1. OBJETIVO

Establecer la metodología para la determinación de sólidos disueltos totales secados a 180°C± 2°C en agua, por el método gravimétrico S.M. 2540 C.

2. ALCANCE

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

Esta técnica se aplica en el Laboratorio de Calidad Ambiental para el recurso hídrico superficial; el rango de aplicación es de: 12 – 10000 mgSDT/L.

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

Tabla 1. Resultados de la confirmación del Método

CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-I017 Instructivo de Ensayo Determinación Sólidos Disueltos Totales Secados a 180 ± 2°C.			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 24/10/2018			
PARÁMETRO	**VALOR**	**UNIDADES**	**OBSERVACIÓN**
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	2	mgSDT/L	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	12	mgSDT/L	
PRECISIÓN EN TÉRMINOS DE % CV	1,94	%	Nivel de concentración bajo, 25 mgSDT/L
	0,99	%	Nivel de concentración medio,5000 mgSDT/L
	0,69	%	Nivel de concentración alto, 9000 mgSDT/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	0,0	%	Nivel de concentración bajo, 25 mgSDT/L
	0,12	%	Nivel de concentración medio,5000 mgSDT/L
	0,03	%	Nivel de concentración alto, 9000 mgSDT/L L
	3,5	%	Mc, muestra CALA
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	12-10000	mgSDT/L	Sin dilución de la muestra

3. DEFINICIONES

Solidos Disueltos Totales: Se define como el residuo que queda después de evaporara una muestra previamente filtrada a través de un filtro con un tamaño de poro nominal de 2.0 µm (o menor). Los SDT incluyen las sales, minerales, metales y cualquier otro compuesto orgánico o inorgánico que se disuelve en el agua.

- **Baño maría:** calentamiento indirecto por convección térmica a partir de un medio líquido (agua, frecuentemente).

- **Convección térmica:** La convección es una de las tres formas de transferencia de calor que transporta el calor entre zonas con diferentes temperaturas. La convección en sí es el transporte de calor por medio del movimiento de un fluido.

- **SM:** Estándar Método.

- **RPD:** Diferencia Porcentual Relativa

- Blanco de reactivos (MB): Agua Tipo I que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningúnanalito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos solventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra.
- Blanco fortificado (LFB): es una muestra de agua de reactivo a la que se ha añadido una concentración conocida del analito de interés. Se utiliza para evaluar el desempeño de laboratorio, y la recuperación del analito en una matriz en blanco. El LFB son los estándares de control de la técnica.
- Matriz fortificada: (LFM): Es una porción adicional de una muestra a la que se añade una cantidad conocida del analito de interés. Se utiliza para evaluar la recuperación del analito en una matriz de la muestra.
- LSA = Límite superior de alarma.
- LSC = Límite superior de control.
- LIA = Límite inferior de alarma.

LIC = Límite inferior de control.

- **E (%):** Porcentaje de error
- **L:** Litro
- **mg**: miligramos

4. SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

Antes de iniciar el análisis, revisar el Manual E-SGI-ST-M001 Sistema de gestión de seguridad y salud en el trabajo y las hojas de seguridad de los reactivos.

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 instructivo de disposición final de residuos M-S-LC-I075.

5. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

5.1. Equipos

- Equipo de filtración
- Baño María
- Horno de secado 180 ± 2°C
- Balanza analítica

- Agitador magnético.

5.1.1. Verificación de Equipos

Comprobar que los equipos se encuentran en óptimas condiciones, antes de operarlos. Diligenciar el formato M-S-LC-F007 de control diario de manejo del equipo.

- Verificar la balanza analítica con las masas antes de realizar cualquier pesaje. Instructivo de aseguramiento metrológico. M-S-LC-I048.
- Verificar que la temperatura del horno se encuentre entre 180 ±2°C, antes de proceder con la determinación del análisis. Para esto, debe asegurar que el valor (Tecla SP) sea el adecuado. Si el valor no es el adecuado, utilizando las teclas arriba y abajo puede fijar el valor.
- Verificar el funcionamiento del baño maría y revisar el nivel del agua constantemente

5.2. Reactivos

Solicite los reactivos, vidriería y material diligenciando el formato M-S-LC-F039.

- Agua tipo I
- Cloruro de sodio

5.1.2. Preparación de soluciones

Preparar el siguiente estándar como control de calidad:

Blanco fortificado Concentración (LFB) 50 mgSDT/L: Secar cloruro de sodio (NaCl) a 103-105 °C durante 1 hora, pesar 50 mg y diluir a 1 L con agua tipo I.

Registrar la preparación de los reactivos en el formato M-S-LC-F064 Control de preparación de soluciones.

Registrar la preparación de los reactivos en el formato M-S-LC-F064 Control de preparación de soluciones.

5.3. Materiales

- Balones aforados clase A.
- Cápsulas de porcelana capacidad de 100 mL o 200 mL
- Desecador
- Filtro de fibra de vidrio de 47mm de diámetro y 2.0 µm
- Frasco lavador.
- Micro espátula metálica.
- Pinzas metálicas para manejo de capsulas de porcelana.
- Pinzas metálicas para manejo de filtros de fibra de vidrio.
- Pipetas aforadas
- Probetas
- Vasos de precipitado
- Barra recubierta de TFE.

6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Las aguas altamente mineralizadas con un contenido considerable de calcio, magnesio, cloruros y sulfatos pueden ser higroscópicas y requieren de un secado prolongado, una desecación adecuada y un pesado rápido. Las muestras con altas concentraciones de bicarbonatos requieren un secado cuidadoso y posiblemente prolongado a 180°C±2°C para asegurar una conversión completa de bicarbonato a carbonato.

Los residuos secados a una temperatura de 180°C±2°C perderá casi toda el agua ocluida mecánicamente, pero puede quedar algo de agua de cristalización, especialmente si hay presencia de sulfatos. La materia orgánica puede volatilizarse y perderse, pero no eliminarse completamente.

La pérdida de CO_2 ocurre cuando los bicarbonatos se convierten en carbonatos y los carbonatos pueden descomponerse parcialmente en óxidos o sales básicas. Algunas sales de cloruro y nitrato pueden perderse. En general, las muestras de agua de evaporación y secado a 180°C dan valores de SDT más cercanos a los obtenidos al agregar especies minerales determinadas individualmente que los valores obtenidos al secar a 103-105 °C.

Se debe tener un cuidado especial con las muestras viscosas, porque pueden arrastrar aire durante la homogenización y pueden ser difíciles de transferir en volúmenes exactos. También, tener especial cuidado con las muestras que contienen altos niveles de sólidos disueltos y son difíciles de enjuagar completamente durante el proceso de filtrado.

Los sólidos totales disueltos (SDT) y los sólidos suspendidos totales (SST) son fracciones diferentes de una misma muestra; el equipo y las técnicas de enjuague utilizadas pueden afectar negativamente los resultados de SST o SDT. Para que esto no ocurra, tener cuidado de evitar que la fracción SDT migre al borde no enjuagado del filtro debajo del embudo y se retenga como peso "SST". Si lo anterior se puede corroborar, revisar la efectividad del sello del equipo de filtración y considerar los enjuagues adicionales.

Si se utiliza una pipeta para medir y transferir la muestra, colocar la punta de la pipeta en el centro (profundidad y ancho) del recipiente bien homogenizado. Si se usa una plancha de agitación magnética y una barra de agitación, establecer la velocidad para disminuir el tamaño de partícula en la muestra y hacerla más uniforme; luego pipetear la muestra desde la mitad del camino entre la pared del contenedor y el vórtice. La fuerza centrífuga puede separar partículas de diferentes tamaños y densidades, lo que resulta en una precisión deficiente cuando varía el punto de extracción de la muestra. Evitar usar un agitador magnético con muestras que contengan partículas magnéticas. Si se utiliza una probeta, transferir las muestras inmediatamente después de agitar o sacudir para evitar cualquier asentamiento de los sólidos de la muestra.

Cuando las muestras líquidas se colocan directamente en cualquier horno calentado por encima de la temperatura de ebullición, pueden salpicar y perder algunos de los parámetros de interés. Por lo tanto, las muestras pueden evaporarse a sequedad o casi a sequedad a una temperatura inferior a la de ebullición usando un baño de vapor, placa caliente o en horno antes de secarse a un peso constante según las especificaciones del método

Abrir el desecador el menor número de veces posible para minimizar la entrada de aire húmedo. Revisar que la sílica del desecador este siempre seca para evitar que las membranas puedan absorber agua. Pesar las muestras tan pronto como sea posible después de retirarlas del desecador para minimizar la absorción de agua de la atmósfera.

Los resultados de los residuos con alto contenido de aceite o grasa pueden ser dudosos porque tales muestras son difíciles de secar a peso constante en un tiempo razonable. Cualquier muestra que no alcance un peso constante debe ser calificada indicando el número de ciclos de secado y el cambio de peso final.

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.

6.1. Condiciones Ambientales

Las condiciones ambientales no afectan la validez de los resultados, sin embargo, en el área donde se realiza el análisis de sólidos disueltos totales, cuenta con un termo higrómetro para controlar temperatura y humedad diariamente y los datos se registran en el documento M-S-LC-F021 formato condiciones ambientales.

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	Matriz fortificada en Laboratorio (LFM)	Duplicado matriz fortificada en laboratorio (LFMD)	Otro
-	-	X	X	X	-	-	-

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

El Laboratorio de Calidad ambiental establece los siguientes controles para la determinación de sólidos disueltos totales:

- Utilizar material de vidrio al cual se le ha realizo el control de calidad.
- Efectuar el análisis dentro de los 7 días posteriores a la toma de la muestra.
- Analizar un blanco (BK) por cada lote de 20 muestras. El análisis en blanco incluye todos los pasos y procedimientos de preparación de la cápsula con agua tipo I. Si el valor del blanco (BK) está en o por encima del nivel del límite de cuantificación del método informe, tomar medidas correctivas de manera inmediata. Lo anterior puede conllevar a reanalizar todo el lote de muestras.
- Con cada lote de muestras analizar el límite de cuantificación del método (LCM).
- Realizar el duplicado de una muestra al azar del ≥5% de todas las muestras o 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 repetibilidad del método. La diferencia porcentual relativa (RPD) entre los duplicados no debe ser mayor al 10%; pero los RPD pueden variar considerablemente debido a la matriz y concentración de la muestra. Si la variación excede este límite, debe repetirse el análisis.

- Procesar el blanco fortificado (LFM) de 50 mg SST/L con cada lote de 20 muestras. El resultado del estándar de control debe encontrarse dentro de los límites establecidos en la carta de control del método; si el resultado analítico cae fuera de los límites de control establecidos, volver a procesar y revisar, que ocurrió en

el procesamiento del lote de muestras. Si el valor del estándar de control no cumple con los criterios de calidad, informar la anomalía al Líder físico-químico, quien dará las pautas necesarias, para reanudar la marcha analítica.

- Registrar los resultados de cada QC en las cartas de control graficando el valor promedio diario de la concentración de los controles. 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 y si es necesario, repetir el análisis de todo el grupo de muestras. No realizar más análisis hasta verificar que sucede; comunicar anomalía al líder de Físico –Química. Revisar e iniciar nuevamente la marcha analítica cuando el líder lo autorice.
- Tomar las acciones respectivas en el caso que se presenten tendencias de datos en la carta de control, de acuerdo con lo definido en el M-S-LC-I051 Instructivo de Aseguramiento de Calidad Analítica.
- Registrar los resultados en las cartas control. M-S-LC-F055– Exactitud y precisión establecidas para la técnica de solidos totales. M-S-LC-F056.
- Registrar los datos obtenidos en la carpeta digital de correlación de variables.
- Diligenciar el formato correspondiente a la captura de datos M-S-LC-F035 Formato Captura de Datos Métodos Gravimétricos. Registrar los resultados con números enteros.

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 cápsula de porcelana a 180°C ± 2ºC hasta peso constante. El aumento en peso de la cápsula de porcelana representa el total de sólidos disueltos.

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

Tomar la muestra en recipientes de vidrio de borosilicato, plástico o fluoropolímero por ejemplo politetrafluoroetileno (PTFE), botellas de Teflón para evitar que los sólidos suspendidos de la muestra se adhieran a la pared del recipiente. Tomar mínimo 500 mL de muestra y durante la recolección evitar las partículas flotantes grandes o aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos.

Refrigerar la muestra a < 6 ºC (no congelar) hasta el momento del análisis para minimizar la descomposición microbiológica de los sólidos. Efectuar el análisis dentro de los siete (7) días siguientes a la toma de la muestra.

8.3. Limpieza de la vidriería

Lavar el material de vidrio que se utiliza en este método como indica el procedimiento general de lavado que se sigue en el laboratorio y realizar el control de calidad respectivo.

8.4. Ejecución de la técnica

8.4.1. Preparación del Filtro de Fibra de Vidrio

- Siempre manejar el filtro mediante pinzas metálicas. No manipular el filtro con la mano.
- Marcar cada cápsula de aluminio con un número para evitar confusiones.
- 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.
- Cuidadosamente y con la ayuda de unas pinzas, retirar el filtro y colocarlo dentro de la cápsula de aluminio correspondiente.

8.4.2. Preparación de la Cápsula de Porcelana

- No manipular la cápsula con la mano.
- Marcar cada una de las cápsulas con un número para identificarlas. Colocar la cápsula totalmente limpia y previamente marcada a 180 °C ± 2 °C durante 1 h en un horno, enfriar en un desecador por 1 h para equilibrar la temperatura y proceder a pesar. Registrar el peso en el formato correspondiente. Repetir el ciclo de secado, enfriamiento y pesada hasta que el cambio de peso sea de ≤ 0,5 mg.

8.4.3. Selección de los filtros y volumen de muestra

Elegir el volumen de la muestra para obtener un resultado entre 2,5 y 200 mg de residuo seco. Si la filtración tarda 10 minutos en completarse, aumentar el tamaño del filtro o disminuir el volumen de la muestra.

8.4.4. Procesamiento de la Muestra

- Sacar del desecador las cápsulas correspondientes a las muestras que se van a procesar
- Permitir que la muestra se acondicione a temperatura ambiente y elegir un volumen de acuerdo a la muestra a procesar.
- Agitar la muestra invirtiendo el recipiente varias veces
- De la muestra recién agitada, transferir rápidamente a una probeta 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 100 mL del filtrado, incluyendo los lavados a la cápsula de porcelana previamente pesada y marcada (asegurar el traspaso cuantitativo de la muestra), evaporar a sequedad en un baño de vapor precalentado a la temperatura de ebullición del agua. Si es necesario, agregar porciones sucesivas después de la evaporación, si el volumen del filtrado excede la capacidad de la cápsula.
- Retirar la cápsula del baño de vapor cuando se haya secado totalmente.
- Secar la cápsula durante 1 h en un horno a 180 ± 2 ° C, enfriar en un desecador por 1 h para equilibrar la temperatura y proceder a pesar. Repetir el ciclo de secado, enfriamiento y pesada hasta que el cambio de peso sea de ≤0,5 mg.

8.4.5. Formatos

Formato entrega de muestras analistas M-S-LC-F011.
Formato Solicitud de reactivos, vidriería y materiales M-S-LC-F039.
Control de preparación de soluciones M-S-LC-F064.
Formato Rótulos de reactivos M-S-LC-F014.
Formato Control diario de manejo del equipo M-S-LC-F007.
Formato carta control exactitud MS-LC-F055.
Formato carta control precisión MS-LC-F056.
Formato captura de datos gravimétricos M-S-LC-F035.

8.4.6. Cálculo de Resultados

Realizar los cálculos por medio de la siguiente ecuación:

$$\text{mgSDT/L} = \frac{(A - B) \times 1000 \times 1000)}{V\,mL}$$

Donde:

SDT: Sólidos Disueltos Totales, en mg SDT/L.
A: peso final de la cápsula, en mg (peso del residuo seco + peso inicial de la cápsula), en mg.
B: peso inicial de la cápsula, en mg.
V: Volumen de muestra filtrada, en mililitros.
1000: Factor de conversión de gramo a miligramo.
1000: Factor de conversión de mililitro a litro.

9. DIAGRAMA

Ver anexo 1.

10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

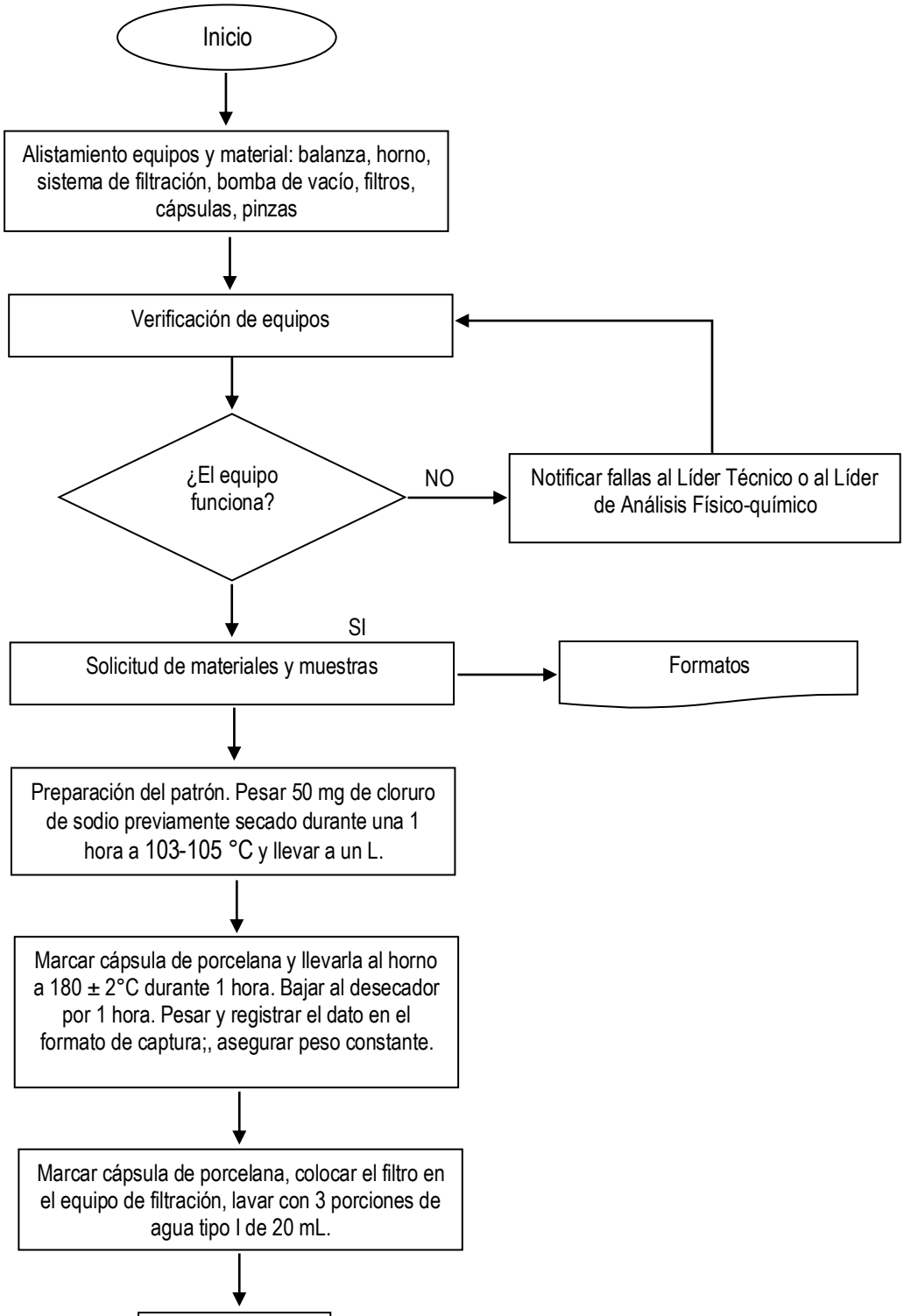
Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 2540 D. 23 ed., New York, 2017

11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	14/12/2017	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI. Realizado por Adriana Dueñas Moreno
02	28/12/2018	Actualización del documento de acuerdo a la versión 23 del Standard Methods. Realizado por Adriana Dueñas Moreno
03	12/05/2020	Se actualizan los ítems 3. Definiciones, 5.1.1. Verificación de equipos, se incluye la verificación del baño de maría, 7. Control y aseguramiento de Calidad, se debe analizar el LCM con cada lote de muestras, se cambia aprobó del Sub Director de hidrología, por el coordinador del laboratorio.
04	21/10/2020	Nueva versión producto de la actualización de la documentación del Sistema Integrado de Gestión.

ELABORÓ:	REVISÓ:	APROBÓ:
Adriana Dueñas Moreno Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	**Carlos Martín Velásquez Ramírez** Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	**Jonnathan Danilo Uasapud García** Coordinador Laboratorio de Calidad Ambiental.

NEXO 1. Diagrama



A
Agitar la muestra y transferir a una probreta
Tomar un volumen de muestra de 100 mL mientras se está agitando del punto medio del recipiente (evitar vórtice) y transferirlo al filtro (registrar el volumen de muestra)
Lavar filtro con 10 mL de agua 3 veces, seguir filtrando aproximadamente 3 minutos más hasta retirar exceso de agua.
Transferir el filtrado total incluyendo los lavados a la cápsula de porcelana, evaporar a sequedad en baño maría. Retirar la cápsula cuando la muestra se haya secado totalmente.
Secar la cápsula a 180 ± 2°C durante 1 hora, llevar al desecador por 1 hora, pesar rápidamente y registrar el dato en el formato de captura de dato. Asegurar peso constante
Fin.