

 UNIVERSIDAD DE LOS LLANOS®	PROCESO DE GESTION DE APOYO A LA ACADEMIA			
	INSTRUCTIVO PARA DETERMINAR SOLIDOS TOTALES EN AGUAS			
	Código: IN-GAA-117	Versión: 05	Fecha de aprobación: 03/08/2022	Página: 1 de 4

1. Objeto

Determinar el contenido de sólidos totales en muestras de agua (máximo de 20000 mg/L), por evaporación directa de la muestra y su posterior secado a una temperatura entre 103°C - 105°C, según la referencia de la norma SM 2540 B, asegurando la entrega oportuna de resultados confiables a nuestros clientes y su satisfacción en la prestación del servicio.

2. Alcance

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 totales 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:** Trazos gráficos de los resultados de las pruebas con relación al tiempo o secuencia de las mediciones, en donde se establecen límites estadísticos, que pueden ser preventivos, de peligro o de acción.
- 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 empleadas 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 palatabilidad 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. Se definen como sólidos totales a todos los residuos sólidos obtenidos por evaporación directa de la muestra de agua y su posterior secado a una temperatura determinada.

5.1 Método gravimétrico

La muestra es evaporada en un recipiente para evaporación y posteriormente se seca hasta peso constante a una temperatura entre 103°C - 105°C. El incremento del peso sobre el recipiente vacío representa los sólidos totales contenidos en la muestra.

 UNIVERSIDAD DE LOS LLANOS	PROCESO DE GESTIÓN DE APOYO A LA ACADEMIA			
	INSTRUCTIVO PARA DETERMINAR SÓLIDOS TOTALES EN AGUAS			
	Código: IN-GAA-117	Versión: 05	Fecha de aprobación: 03/08/2022	Página: 2 de 4

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.
- Las aguas de formación necesitan un incremento en la temperatura a 180°C.
- Se deben excluir de la muestra todas aquellas partículas grandes flotantes o aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos, si se determina que su exclusión 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.
- 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.
- 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.

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 pueden ser muestras puntuales o compuestas. 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 y 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.

5.4 Materiales, equipos y reactivos.

5.4.1 Materiales

- Material volumétrico de diferente volumen.
- Vasos de precipitados de diferentes volúmenes.

5.4.2 Equipos

- Horno o estufa de secado para operar entre 103°C – 105°C.
- Plancha de calentamiento (opcional)
- Desecador provisto de agente desecante (sílica gel).
- Balanza analítica
- Agitador magnético con barras agitadoras revestidas de teflón

5.4.3 Reactivos

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

Blanco fortificado 200 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 totales en matrices acuosas.

6.1 Preparación del recipiente de evaporación

- Secar el vaso de precipitado limpio a 103°C – 105°C por una hora.
- Almacenar el recipiente en un desecador hasta el momento de usarlo.

 UNIVERSIDAD DE LOS LLANOS	PROCESO DE GESTIÓN DE APOYO A LA ACADEMIA			
	INSTRUCTIVO PARA DETERMINAR SÓLIDOS TOTALES EN AGUAS			
	Código: IN-GAA-117	Versión: 05	Fecha de aprobación: 03/08/2022	Página: 3 de 4

- Pesar antes del análisis.

6.2 Análisis de muestras

- Escoger un volumen de muestra que produzca un residuo entre 2.5 mg y 200 mg (generalmente 100 mL). Para el blanco fortificado tomar 100 mL de muestra.
- Mezclar bien con agitador magnético, tomar un volumen medido de muestra y transferirlo al recipiente para evaporación.
- Evaporar hasta sequedad en un horno a 103°C – 105°C o plancha de calentamiento.
- Enfriar el recipiente en un desecador y pesar en la balanza analítica.
- Repetir el ciclo de secado, enfriamiento y pesado hasta peso constante, o hasta que la pérdida de peso sea menor al 4% del peso inicial, o menor a 0.5 mg.

Nota 2: para aguas de producción y formación, secar el residuo a 180°C ± 2°C utilizando muestras pequeñas de alrededor de 25 mL.

Cuando se pesa la muestra seca, estar alerta a los cambios en el peso debido a la exposición al aire y/o degradación de la muestra.

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 totales de acuerdo con la siguiente ecuación:

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

Dónde:

S.T = Sólidos totales, mg/L.

A= Peso del recipiente + residuo seco, en mg.

B = Peso del recipiente vacío, en mg.

V = Volumen de muestra, en mL.

Calcular la media de dos o más datos obtenidos.

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”.

 UNIVERSIDAD DE LOS LLANOS	PROCESO DE GESTIÓN DE APOYO A LA ACADEMIA			
	INSTRUCTIVO PARA DETERMINAR SÓLIDOS TOTALES EN AGUAS			
	Código: IN-GAA-117	Versión: 05	Fecha de aprobación: 03/08/2022	Página: 4 de 4

6.5 Incertidumbre

La estimación de la incertidumbre para el análisis de sólidos totales, 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 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 ajusta el volumen para blanco del método.	Laurentino Matta <i>Analista de Lab.</i>	Joan Patiño <i>Responsable Unidad</i>	Juan Trujillo <i>Director de CCA</i>
05	03/08/2022	Se ajusta la nomenclatura del blanco fortificado	Eliana Quiñones <i>Analista Lab.</i>	Karen Mendoza <i>Prof. Calidad CCA</i>	Juan Trujillo <i>Director de CCA</i>