



**Sólidos totales secados a 103° - 105°C**

TÍTULO: **SÓLIDOS TOTALES SECADOS A 103 – 105°C**

CÓDIGO: **TP0436**

VERSIÓN: **01**

COPIA N°: \_\_\_\_\_

ELABORADO POR: \_\_\_\_\_

TANIA MILENA CARPIO GALVAN  
QUIMICA

REVISADO Y  
ACTUALIZADO POR: \_\_\_\_\_

ANA MARÍA HERNÁNDEZ  
INGENIERA QUÍMICA

APROBADO POR: \_\_\_\_\_

MARTA ELENA DUQUE SOLANO  
COORDINADORA GLCA

\* Este documento debe ser revisado por lo menos cada **dos** años.



## **SÓLIDOS TOTALES SECADOS A 103 105 °C**

### **1. INTRODUCCIÓN**

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 importantes 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 disueltos (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<sub>2</sub>. 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.

El análisis de sólidos totales se aplica en aguas potables (Dec 475/98) con un parámetro máximo de 500 mg/l. Es una variable utilizada en el cálculo del Índice de calidad, ICA del IDEAM para conocer la posible aptitud de uso del recurso hídrico superficial. En el laboratorio del IDEAM este método aplica para el análisis de sólidos totales en todo tipo de muestras de aguas.



**Sólidos totales secados a 103° - 105°C**

## 2. DEFINICIONES

LDM = Hallado en la pre-estandarización es de 50 mg/L. El intervalo de aplicación es de 50 - 20.000 mg/L

S = Desviación estándar

LSA = Límite superior de alarma

LSC = Límite superior de control

LIA = Límite inferior de alarma

LIC = Límite inferior de control

## 3. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

Antes de realizar el procedimiento, revise el Manual de Higiene Seguridad y las Hojas de Seguridad números: 104, 263 que reposan en los AZ, en el mueble de la entrada en el Área de recepción de muestras. Estas hojas de seguridad también puede encontrarlas, en el PSO en el puesto de trabajo.

Utilice los siguientes implementos de seguridad: bata, guantes, respirador con cartuchos para uso general (o tapabocas) y gafas protectoras.

## 4. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Antes de iniciar el análisis, retire 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 y/o sulfatos pueden ser higroscópicas y requieren un secado prolongado, apropiado desecamiento y pesado rápido.

Dispersé con un mezclador la grasa y el aceite flotantes, antes de separar una porción de muestra para análisis. Puesto que un residuo excesivo en la placa puede formar una costra hidrófila, limite el tamaño de muestra para que proporcione un residuo no mayor de 200 mg



**Sólidos totales secados a 103° - 105°C**

## 5. RESULTADOS DE LA ESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO

<i>PARÁMETRO</i>	<i>VALOR</i>	<i>UNIDADE S</i>	<i>OBSERVACION</i>
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

## 6. TOMA Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

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

Refrigere la muestra a 4°C hasta el momento del análisis para minimizar la descomposición microbiológica de los sólidos. Antes de iniciar el análisis, lleve la muestra a temperatura ambiente. Efectúe el análisis dentro de los siete días siguientes a la toma de la muestra.

## 7. APARATOS, REACTIVOS Y MATERIALES

### 7.1 Aparatos

- Baño María. Marca Precision Scientific, Modelo 66738.
- Horno de secado a 103° ± 2. Marca Fisher Scientific
- Balanza analítica de cuatro cifras decimales.

### 7.2 Reactivos

- Agua destilada
- Cloruro de Sodio, secado a 103 - 105°C durante dos horas y desecado mínimo durante una hora.
- Caolín, secado a 103 - 105°C durante dos horas y desecado mínimo durante una hora.



**Sólidos totales secados a 103° - 105°C**

### 7.3 Materiales

- Vasos de precipitado de 10 mL
- Cápsulas de porcelana de 100 mL
- Desecador
- Pinzas metálicas para manejo de las cápsulas
- Microespátula metálica
- Probetas de vidrio de 100 mL
- Frasco lavador.

### 8. PROCEDIMIENTO DE LIMPIEZA DE VIDRIERÍA

Lave toda la vidriería con jabón neutro y enjuague muy bien con agua destilada. Reserve esta vidriería únicamente para las determinaciones de sólidos y utilice únicamente a la que se le haya efectuado control de calidad.

### 9. PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES

#### 9.1 Estándar de Control de 500 mg/L

Como se indico 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).

Pese 0.025 gramos de caolín (seco) y 0.025 gramos NaCl (seco) en vasos de precipitado de 10 mL. Transfiera cuantitativamente, de forma directa, el contenido de los vasos a la cápsula de porcelana con aproximadamente 100 mL de agua destilada.



**Sólidos totales secados a 103° - 105°C**

## **10. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA**

### **10.1 Preparación de la cápsula de porcelana**

- Siempre maneje la cápsula mediante pinzas metálicas. No manipule la cápsula con la mano.
- Marque cada cápsula con un número para identificar siempre la cápsula, emplee un marcador indeleble.
- Seque la cápsula en el Horno precalentado a 105°C durante 2 horas, lleve la cápsula a un desecador y deje enfriar, como mínimo, durante 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.
- Pese y registre el peso de la cápsula en el formato de captura de datos, en la columna Tara 2.

### **10.2 Procesamiento de la muestra**

- Saque del desecador la cápsula correspondiente a la muestra que va a procesar.
- Agite la muestra invirtiendo el recipiente varias veces.
- De la muestra recién agitada, tome rápidamente una alícuota de 100 mL medida con probeta, transfiera cuantitativamente a la cápsula correspondiente, registre el volumen en el formato de captura de datos.
- Coloque la cápsula para secado en el baño maría precalentado a la temperatura de ebullición del agua.
- Retire la cápsula del baño cuando se haya secado totalmente.
- Seque la cápsula en el Horno a 103 - 105°C, durante 2 horas.
- Lleve la cápsula a un desecador y deje enfriar aproximadamente por 2 horas, hasta temperatura ambiente.
- Pese y registre el peso de la cápsula en el formato como peso 2.
- Con el secado de 2 horas se asegura que la muestra se ha retirado la humedad de la muestra en su totalidad y se está evitando la repetición del ciclo de secado, enfriamiento y pesada.



**Sólidos totales secados a 103° - 105°C**

## 11. PROCESAMIENTO DE DATOS Y CÁLCULO DE RESULTADOS

Efectúe los cálculos por medio de la ecuación:

$$ST = \frac{(A - B)1000}{V}$$

Donde:

ST: Sólidos Totales, en mg/L

A: Peso final de la cápsula con el residuo seco, en gramos.

B: Peso inicial de la cápsula tarada en gramos.

V: Volumen de muestra desecada, en litros.

Registre los resultados con dos cifras significativas.

## 12. CONTROL DE CALIDAD (CC) Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

- También se debe procesar por lo menos un duplicado de una muestra al azar.
- Diligencie el tiempo de análisis y firme el formato
- Entregue el formato para verificación.

En forma paralela, con cada grupo o lote de muestras que se procese se procese en un mismo día, los controles antes descritos (500 mg/L) preparados como está descrito en el numeral 9.1 de éste PSO. Si los resultados de estos controles están dentro del NIVEL DE CONTROL, registre las concentraciones obtenidas en la CARTA DE CONTROL del método. Grafique el resultado obtenido para el estándar contra la fecha en que se corrió.

Verifique 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.

Lleve los registros de las concentraciones recuperadas de los estándares en la carta de control para sólidos Totales. Registre las iniciales del analista y la fecha de análisis en las casillas correspondientes y grafique el valor de cada estándar.

Cuando los resultados se encuentren entre el límite de alarma y control, revise todo el procedimiento para determinar que ocurre. Si cualquier dato cae fuera de



Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales  
Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia

SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL

Código: TP0436

Fecha de elaboración: 14/06/2007

Versión: 01

Página 8 de 8

### **Sólidos totales secados a 103° - 105°C**

los límites de control debe ser reexaminado. No realice más análisis hasta verificar que sucede, comuníquelo al líder de análisis y revise, inicie nuevamente la marcha analítica cuando el líder de análisis lo ordene.

### **13. REFERENCIAS**

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 21 ed., 2005 New York.p.