


<b>aoxlab</b>	Procedimiento para determinar sólidos secos y volátiles en inóculos de compost utilizados en ensayos de biodegradabilidad  AOXLAB S.A.S	Identificación: <b>PROC-TC-130</b>
		Revisión: <b>1</b>
		Inicio de vigencia: <b>2024-08-15</b>

# Procedimiento para determinar sólidos secos y volátiles en inóculos de compost utilizados en ensayos de biodegradabilidad

AOXLAB S.A.S.

	Procedimiento para determinar sólidos secos y volátiles en inóculos de compost utilizados en ensayos de biodegradabilidad  <b>AOXLAB S.A.S</b>	Identificación: <b>PROC-TC-130</b>
		Revisión: <b>1</b>
		Inicio de vigencia: <b>2024-08-15</b>

## DOCUMENTO CONTROLADO


### PROC-TC-130 Procedimiento para determinar sólidos secos y volátiles en inóculos de compost utilizados en ensayos de biodegradabilidad

Copia controlada No.: 1

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
Elaboró:	Duvan Felipe Torrado García	Analista de investigación		2024-08-15
Revisó:	Ángela P. Patiño Pérez	Directora de Calidad		2024-08-15
Aprobó:	Jonatan Zárate Álvarez	Director Técnico		2024-08-15
Localización del documento:	Plataforma SGC			

### Control de Cambios

Estado	Fecha de inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Vigente	2024-04-15	1	Ninguno (versión original).	DTG	YLCR	LSGF

	Procedimiento para determinar sólidos secos y volátiles en inóculos de compost utilizados en ensayos de biodegradabilidad	Identificación: <b>PROC-TC-130</b>
	<b>AOXLAB S.A.S</b>	Revisión: <b>1</b>
		Inicio de vigencia: <b>2024-08-15</b>

## ÍNDICE

1.1	Objetivo.....	4
1.2	Alcance.....	4
2.	DEFINICIONES Y NOTACIONES.....	4
2.1	Definiciones.....	4
2.2	Notaciones.....	5
3.	REFERENCIAS.....	5
4.	DESARROLLO.....	5
4.1	DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SECOS.....	5
4.1.1	Fundamento del método.....	5
4.1.2	Interferencias.....	6
4.1.3	Equipos e insumos.....	6
4.1.4	PROCEDIMIENTO.....	7
4.1.4.1	Preparación del plato evaporador.....	7
4.1.4.2	Selección del tamaño de muestra.....	7
4.1.4.3	Análisis de la muestra.....	7
4.2	DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS VOLÁTILES.....	7
4.2.1	Fundamento del método.....	7
4.2.2	Interferencias.....	7
4.2.3	PROCEDIMIENTO.....	8
4.3	REGISTRO DE DATOS PRIMARIOS.....	8
4.4	CÁLCULO.....	8
4.4.1	Sólidos secos.....	8
4.4.1.1	PRECISIÓN.....	9
4.4.2	Sólidos volátiles y sólidos fijos.....	9
4.4.2.1	PRECISIÓN.....	9
5.	RESPONSABILIDADES.....	9
6.	FORMATOS RELACIONADOS.....	11
7.	ANEXOS.....	11

	<b>Procedimiento para determinar sólidos secos y volátiles en inóculos de compost utilizados en ensayos de biodegradabilidad</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-130</b>
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2024-08-15</b>

## OBJETIVO Y ALCANCE.

### 1.1 Objetivo.

Este procedimiento detalla un método para determinar los sólidos secos en una estufa a  $104^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  y los sólidos volátiles en una mufla a  $550^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$  del inóculo obtenido de la fracción orgánica de un compost, utilizando técnicas gravimétricas.

### 1.2 Alcance.

Métodos de Prueba	Método de referencia	Técnica o Método
Este método de prueba se lleva a cabo para determinar la concentración de sólidos secos y sólidos volátiles que pueden estar presentes en una muestra sólida o semisólida con un alto contenido de materia orgánica.	Standard Methods 2540B y SM2540E	Gravimetría

## 2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.


### 2.1 Definiciones.

**Sólidos fijos [1]:** Materia que permanece en una muestra tras calcinarla a una temperatura específica durante un tiempo determinado. Las determinaciones no distinguen con precisión entre materia orgánica e inorgánica, por lo que se recomienda usar métodos de COT, DBO y DQO para una mejor caracterización de la materia orgánica.

**Sólidos sedimentables [1]:** Materia en una muestra que se sedimenta en un tiempo específico. Puede incluir material flotante, dependiendo del método utilizado.

**Sólidos totales [1]:** Material que queda en un recipiente de muestra, después de la evaporación y posterior secado en horno a una temperatura definida. Los sólidos totales incluyen tanto el total de sólidos suspendidos como el total de sólidos disueltos, que se separan físicamente mediante filtración. El hecho de que una partícula sólida se filtre en la porción suspendida o disuelta depende principalmente del espesor, área, tamaño de poro, porosidad y tipo de soporte del filtro, así como de la naturaleza física, tamaño de partícula y cantidad de sólidos que se están filtrando.

**Sólidos suspendidos totales [1]:** Porción de sólidos totales en una muestra acuosa retenida en el filtro. NOTA: Algunas arcillas y coloides pasarán a través de un filtro de 2 $\mu\text{m}$ .

	<b>Procedimiento para determinar sólidos secos y volátiles en inóculos de compost utilizados en ensayos de biodegradabilidad</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-130</b>
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2024-08-15</b>

**Sólidos volátiles [1]:** Los sólidos totales, suspendidos o disueltos que se pierden de una muestra después de la ignición durante un tiempo específico a una temperatura específica. La materia orgánica se puede caracterizar mejor mediante los métodos de carbonos orgánico total.

**Ensayo [2]:** Determinación de una o más características de acuerdo con un procedimiento.

**Procedimiento [2]:** Forma especificada para llevar a cabo una actividad o un proceso.

**Documento [2]:** Información y su medio de soporte.

## 2.2 Notaciones.

Para propósitos de este documento, se hacen las siguientes consideraciones:

**“Laboratorio”:** se refiere al laboratorio AOXLAB S.A.S.

**“Servicios”:** para referir a los servicios de ensayo que el Laboratorio ofrece.

**“Ítem”:** se refiere a los objetos o materiales bajo ensayo

## 3. REFERENCIAS.

[1] Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 24<sup>th</sup> Edition. 2023.

[2] ISO 9000:2015 Quality management systems — Fundamentals and vocabulary.

## 4. DESAROLLO.

### 4.1 DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SECOS

#### 4.1.1 Fundamento del método

El procedimiento se basa en desecar una muestra homogénea dentro de un plato ya pesado, seguido por su secado hasta que alcance un peso constante en un horno con temperatura controlada entre 103-105°C. La reducción del peso del plato está vinculada a la pérdida de humedad, lo que a su vez indica la cantidad de residuo sólido presente en la muestra en comparación con su peso inicial. Esta variación sugiere la cantidad total de sólidos secos presentes en la muestra.

Para cumplir con los requisitos del método en lo que respecta al Blanco Fortificado en Laboratorio (BFL), se establece como control de trabajo, un estándar de sólidos totales obtenido mediante el secado, molienda y tamizado de un suelo seleccionado. Este control de trabajo se emplea como punto de referencia durante el análisis. Opcionalmente, el

<b>aoxlab</b>	<b>Procedimiento para determinar sólidos secos y volátiles en inóculos de compost utilizados en ensayos de biodegradabilidad</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-130</b>
		<b>Revisión: 1</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2024-08-15</b>

control de trabajo puede ser enriquecido con otros materiales, como Celite 545 o Celulosa Sigmacell Tipo 20. Además, se puede ajustar la humedad del control de trabajo añadiendo agua tipo I, siguiendo los protocolos del laboratorio para asegurar la reproducibilidad y precisión de los resultados.


#### 4.1.2 Interferencias

Las muestras con un alto contenido de minerales como calcio, magnesio, cloruro o sulfato pueden presentar propiedades higroscópicas, lo que implica la necesidad de un proceso de secado prolongado, una desecación apropiada y un pesaje rápido. Es recomendable excluir del análisis partículas grandes flotantes o aglomerados presentes en muestras no homogéneas, si no se desean en el resultado final.

Los residuos secados a temperaturas de 103 a 105 °C pueden retener tanto agua de cristalización como algo de agua ocluida mecánicamente. Durante el proceso de secado, se produce una pérdida de CO<sub>2</sub> cuando el bicarbonato se transforma en carbonato. Por lo general, la volatilización de materia orgánica es mínima. Alcanzar un peso constante puede requerir un tiempo considerable debido a que la eliminación del agua ocluida es limitada a esta temperatura.

#### 4.1.3 Equipos e insumos

- Platos para las muestras: Platos de aproximadamente 90 mm de diámetro y capacidad de 100 mL hecha de uno de los siguientes materiales:
  - Porcelana.
  - Platino.
  - Vidrio con alto contenido de sílice
  - Otro material que demuestre resistencia a la matriz de muestra, manteniendo un peso estable ante las temperaturas de evaporación requeridas y en seco.
- Espátula y/o insumos para pesaje.
- Baño de vapor (opcional) para la evaporación de la muestra.
- Placa caliente o bloque (opcional) para la evaporación de la muestra. Debe ser capaz de mantener una temperatura superior a 100 °C.
- Horno de secado que opere de 103 °C a 105 °C.
- Horno de mufla que opere a 550 °C ± 50 °C.
- Desecador, que tenga un desecante cuyo color cambia en respuesta a la concentración de humedad o un instrumento para medir la humedad (por ejemplo, un higrómetro).
- Balanza analítica, capaz de pesar hasta 0,1 mg.
- Agitador magnético con barra agitadora de PTFE (opcional).

	<b>Procedimiento para determinar sólidos secos y volátiles en inóculos de compost utilizados en ensayos de biodegradabilidad</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-130</b>
		<b>Revisión: 1</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2024-08-15</b>

#### 4.1.4 PROCEDIMIENTO

##### 4.1.4.1 Preparación del plato evaporador

- Si está midiendo sólidos volátiles, caliente el plato limpio a una temperatura de  $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante al menos 15 minutos en un horno de mufla.
- Una vez alcancen la temperatura ambiente, registre el peso de los platos (MP) en el formulario FOR-TC-213 "Formato para el registro de datos primarios en el ensayo de sólidos" y guarde los platos pesados en un desecador o en el horno hasta su uso.

##### 4.1.4.2 Selección del tamaño de muestra

- Seleccione el peso de la muestra de manera que produzca entre 2,5 y 200 mg de residuo seco. En caso de que sea necesario, se pueden agregar porciones adicionales de muestra al mismo plato después del proceso de evaporación.

##### 4.1.4.3 Análisis de la muestra

- Homogenice la muestra y pese una porción conocida, M, (Por ejemplo, 5g) en un plato que ya ha sido previamente pesado.
- Seque la muestra previamente pesada en los platos durante 3 horas en un horno a temperaturas entre  $103\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- Enfríe el plato con la muestra en un desecador por aproximadamente 15 minutos hasta que llegue a temperatura ambiente y registre su peso, M1, en el FOR-TC-213.
- Seque la muestra nuevamente durante 1 hora o más en un horno a temperaturas entre  $103\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $105\text{ }^{\circ}\text{C}$  y registre el peso, M2, hasta llevar a peso constante.
- Repita el ciclo (secado, enfriamiento, desecación y pesaje) hasta que el cambio de peso respecto al punto anterior sea inferior a 5 mg (0,005 g).


#### 4.2 DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS VOLÁTILES

##### 4.2.1 Fundamento del método

El residuo del apartado 5.3, se enciende a peso constante a  $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Los sólidos restantes son sólidos fijos totales, disueltos o suspendidos, mientras que los perdidos por ignición son sólidos volátiles totales.

Esta determinación se emplea en numerosos casos para supervisar las operaciones en plantas de tratamiento de aguas residuales, ya que proporciona una estimación de la cantidad de materia orgánica presente en los sólidos de las aguas residuales, los lodos activados y los desechos industriales.

##### 4.2.2 Interferencias

	<b>Procedimiento para determinar sólidos secos y volátiles en inóculos de compost utilizados en ensayos de biodegradabilidad</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-130</b>
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2024-08-15</b>

Los residuos altamente alcalinos pueden reaccionar con cualquier sílice en la muestra o crisoles. Por lo general, se requieren aproximadamente 15 minutos de ignición para obtener hasta 200 mg de residuo. Sin embargo, pueden ser necesarios tiempos de ignición más prolongados si se secan residuos más pesados o más de una muestra.

Si una muestra contiene mucho más sólidos fijos que volátiles, los sólidos volátiles determinados por este procedimiento pueden estar sujetos a un error considerable. Si es posible, intente estimar los sólidos volátiles mediante otra prueba [por ejemplo, carbono orgánico total.

Para evitar fisuras debido a cambios drásticos de temperatura, los platos y filtros pueden enfriarse parcialmente en cualquier horno, baño de vapor o placa calefactora o en el aire ambiente hasta que se disipe la mayor parte del calor. Transfiera a un desecador para el enfriamiento final en una atmósfera seca. No sobrecargue el desecador. Pese el plato o el filtro tan pronto como se haya enfriado.

#### 4.2.3 PROCEDIMIENTO

- Encienda un horno de mufla a  $550 \pm 50$  °C.
- Coloque en la mufla el plato con los residuos generados en la sección 4.1.4.3, los cuales han sido previamente pesados.
- Encienda durante al menos 15 min a  $550 \pm 50$  °.
- Enfríe en a temperatura ambiente y/o en desecador y pese, M3.
- Repita ciclos sucesivos de secado, enfriamiento, desecación y pesaje, M4, hasta que el cambio de peso sea inferior a 5 mg.

#### 4.3 REGISTRO DE DATOS PRIMARIOS

Los datos primarios son registrados en el FOR-TC-213 "Formato para el registro de datos primarios en el ensayo de sólidos "

#### 4.4 CÁLCULO

##### 4.4.1 Sólidos secos

Para el cálculo de los sólidos secos, se registran los datos primarios en el cuadro de mando SOFT-TC-163 Cuadro de mando para el ensayo de determinación de solidos secos en ensayos de Biodegradabilidad, en la ruta L:\LABORATORIO\REGISTROS\REGISTROS RT\Cuadros de Mando\Cuadros de Mando 2024\FISICOQUÍMICA\BIODEGRADABILIDAD.

El cálculo programado en dicho cuadro de mando es el siguiente:

<b>aoxlab</b>	<b>Procedimiento para determinar sólidos secos y volátiles en inóculos de compost utilizados en ensayos de biodegradabilidad</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-130</b>
		<b>Revisión: 1</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2024-08-15</b>

$$\text{Sólidos secos (g/g)} = \frac{(A - B) * 100}{\text{Peso de la muestra (g)}}$$

Donde:

A: Peso final del residuo seco + plato g

B: Peso del plato (g)

#### 4.4.1.1 PRECISIÓN

Se realizaron análisis por duplicado en un solo laboratorio de 41 muestras de aguas residuales obteniendo una desviación estándar con diferencias de 6.0 mg/L.

#### 4.4.2 Sólidos volátiles y sólidos fijos

Para el cálculo de los sólidos secos, se registran los datos primarios en el cuadro de mando SOFT-TC-164 Cuadro de mando para el ensayo de determinación de sólidos volátiles en ensayos de Biodegradabilidad, en la ruta L:\LABORATORIO\REGISTROS\REGISTROS RT\Cuadros de Mando\Cuadros de Mando 2024\FISICOQUÍMICA\BIODEGRADABILIDAD.

El cálculo programado en dicho cuadro de mando es el siguiente:

$$\text{Sólidos volátiles (g/g)} = \frac{(A - B) * 100}{\text{Peso de la muestra en g}}$$

Donde:

A: Peso final del residuo + plato antes de la ignición (g)

B: Peso final del residuo + plato después de la ignición (g)

C: Peso de la placa o filtro (g).

#### 4.4.2.1 PRECISIÓN

La desviación estándar fue de 11 mg/L a 170 mg/L de sólidos totales volátiles en estudios realizados por tres laboratorios sobre cuatro muestras y 10 réplicas. No es posible obtener datos de sesgo en muestras reales.

### 5. RESPONSABILIDADES.

#### Director de Técnico

- Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.
- Revisar y aprobar los informes técnicos una vez han sido revisados por el Líder de Laboratorio. Asesorar y orientar los analistas en la resolución de dudas e inconvenientes surgidos durante el desarrollo de los ensayos.

<b>aoxlab</b>	<b>Procedimiento para determinar sólidos secos y volátiles en inóculos de compost utilizados en ensayos de biodegradabilidad</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-130</b>
		<b>Revisión: 1</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2024-08-15</b>

- Realizar o revisar las investigaciones pertinentes a los trabajos no conformes derivados de la ejecución del método y autorizar las indicaciones a seguir.
- Establecer los casos en los cuales se realiza la retención de muestras.

#### **Director de Calidad**


- Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.
- Realizar y registrar las investigaciones pertinentes a los trabajos no conformes derivados de la ejecución del método.
- Archivar los registros técnicos relacionados con los ensayos.

#### **Líder de Laboratorio**

- Asegurar la aplicación del presente documento por el personal subordinado o supervisado.
- Revisar los resultados ingresados por el analista, haciendo seguimiento de la trazabilidad del análisis (Cuadros de mando, formato de solicitud de servicio y salvaguardia de muestras, formatos de datos primarios) antes de enviar el informe final al director técnico.
- Realizar la revisión de resultados teniendo en cuenta la normativa vigente si esta aplica. Informar al director técnico las desviaciones que se den durante el desarrollo del método.
- Reportar y registrar los trabajos no conformes derivados del análisis al líder de calidad y al director técnico.
- Informar los casos en los que se deben de retener las muestras.
- Supervisar el cumplimiento de las actividades de aseguramiento de calidad.

#### **Analista**

- Seguir todas las instrucciones establecidas en este procedimiento y en el reglamento del laboratorio Ingresar y entregar todos los resultados en los tiempos pactados.
- Entregar formatos de datos primarios completamente diligenciados al líder del laboratorio.
- Realizar revisión de datos primarios y cálculos realizados en los cuadros de mandos, informar al líder del laboratorio en caso de observar alguna desviación en los resultados obtenidos teniendo en cuenta las cartas control.
- Registrar los resultados de los ensayos de control de calidad y hacer el análisis de tendencias de estos.

	<b>Procedimiento para determinar sólidos secos y volátiles en inóculos de compost utilizados en ensayos de biodegradabilidad</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-130</b>
		<b>Revisión: 1</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2024-08-15</b>

## 6. FORMATOS RELACIONADOS

FOR-TC-213 Formato para el registro de datos primarios en el ensayo de sólidos

SOFT-TC-163 Cuadro de mando para el ensayo de determinación de solidos secos en ensayos de Biodegradabilidad

SOFT-TC-164 Cuadro de mando para el ensayo de determinación de solidos volátiles en ensayos de Biodegradabilidad

## 7. ANEXOS.

No aplica