*Solids* refer to matter suspended or dissolved in potable, surface, and saline waters, as well as domestic and industrial wastewaters. Solids may adversely affect water or effluent quality in a number of ways. Waters with high dissolved solids generally are of inferior palatability and may induce an unfavorable physiological reaction in the transient consumer, so a 500 mg dissolved solids/L limit is desirable for drinking waters. Highly mineralized waters also are unsuitable for many industrial applications. Waters high in suspended solids may be aesthetically unsatisfactory for bathing and other purposes.

Solids analyses are important for controlling water and wastewater treatment processes and assessing compliance with regulatory requirements.

1. Terminology

*Fixed solids*—the total, suspended, or dissolved solids remaining in a sample after ignition for a specified time at a specified temperature. [Determinations of fixed and volatile solids do not distinguish precisely between inorganic and organic matter because some inorganic compounds can be lost during ignition. Organic matter can be better characterized via total organic carbon (Section 5310), BOD (Section 5210), and COD (Section 5220) methods.]

*Settleable solids*—the material in a sample that settles out of suspension within a defined period. This may include floating material, depending on the technique used (e.g., 2540F.3*b*).

*Total dissolved solids (TDS)*—the portion of total solids in a water sample that passes through a filter with a nominal pore size of 2.0 μm (or smaller) under specified conditions.

*Total solids*—the material left in a sample vessel after evaporation and subsequent oven drying at a defined temperature. *Total solids* includes both total suspended and total dissolved solids, which are physically separated via filtration. Whether a solids particle is filtered into the “suspended” or “dissolved” portion principally depends on a filter's thickness, area, pore size, porosity, and type of holder, as well as the physical nature, particle size, and amount of solids being filtered.

*Total suspended solids (TSS)*—the portion of total solids in an aqueous sample retained on the filter. Note: Some clays and colloids will pass through a 2-μm filter.

*Volatile solids*—the total, suspended, or dissolved solids lost from a sample after ignition for a specified time at a specified temperature. [Determinations of fixed and volatile solids do not distinguish precisely between inorganic and organic matter because some inorganic compounds can be lost during ignition. Organic matter can be better characterized via total organic carbon (Section 5310), BOD (Section 5210), and COD (Section 5220) methods.]

2. Sources of Error and Variability

Sampling, subsampling, and measuring two- or three-phase samples may introduce significant errors. Maintain sample homogeneity during transfer, and handle carefully to ensure sample integrity. If part of a sample adheres to the container, consider this in evaluating and reporting results. During drying, some samples form a crust that prevents water evaporation; special handling is required to deal with this issue (see below).

Take special care with viscous samples, which might entrain air during mixing and can be difficult to transfer in accurate volumes. Also, take special care with samples with high dissolved solids levels, which are difficult to rinse completely during filtration.

Since total dissolved solids (TDS) and total suspended solids (TSS) are different fractions of the same sample being analyzed, the apparatus and rinsing techniques used may adversely affect TSS and/or TDS results. To avoid this, take care to keep the TDS fraction from migrating into the unrinsed edge of the filter beneath the funnel and being retained as “TSS” weight. If this is suspected, then investigate the filter apparatus seal's effectiveness and/or consider additional rinses.

If using a pipet to measure and transfer sample, place the pipet tip in the center (depth and width) of the well-mixed container. If using a magnetic stir plate and stir bar, set the speed to shear larger particles and blend sample to a more uniform particle size; then pipet sample from mid-depth midway between the container's wall and vortex. Centrifugal force may separate particles of different sizes and densities, resulting in poor precision when sample-withdrawal point varies. Avoid using a magnetic stirrer with samples containing magnetic particles. When using a graduated cylinder, transfer samples to the cylinder immediately after shaking or stirring to avoid any settling of the sample's solids.

Drying temperature, heating duration, and sample matrix can affect weight loss due to volatilization of organic matter, mechanically occluded water, water of crystallization, and gases from heat-induced chemical decomposition. They also can affect weight gains due to oxidation. When liquid samples are put directly into any oven heated above boiling temperature, they may splatter and lose some of the parameter of interest. Therefore, samples can be evaporated to dryness or near dryness at a temperature below boiling using a steam bath, hot plate, or oven before being dried to constant weight per method specifications.

Pay close attention to all samples during post-drying desiccation. Open desiccator as few times as possible to minimize the entry of moist air. If samples are stronger desiccants than the desiccants used in the desiccator, they may take on water. In general, weigh samples as soon as possible after removal from desiccator to minimize water absorption from the atmosphere.

Residues dried at 103–105°C may retain both water of crystallization and some mechanically occluded water. Occluded water, organic matter, and carbonate loss [as carbon dioxide (CO2)] may slow drying time significantly. Residues dried at 180 ± 2°C should lose mechanically occluded water, but may also lose organic matter and some salts.

Dry samples to constant weight if possible; this entails multiple cycles of drying, cooling, and weighing for each sample. Results for residues with high oil or grease content may be questionable because such samples are difficult to dry to constant weight in a reasonable timeframe. Any samples that fail to reach a constant weight must be qualified by indicating the number of drying cycles and the final weight change.

When weighing dried samples, be alert to weight changes due to air exposure and/or sample degradation. Make sure samples are cooled to ambient temperature before weighing. Also, remove excess water from glass-fiber filters before placing them on weighing dishes or pans. Excess water will cause filters to adhere to a weighing dish or pan during drying, leading to tearing or loss of material when filter is lifted for weighing, thereby skewing results. This is especially critical for the low-level TSS method. See each method for further discussion of specific interferences.

Use medium-quality reagent water (or better) to rinse filters and filtered solids and to clean labware. Special samples may require a higher-quality water (see Section 1080).

When an analysis deviates from the stated procedures for any reason, record the variations and present them with the results so the reasons for not following the method are documented.

3. Sample Handling and Preservation

Use borosilicate glass, plastic, or fluoropolymer [e.g., polytetrafluoroethylene (PTFE), Teflon®] bottles, so long as suspended solids in sample do not adhere to container walls. Begin analysis as soon as possible, but in no case hold samples >7 d. Settleable solids must be analyzed within 48 h. Between collection and analysis, refrigerate (do NOT freeze) sample at <6°C to minimize microbiological decomposition of solids. Bring samples to room temperature before beginning analysis.

4. Selection of Method

Methods 2540B–F are suitable for determining solids in potable, surface, and saline waters, as well as domestic and industrial wastewaters. The analytical range for 2450B–D is 2.5 to 200 mg/L for a 1000-mL sample, but may be extended by using a small sample volume for analysis. Method 2540G is suitable for determining solids in soils and sediments, as well as solid and semisolid materials produced during water and wastewater treatment.

5. Quality Control (QC)

The QC practices considered to be an integral part of each method are summarized in Tables 2020:I and II.

Analyze ≥5% of all samples in duplicate or at least one duplicate sample with each batch of ≤20 samples. The laboratory may plot duplicate determinations on a control chart for evaluation. Typically, the relative percent difference (RPD) of duplicates should not exceed 10%, but RPDs may vary considerably due to sample matrix and concentration.

Analyze one method blank (MB) per batch of 20 samples for each method except settleable solids (2540F). Blank analysis includes all container- and filter-preparation steps and procedures except sample addition. If any MB measurements are at or above the reporting level, take immediate corrective action (see Section 1020B.5). This may include re-analyzing the sample batch.

Include one laboratory-fortified blank (LFB) per batch of 20 samples for all tests except settleable solids (2540F) and total, fixed, and volatile solids in solid and semisolid samples (2540G). Plot the percent recoveries on a control chart for laboratory evaluation. Laboratories may purchase known standards or prepare in-house working controls for use.

3. Sample Handling and Preservation

Use borosilicate glass, plastic, or fluoropolymer [e.g., polytetrafluoroethylene (PTFE), Teflon®] bottles, so long as suspended solids in sample do not adhere to container walls. Begin analysis as soon as possible, but in no case hold samples >7 d. Settleable solids must be analyzed within 48 h. Between collection and analysis, refrigerate (do NOT freeze) sample at <6°C to minimize microbiological decomposition of solids. Bring samples to room temperature before beginning analysis.

4. Selection of Method

Methods 2540B–F are suitable for determining solids in potable, surface, and saline waters, as well as domestic and industrial wastewaters. The analytical range for 2450B–D is 2.5 to 200 mg/L for a 1000-mL sample, but may be extended by using a small sample volume for analysis. Method 2540G is suitable for determining solids in soils and sediments, as well as solid and semisolid materials produced during water and wastewater treatment.

5. Quality Control (QC)

The QC practices considered to be an integral part of each method are summarized in Tables 2020:I and II.

Analyze ≥5% of all samples in duplicate or at least one duplicate sample with each batch of ≤20 samples. The laboratory may plot duplicate determinations on a control chart for evaluation. Typically, the relative percent difference (RPD) of duplicates should not exceed 10%, but RPDs may vary considerably due to sample matrix and concentration.

Analyze one method blank (MB) per batch of 20 samples for each method except settleable solids (2540F). Blank analysis includes all container- and filter-preparation steps and procedures except sample addition. If any MB measurements are at or above the reporting level, take immediate corrective action (see Section 1020B.5). This may include re-analyzing the sample batch.

Include one laboratory-fortified blank (LFB) per batch of 20 samples for all tests except settleable solids (2540F) and total, fixed, and volatile solids in solid and semisolid samples (2540G). Plot the percent recoveries on a control chart for laboratory evaluation. Laboratories may purchase known standards or prepare in-house working controls for use.

جامدات به مواد معلق یا حل شده در آبهای آشامیدنی، سطحی و شور و همچنین فاضلاب های خانگی و صنعتی اشاره دارند. جامدات ممکن است از راه های مختلفی بر کیفیت آب و فاضلاب تأثیر بگذارند. آبهای با جامدات محلول زیاد معمولا دارای مرغوبیت پایین تر هستند و ممکن است واکنش های فیزیولوژیکی نامطلوب در مصرف کننده ایجاد کنند، بنابراین حداکثر 500 میلی گرم ماده جامد / L برای آب آشامیدنی مطلوب است. آبهای بسیار معدنی برای بسیاری از کاربردهای صنعتی نامناسب هستند. آبهای با مقدار مواد جامد معلق زیاد ممکن است برای حمام کردن و اهداف دیگر رضایت بخش نباشند.

آنالیز جامدات برای کنترل فرایندهای تصفیه آب و فاضلاب و ارزیابی انطباق با الزامات قانونی مهم می باشد.

1. اصطلاح

جامدات ثابت – جامدات کل، جامدات معلق یا جامدات محلول، که پس از احتراق در یک نمونه برای یک زمان معین در دمای مشخصی باقی می مانند. [تعیین جامدات ثابت و فرار، دقیقا بین ماده معدنی و آلی تفاوتی قائل نمی شود، زیرا برخی از ترکیبات معدنی در هنگام احتراق می توانند از بین بروند. تعیین مواد آلی میتواند از طریق اندازه گیری کربن آلی کل (بخش 5310)، BOD (بخش 5210) و روش COD (بخش 5220) بهتر باشد.]

مواد جامد قابل ته نشینی - موادی در یک نمونه هستند که در یک مدت معین از تعلیق جدا و ته نشین می شوند. بسته به روش مورد استفاده (به عنوان مثال، 2540F.3b) ممکن است شامل مواد شناور باشد.

کل جامدات محلول (TDS) - بخشی از جامدات کل در یک نمونه آب هستند که از طریق یک فیلتر با اندازه منفذ اسمی 2،0 میکرومتر (یا کوچکتر) در شرایط مشخص عبور می کنند.

جامدات کل – موادی که پس از تبخیر و خشک کردن در آون در دمای مشخصی، در ظرف نمونه باقی می مانند. جامدات کل هم شامل مواد جامد معلق و هم کل مواد جامد حل شده است که از طریق فیلتر کردن فیزیکی جدا می شوند. این که ذرات جامد به صورت "معلق" یا "حل شده" فیلتر می شوند، عمدتا به ضخامت، مساحت، اندازه منافذ، تخلخل و نوع نگهدارنده فیلتر، و همچنین ماهیت فیزیکی، اندازه ذرات و مقدار جامدات فیلتر شده بستگی دارد.

کل مواد جامد معلق (TSS) - بخشی از جامدات کل در یک نمونه آبی که روی فیلتر باقی می مانند. توجه: بعضی از رس ها و کلوئید ها از یک فیلتر 2 میکرون عبور می کنند.

جامدات فرار - کل جامدات، جامدات معلق یا حل شده که پس از احتراق در مدت زمان معین و در دمای مشخصی از یک نمونه خارج شده و از دست می رود. [تعیین جامدات ثابت و فرار، دقیقا بین مواد معدنی و آلی تمایزی قائل نمی شود، زیرا برخی از ترکیبات معدنی در هنگام احتراق می توانند از بین بروند. تعیین مواد آلی میتواند از طریق کربن آلی کل (بخش 5310)، BOD (بخش 5210) و روش COD (بخش 5220) بهتر باشد.]

2. منابع خطا و متغیر

نمونه برداری و اندازه گیری نمونه های دو یا سه فازی ممکن است خطاهای مهمی را نشان دهد. یکنواختی نمونه را در حین انتقال حفظ کنید و از درستی و صحت نمونه با دقت اطمینان حاصل کنید. اگر بخشی از یک نمونه به ظرف اضافه شود، این را در ارزیابی و گزارش دادن نتایج در نظر بگیرید. در طی خشک کردن، برخی از نمونه ها یک پوسته تشکیل می دهند که مانع از تبخیر آب می شود. اقدامات ویژه ای برای کنترل این موضوع مورد نیاز است (نگاه کنید به زیر).

برای نمونه های ویسکوز که ممکن است در طول مخلوط شدن هوا را جذب کنند و اندازه گیری حجم های دقیق از آن ها دشوار باشد، لازم است دقت ویژه ای مبذول شود. همچنین، نمونه هایی با سطوح بالای جامدات محلول، که شستشوی کامل آن ها به هنگام فیلتر کردن دشوار است، دقت ویژه ای داشته باشید.

از آنجا که جامدات محلول کل (TDS) و جامدات معلق کل (TSS) کسرهای متفاوتی از یک نمونه مورد تجزیه هستند، روش های دستگاه ها و تکنیک های شستشوی مورد استفاده ممکن است بر نتایج TSS و / یا TDS تاثیر بگذارد. برای اجتناب از این مسئله، مراقب باشید کسری از TDS که در لبه های شسته نشده در ناحیه زیر فیلتر قیف قرار گرفته به عنوان وزن "TSS" محاسبه نشود. اگر این مورد مشکوک است، مهر و موم فیلتر را بررسی کنید و / یا شستشوی اضافی انجام دهید.

در صورت استفاده از پیپت برای اندازه گیری و انتقال نمونه، نوک پیپت را در مرکز (عمق و عرض) ظرف مخلوط قرار دهید. اگر با استفاده از یک صفحه ی مغناطیسی همزن و بار همزن استفاده می کنید، سرعت را برای برش ذرات بزرگتر تنظیم کرده و نمونه را تا رسیدن به اندازه ذرات یکنواخت تر مخلوط کنید؛ سپس نمونه را از نیمه عمودی عمق و مرکز ظرف با پیپت بردارید. نیروی سانتریفیوژ می تواند ذرات با اندازه ها و تراکم های مختلف را جدا کند و باعث کاهش دقت در هنگام نمونه برداری شود. از استفاده از همزن مغناطیسی با نمونه هایی حاوی ذرات مغناطیسی خودداری کنید. هنگام استفاده از یک استوانه مدرج، نمونه ها را بلافاصله پس از تکان دادن و یا هم زدن به استوانه منتقل کنید تا از رسوب کردن جامدات نمونه جلوگیری شود.

دمای خشک شدن، مدت زمان حرارت دادن و ماتریس نمونه می توانند بر کاهش وزن به علت تبخیر مواد آلی، آب به دام افتاده به صورت مکانیکی، آب کریستالیزاسیون و گازهای حاصل از تجزیه شیمیایی توسط حرارت تاثیر بگذارد. آنها همچنین می توانند بر افزایش وزن به دلیل اکسیداسیون تاثیر بگذارند. هنگامی که نمونه های مایع به طور مستقیم در هر دمایی بالاتر از دمای جوش درون آون قرار می گیرند، ممکن است به بیرون ظرف تراوش کرده برخی از پارامترهای مورد نظر از دست برود. بنابراین، نمونه ها می توانند قبل از خشک شدن برای رسیدن به وزن ثابت، از طریق خشک شدن در دمای زیر نقطه جوش با استفاده از حمام بخار، صفحه داغ یا اجاق گاز، تبخیر شوند.

در طی خشک کردن رطوبت گیری، به تمام نمونه ها توجه شود. تا حد امکان تعداد دفعات باز کردن درب دسیکاتور به حداقل رسانده شود تا از ورود هوای مرطوب جلوگیری شود. اگر رطوبت گیری نمونه ها از مواد خشک کننده به کار رفته در دسیکاتور قوی تر باشد، نمونه ها ممکن است آب بگیرند. به طور کلی، جهت به حداقل رساندن جذب آب از جو، نمونه ها را به محض خارج کردن از دسیکاتور، وزن کنید.

خشک کردن در دمای 103 تا 105 درجه سانتیگراد، ممکن است باعث باقی ماندن آب کریستالیزاسیون و مقداری از آب به دام افتاده مکانیکی شود. آب به دام افتاده، مواد آلي و كربناتي [که به صورت دي اكسيد كربن (CO2) خارج می شود] ممكن است فرایند خشك كردن را به طور قابل توجهي کند کنند. با خشک کردن در دمای 180 ± 2 درجه سانتیگراد باید آب به دام افتاده ی مکانیکی خارج شود، اما ممکن است مواد آلی و برخی از نمک ها نیز از دست بروند.

نمونه های خشک را به وزن ثابت در صورت امکان؛ این مستلزم چندین مرحله خشک کردن، خنک کردن و وزن کردن برای هر نمونه می باشد. نتایج مربوط به نمونه هایی با محتوای روغن یا گریس بالا ممکن است مشکوک باشد، زیرا خشک شدن و رسیدن به وزن ثابت در مدت زمان معقول، برای چنین نمونه هایی دشوار است. هر نمونه ای که امکان رسیدن به وزن ثابت را ندارد، باید با نشان دادن تعداد چرخه های خشک شدن و تغییر وزن نهایی واجد شرایط شود.

در صورت امکان نمونه ها را تا رسیدن به وزن ثابت خشک کنید، به تغییرات وزن به علت قرار گرفتن در معرض هوا و / یا تجزیه نمونه، اهمیت دهید. اطمینان حاصل کنید که نمونه ها قبل از اینکه وزن شوند، تا دمای محیط سرد می شوند. همچنین قبل از قرار دادن آنها درون ظروف مورد نظر جهت وزن کردن، آب اضافی را از فیلترهای فیبر-شیشه ای حذف کنید. آب اضافی باعث می شود که مواد فیلتر شده در زمان خشک شدن به ظرف بچسبد، که هنگام برداشتن مواد برای وزن کردن، منجر به افزایش یا کاهش آن ها می شود و در نتیجه نتایج را تحریف می کند. این مسئله به خصوص برای اندازه گیری مقادیر کم TSS اهمیت دارد.

از آب مقطر متوسط ​​(یا بهتر) برای شستشو فیلترها و مواد جامد فیلتر شده و برای تمیز کردن تجهیزات آزمایشگاهی استفاده کنید. نمونه های ویژه ممکن است نیاز به آب با کیفیت بالاتر داشته باشند (بخش 1080 را ببینید).

هنگامی که یک آنالیز به هر دلیلی از فرایند آغازی انحراف پیدا کند، تغییرات را ثبت و آن ها را به همراه نتایج ارائه کنید بنابراین دلایل عدم پیروی از روش، مستند شده است.

3. نمونه گیری و نگهداری نمونه

از بطری های بوروسیلیکات شیشه ای، پلاستیکی یا فلوروپلیمر استفاده کنید [مانند پلی اتیل فلوئور اتیلن (PTFE)، تفلون®] تا زمانی که مواد جامد معلق در نمونه به دیواره های مخزن نچسبند. آنالیز را تا حد امکان زود شروع کنید، اما در هیچ مورد نمونه بیشتر از 7 روز نگه داشته نشود. جامدات قابل ته نشینی باید در عرض 48 ساعت آنالیز شوند. بین جمع آوری و آنالیز، نمونه سرد (نه منجد) در دمای کمتر از 6 درجه سانتیگراد برای به حداقل رساندن تجزیه میکروبیولوژیکی جامدات، نگه داشته شود. قبل از آغاز تجزیه، دمای نمونه ها را به دمای اتاق برسانید.

4. انتخاب روش

روش های 2540B-F مناسب برای تعیین جامدات در آب های شرب، سطحی و آب های شور، و همچنین فاضلاب های خانگی و صنعتی می باشند. محدوده تجزیه ای برای 2450B-D بین 2.5 تا 200 میلی گرم بر لیتر برای یک نمونه 1000 میلی لیتری است، اما ممکن است با استفاده از حجم کوچکی از نمونه برای آنالیز، افزایش یابد. روش 2540G مناسب برای تعیین جامدات در خاک و رسوبات، و همچنین مواد جامد و نیمه جامد تولید شده در جریان آب و فاضلاب می باشد.

5. کنترل کیفیت (QC)

اقدامات QC در نظر گرفته شده به عنوان بخشی جدایی ناپذیر از هر روش در منابع معتبر موجود می باشند.

آنالیز ≥ 5٪ از تمام نمونه ها در دو مورد یا حداقل یک مورد تکراری با هر دسته ≤20 از نمونه. آزمایشگاه ممکن است اندازه گیری های تکراری را بر روی یک نمودار کنترلی، به منظور ارزیابی ثبت کند. به طور معمول، تفاوت درصد نسبی (RPD) تکراری نباید بیش از 10٪ باشد، اما RPD ها ممکن است بطور قابل توجهی با توجه به ماتریس نمونه و غلظت متفاوت باشد.

آنالیز یک نمونه شاهد (MB) را در هر گروه 20تایی نمونه ها، برای هر روش (به غیر از مواد جامد قابل ته نشینی (2540F)) انجام دهید. آنالیز شاهد شامل تمام مراحل و روش های تهیه ظروف و فیلتراسیون، به غیر از افزودن نمونه می باشد. اگر هر یک از اندازه گیری های نمونه شاهد در سطح مقدار گزارش شده یا بالاتر از آن باشد، اقدامات اصلاحی را سریع انجام دهید (به بخش 1020B.5 مراجعه کنید). این اقدامات ممکن است شامل آنالیز مجدد گروه نمونه باشد.

یک شاهد پایدار آزمایشگاهی (LFB) به ازای هر دسته ی 20تایی از نمونه ها برای همه آزمایشها به جز جامدات حل شده (2540F) و جامدات کل، جامدات ثابت و مواد جامد فرار در نمونه های جامد و نیمه جامد (2540G) در نظر بگیرید. درصدهای بازیابی را در یک نمودار کنترلی برای ارزیابی آزمایشگاهی ثبت کنید. آزمایشگاه ها ممکن است استانداردهای شناخته شده ای را تهیه کنند یا روش های کنترلی داخلی را برای استفاده آماده کنند.

تصویر سایت:

