
- Colocar la cápsula totalmente limpia y previamente marcada a 180° C \pm 2 ° C durante 2 h en un horno, enfriar en un desecador por 2 h para equilibrar la temperatura y proceder a pesar. Registrar el peso en el formato correspondiente en la columna peso 2ª tara. Con el secado de 2 horas se asegura que la humedad sea retirado en su totalidad evitando el ciclo de secado, enfriamiento y pesada, asegurando que el peso sea inferior al 4% del peso anterior o menor de 0.5 mg, pesar rápidamente e inmediatamente antes de usar.

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. SÓLIDOS DISUELTOS TOTALES SECADOS A 180°C SM 2540 C	Código: M-S-LC-I019
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 6 de 9

8.4.3 Procesamiento de la Muestra

- Permitir que la muestra se acondicione a temperatura ambiente, seleccionar el tamaño del filtro y elegir un volumen de muestra que produzca un residuo entre 2,5 y 200 mg. 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.
- 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 a una velocidad que permita reducir el tamaño de partícula y lograr una muestra más homogénea.
- Tomar de la muestra bien homogenizada una alícuota con una pipeta, durante el proceso de agitación, desde el punto medio del recipiente evitando el vórtice y transferirla sobre el filtro de fibra de vidrio, registrar el volumen en el formato de captura de datos.
- Lavar el filtro con tres volúmenes sucesivos de 10 mL de agua grado reactivo dejando caer por las paredes del recipiente de filtración, continuar la succión durante aproximadamente 3 minutos después de que la filtración esté completa para retirar el exceso de humedad del filtro.
- Transferir el filtrado total incluyendo los lavados a la cápsula de porcelana previamente pesada y marcada, asegurar el traspaso cuantitativo lavando con agua tipo II el recipiente receptor del filtrado, evaporar a sequedad en un baño de vapor precalentado a la temperatura de ebullición del agua.
- Retirar la cápsula del baño de vapor cuando se haya secado totalmente.
- Secar la cápsula durante 2 h en un horno a 180 ± 2 ° C, enfriar en un desecador por 2 h para equilibrar la temperatura y proceder a pesar. Con el secado de 2 horas se asegura que la humedad se retira en su totalidad. Pesar rápidamente, preferiblemente llevar el desecador al cuarto de la balanza. Registrar el peso de la cápsula en el formato correspondiente como peso final 2.
- Asegurar que el cambio de peso sea inferior al 4% del pesaje anterior o 0,5 mg, lo que sea menor.
- Analizar el 10% de las muestras por duplicado, las determinaciones duplicadas deben coincidir dentro del 5% de su peso promedio.

8.4.5 Cálculo de Resultados

Realizar los cálculos por medio de la siguiente ecuación:

Donde:

$$\text{mgTDS/L} = \frac{(A - B) * 1000}{V}$$

A = peso final de la cápsula, en g (peso del residuo seco + peso inicial de la cápsula)

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. SÓLIDOS DISUELTOS TOTALES SECADOS A 180°C SM 2540 C	Código: M-S-LC-I019
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 7 de 9

B = peso inicial de la cápsula, en g.
V= Volumen de muestra en L

9 DIAGRAMA

Ver anexo 1.

10 SECCIÓN DE REFERENCIA

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 2540 C. 22 ed., New York, 2012
- Instructivo lavado material de vidrio.
- Disposición final de residuos.
- Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio
- Aseguramiento de calidad.
- Verificación y auditoria de datos analíticos
- Aseguramiento de control de calidad analítica
- Solicitud de muestras para análisis
- Solicitud de reactivos, vidriería y materiales
- Rótulos de reactivos

11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	14/12/2017	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI

ELABORÓ: Adriana Dueñas Moreno Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	REVISÓ: Carlos Martín Velásquez Ramírez Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	APROBÓ: Nelson Omar Vargas Martínez Subdirector de Hidrología
---	--	--

ANEXO 1. Diagrama



