

 UNIVERSIDAD DE LOS LLANOS	PROCESO DE GESTION DE APOYO A LA ACADEMIA		
	INSTRUCTIVO PARA DETERMINAR SOLIDOS DISUELTOS EN AGUAS		
	Código: IN-GAA-114	Versión: 05	Fecha de aprobación: 03/08/2022

1. Objetivo

Determinar el contenido de sólidos disueltos en muestras de agua con un contenido máximo de 20000 mg/L, utilizando el método de filtración por membrana de poro nominal de 2.0 µm (o menos) y secado a 180°C, según la referencia SM 2540 C, asegurando la entrega oportuna de resultados confiables a nuestros clientes y su satisfacción en la prestación del servicio.

2. Alcance

Este instructivo aplica para el análisis de aguas residuales no domésticas, aguas residuales domésticas, aguas subterráneas, aguas superficiales.

3. Referencias Normativas

- American Public Health Association, American Water Works Association & Water Environment Federation. STANDARD METHODS: For the Examination of Water and Wastewater, 23RD Edition, American Public Health Association 800 I Street, NW. Washington D.C., 2017. ISBN 978-087553-287-5.
- Instructivo para determinar sólidos disueltos en aguas. Gestión de Tecnología de Negocio. Centro de Innovación y Tecnología. Departamento de Servicio Técnico de Laboratorio de Transporte y Transversales. Laboratorio de Aguas y Suelos. Instituto Colombiano de Petróleo.

4. Definiciones

- Analito:** especie química que se analiza.
- Blanco fortificado:** es una herramienta estadística que garantiza la calidad de los resultados, y permite llevar un control sobre la prueba y a su vez sobre los equipos.
- Material de referencia certificado:** material de referencia, acompañado de un certificado, en el que una o más de sus propiedades está certificada por un procedimiento que establece trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la que se expresa dicha propiedad, y para el que cada valor certificado está asociado a una incertidumbre con un nivel de confianza determinado.
- Muestra:** parte representativa de la materia objeto del análisis.
- Patrón:** medida materializada, instrumento de medición, material de referencia o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad o uno o más valores de una magnitud para servir de referencia.
- SM:** Standard Methods For the Examination of Water and Wastewater.
- Solución de referencia:** solución preparada a partir de un reactivo grado analítico que contiene el analito a determinar. Solo deben ser empleados para realizar calibraciones y blanco fortificado, ya que no se encuentran presentes los componentes de la matriz que acompañan al analito en las muestras.

5. Condiciones Generales

La expresión "sólidos en agua" se refiere a la cantidad de materia suspendida o disuelta en ella. El contenido de sólidos en el agua puede afectar su calidad, modificando aspectos tales como el sabor, color, olor, dureza, turbiedad, etc. Para agua de consumo humano, las aguas con sólidos disueltos altos generalmente son de inferior sabor (bronquet) y pueden inducir una reacción fisiológica desfavorable en el consumidor. Por estas razones, para aguas de consumo humano el límite máximo de sólidos disueltos es de 500 mg/L.

El análisis de sólidos es importante en los procesos de tratamientos físicos y biológicos de aguas residuales y para asegurar el cumplimiento con la regulación de efluentes de aguas residuales.

5.1 Método gravimétrico

La muestra es filtrada a través de una membrana de poro nominal de 2.0 µm (o menos); el filtrado es evaporado en un recipiente, posteriormente se seca hasta peso constante a una temperatura de 180°C. El incremento del peso sobre el recipiente vacío representa los sólidos disueltos totales contenidos en la muestra.

5.2 Interferencias

- Aguas altamente mineralizadas es decir con altos contenidos de calcio, magnesio, cloruros y/o sulfatos pueden ser higroscópicas, las cuales requieren de un secado prolongado, desecación adecuada y pesado rápido.
- Se deben excluir de la muestra todas aquellas partículas grandes flotantes o aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos, si se determina que no incluirlos no afecta el resultado final.
- En muestras con alto contenido de grasas y aceites, quitar la capa de grasa de la muestra antes del análisis.
- La excesiva cantidad de residuo en el recipiente de secado puede formar una capa que atrapa el agua dificultando el proceso de secado. Por lo tanto, se debe limitar el tamaño de la muestra para obtener residuos menores a 200 mg.
- Muestras con alto contenido de bicarbonatos requieren mayor cuidado y posiblemente prolongar el secado a 180°C para asegurar la completa conversión de bicarbonato a carbonato.
- En muestras con alto contenido de sólidos disueltos, éstos pueden quedar en el filtro si no se lava bien. Un tiempo prolongado de filtración que resulta de la obstrucción del filtro, puede producir resultados altos, debido al incremento de materiales coloidales retenidos en el filtro obstruido.

5.3 Muestreo, preservación y almacenamiento

Tomar muestras representativas siguiendo las instrucciones establecidas en el SM 1060. Las muestras pueden ser recolectadas en recipiente de vidrio o plástico, y corresponder a muestreo puntual o compuesto. Usar recipientes en los cuales el material en suspensión no se adhiera a las paredes.

El análisis se debe iniciar tan pronto como sea posible, refrigerar la muestra hasta el momento del análisis para evitar la descomposición microbiológica de los sólidos. Preferiblemente no almacenar las muestras por más de 24 horas y en ningún caso exceder los 7 días, antes del análisis llevar las muestras a temperatura ambiente.

Nota 1: para la determinación de los sólidos, se recomienda homogeneizar bien la muestra y hacer estos análisis después del pH y la conductividad (cuando la muestra viene contenida en el mismo recipiente).

5.4 Materiales, Equipos y Reactivos

5.4.1 Materiales

- Material volumétrico de diferentes volúmenes.
- Erlenmeyer con salida lateral.
- Membranas de filtración de fibra de vidrio (1.6 µm).
- Filtros con microfibras de vidrio de 47 mm de diámetro.
- Vasos de precipitado de diferentes volúmenes.

5.4.2 Equipos

- Horno o estufa de secado para operar a 180°C.
- Desecador provisto de agente desecante (sílica gel).
- Balanza analítica.
- Agitador magnético con barras agitadoras revestidas de teflón (opcional).
- Bomba de vacío.
- Equipo de filtración al vacío.

5.4.3 Reactivos

- Tierra diatomácea (macerar previamente) o fécula de maíz.
- Cloruro de Sodio

Blanco fortificado de 100 mg/L: Pesar 100 mg de tierra diatomácea o fécula de maíz y 100 mg de NaCl, disolver en agua tipo II y/o destilada, trasvasar a un balón aforado de 1000 mL y aforar hasta la marca con agua tipo II y/o destilada.



6. Contenido

A continuación, se presentan las actividades para desarrollar el análisis de sólidos disueltos en matrices acuosas.

6.1 Preparación del recipiente de evaporación

- Secar los vasos de precipitado limpio a $180^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ por una hora en un horno de secado.
- Almacenar el recipiente en un desecador hasta el momento de usarlo.
- Pesarse antes del análisis.

6.2 Análisis de muestras

- Escoger un volumen de muestra que produzca entre 2.5 mg y 200 mg de residuo seco. Para el blanco fortificado tomar 50 mL de muestra.
- Agitar la muestra hasta su completa homogeneización.
- Transferir el volumen de muestra a la membrana de filtración provisto del filtro preparada.
- Filtrar aplicando vacío.
- Medir el volumen de muestra usando material volumétrico y transferir al vaso de precipitado previamente secado a 180° y pesado.
- Evaporar en un horno de secado o plancha de calentamiento.
- Secar el residuo durante una hora en un horno a $180^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.
- Enfriar en un desecador y pesar el recipiente.
- Repetir el ciclo de secar, enfriar en el desecador y pesar hasta peso constante, o hasta que la pérdida de peso sea menor al 4% del peso inicial, o menor a 0.5 mg.
- Para aguas de formación y producción tomar un volumen menor de muestra de alrededor de 25 mL, y un mayor tiempo de secado.

Nota 2: para la medición de volúmenes utilizar material de vidrio volumétrico, si el volumen es menor a 50 mL emplear pipeta volumétrica.

6.3 Cálculos

Calcular el contenido de sólidos así:

$$\text{S. D. (mg / L)} = \frac{(A - B) \times 1000}{V}$$

Dónde:

S.D.= Sólidos Disueltos, mg/L

A= Peso del recipiente + residuo seco, en mg

B = Peso del recipiente vacío, en mg

V =Volumen de muestra, en mL

6.4 Controles de calidad requeridos

Para garantizar la calidad de los resultados emitidos, los controles de calidad establecidos para el método de ensayo son los siguientes:

Blanco fortificado: analizar una solución de referencia de concentración conocida, por cada set de 20 muestras o menos, y procesarla con todos los pasos de preparación y análisis de las muestras, con la finalidad de evaluar el rendimiento del método y la recuperación del analito en la matriz blanca.

Duplicados: seleccione aleatoriamente muestras de rutina para ser analizadas por duplicado. Analizar en cada set de 20 muestras o menos.

Blanco del método: Analice un método en blanco (MB) por lote de 20 muestras para cada método, El análisis en blanco incluye todos los pasos y procedimientos de preparación.



Registrar los datos obtenidos en la bitácora del análisis. Evaluar estos controles según lo estipulado en el instructivo "Aseguramiento de la validez de los resultados".

6.5 Incertidumbre

La estimación de la incertidumbre para el análisis sólido disuelto en aguas, fue desarrollada de acuerdo al instructivo general "Estimación de incertidumbre".

6.6 Reporte de resultados

Una vez realizados los cálculos y la revisión, para asegurar la calidad y confiabilidad de los mismos, el valor obtenido debe ser reportado, teniendo en cuenta el instructivo general "Manejo de cifras significativas".

7. Flujograma

No aplica

8. Documentos de Referencia

- Bitácora del análisis
- Bitácora de balanza
- Formato de manejo de equipos
- Carta de control

9. Listado de anexos

No aplica

10. Historial de Cambios

Versión	Fecha	Cambios	Elaboró / Modificó	Revisó	Aprobó
01	22/02/2019	Documento Nuevo	Efraín Castillo. <i>Analista de lab.</i>		Marco A. Torres <i>Director ICAOC</i>
02	13/03/2019	Correcciones estructurales y de redacción.	Efraín Castillo. <i>Analista de lab.</i>	Alexander Montes <i>Responsable unidad</i>	Mario Gutiérrez <i>Prof. de Calidad</i>
03	11/06/2019	Se ajusta la terminología a aguas residuales no domésticas (ARND), se revisan y actualizan los controles de calidad del método.	Alexander Montes <i>Responsable unidad</i>	Marlene Estrada <i>Líder Técnico</i>	Juan Trujillo <i>Director de CCA</i>
04	13/08/2021	Se incluye la matriz de aguas superficial en el alcance del método.	Laurentino Matta <i>Analista Lab.</i>	Joan Patiño <i>Responsable Unidad</i>	Juan Trujillo <i>Director CCA</i>
05	03/08/2022	Corrección de la nomenclatura del blanco fortificado.	Eliana Quiñones <i>Asistente lab.</i>	Karen Mendoza <i>Profesional Calidad CCA</i>	Juan Trujillo <i>Director CCA</i>