

	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE SULFATO. SM 4500 SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> E. MÉTODO TURBIDIMETRICO.</b>	Código: M-S-LC-I055
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 1 de 13

## 1. OBJETIVO

Establecer la metodología para la determinación de sulfato por el método turbidimétrico. SM 4500 SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> E con Nefelómetro.

## 2. ALCANCE

Este método inicia desde las definiciones de la técnica analítica, ejecución de la misma, hasta los cálculos y resultados; es aplicable a aguas potables, lluvia, superficiales, y efluentes domésticos e industriales. El método 4500 SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>E se aplica en el Laboratorio de Calidad Ambiental para el recurso hídrico superficial, el rango aplicado es de 3 mg SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> – 10 mg SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> para rango bajo, y 10 mg SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> – 40 mg SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> para rango alto.


Los siguientes son los resultados obtenidos en la verificación del método:

### Resultados de verificación del método 4500 SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>E. Determinación de sulfatos.

<b>CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO:</b> M-S-LC-I055 INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE SULFATO. SM 4500 SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> E. MÉTODO TURBIDIMETRICO.			
<b>FECHA DE INFORME DE VERIFICACIÓN:</b> 27 de marzo 2019			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCIÓN	1	mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> /L	Corresponde al límite de detección.
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN	3	mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> /L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISIÓN EN TRMINOS DE % CV	5,89	%	Estándar de concentración baja Eb = 3 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> /L.
	2,80	%	Estándar de concentración media Em = 5 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> /L.
	3,09	%	Estándar de concentración alta Ea = 9 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> /L.
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	3,85	%	Estándar de concentración baja Eb = 3 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> /L.
	0,21	%	Estándar de concentración media Em = 5 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> /L.
	1,62	%	Estándar de concentración alta Ea = 9 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> /L.
RANGO DE TRABAJO BAJO (Lectura Directa)	3 - 10	mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> /L	Sin dilución de la muestra.
RANGO DE TRABAJO ALTO (Lectura Directa)	10 - 40	mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> /L	Sin dilución de la muestra.
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	1– 300	mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> /L	Con la mayor dilución posible o aceptable.
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	81,28	%	Nivel de concentración bajo para M1Ab.
	108,72	%	Nivel de concentración alto para M1Aa.

## 3. DEFINICIONES

- SM: Standard method. Métodos publicados (Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater).
- Fotómetro: equipos capaces de medir la intensidad de la luz.
- Nefelómetro: Instrumento utilizado para medir las partículas suspendidas en un líquido, y gas disuelto, mide partículas en suspensión a través de un haz de luz y un detector de luz fijado a 90 grados del haz horizontal, denominado también turbidímetro, su medida es dada en NTU: Unidades Nefelométrías de turbiedad.
- Turbidez: se define por la Organización Internacional de Normalización (ISO), como la reducción de la transparencia de un líquido causada por la presencia de partículas no disueltas de material distinto al propio

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE SULFATO. SM 4500 SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> E. MÉTODO TURBIDIMETRICO.</b>	Código: M-S-LC-I055
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 2 de 13

líquido. Se fundamenta en la relación de la intensidad de la luz incidente y de la luz dispersada por el medio, mediante la ley de Lambert-Beer, en la que la turbidez es proporcional a la concentración de partículas.

- **Contra muestra:** Es una solución de un analito que tiene la misma concentración del testigo o del adicionado, y que permite verificar la concentración de preparación.
- **Testigo:** es una solución de una concentración conocida de un analito de interés, la cual es enviada a campo para que permanezca durante el tiempo de muestreo en las mismas condiciones que las muestras obtenidas.
- **Adicionado:** es una muestra real a la que se le adiciona una cantidad conocida del analito de interés. Sirve para calcular el porcentaje de recuperación del analito.
- **Réplica:** es otra muestra que se toma en el mismo punto al mismo tiempo, pero que va en otra botella o recipiente de muestreo.
- **Duplicado:** es otra alícuota de la misma muestra, tomada cuando la muestra ha sido homogenizada convenientemente.

#### 4. ASPECTOS DE SEGURIDAD Y SALUD EN EL TRABAJO

Antes de iniciar el análisis químico, revisar el Manual del sistema en seguridad y salud en el trabajo SGSST. - E-SGI-ST-M001 y las hojas de seguridad de los reactivos. Utilizar los implementos de seguridad, en la preparación de reactivos, en esta técnica son: bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad, máscara con filtro para vapores ácidos y guantes de nitrilo.

Los residuos producto del análisis de la determinación, se tratan de acuerdo al instructivo de disposición final de residuos M-S-LC-I075.

#### 5. EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS

##### 5.1 Equipos

- Balanza analítica de cuatro cifras decimales.
- Plancha de agitación. con control de velocidad.
- Nefelómetro. (Turbidímetro).
- Cronómetro o temporizador eléctrico.
- Equipo de filtración.

##### 5.1.1 Verificación de equipos

Comprobar que los equipos se encuentran en óptimas condiciones, antes de su uso, realizar las verificaciones de calibración como indica el instructivo de manejo de cada equipo. Diligenciar el formato M-S-LC-F007 de control diario de manejo del equipo.

##### 5.2 Materiales

- Espátula metálica.
- Erlenmeyer de 250 mL.
- Agitadores magnéticos.
- Barra magnética agitadora.
- Balones aforados clase A de 100 mL.
- Balones aforados clase A de 1L.
- Beakers de 500 mL.



Instituto de Hidrología,  
Meteorología y  
Estudios Ambientales

**INSTRUCTIVO DE ENSAYO.  
DETERMINACIÓN DE SULFATO. SM 4500 SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> E.  
MÉTODO TURBIDIMETRICO.**

Código: M-S-LC-I055

Versión : 04

Fecha: 21/10/2020

Página: 3 de 13

- Pipetas aforadas clase A de 5, 10, 15, 20, 25 mL.
- Transfer de 10 mL.
- Probeta de 20 mL o dispensador.
- Frasco lavador.
- Filtro de fibra de vidrio o de acetato de celulosa de 0.45 µm.
- Pera de succión.
- Cuchara medidora, capacidad 0,2 a 0,3 mL.

### 5.3 Reactivos

Solicitar los reactivos, vidriería y material diligenciando el formato M-S-LC-F039. Preparare los reactivos con anterioridad. Utilice reactivos de alta pureza que sean de grado analítico y agua grado reactivo.

A continuación, se estipulan las cantidades totales necesarias para la preparación de las dos soluciones tampón B y A, de igual forma la cantidad total de sulfato de sodio para el estándar y la solución tampón B. Registre las cantidades en el formato M-S-LC-F039, para 1 litro de cada solución.

- 60 g de cloruro de magnesio. MgCl<sub>2</sub> 6H<sub>2</sub>O.
- 10 g Acetato de sodio, CH<sub>3</sub>COONa 3H<sub>2</sub>O.
- 2,0 g de nitrato de potasio, KNO<sub>3</sub>
- 40 ml de ácido acético, CH<sub>3</sub>COOH (99%).
- 0.1580 g de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidro. (cantidad necesaria para el estándar de control y solución tampón B).
- Cloruro de bario (BaCl<sub>2</sub>), cristales, malla 20 a 30. Cuchara medidora, capacidad 0,2 a 0,3 mL.

Registre la preparación de los reactivos en el formato M-S-LC-F064 Control de preparación de soluciones.

- Rango bajo. Solución tampón B** (requerida cuando la concentración de SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> en la muestra es inferior a 10 mg / L): disolver 30 g de MgCl<sub>2</sub> 6H<sub>2</sub>O, 5 g CH<sub>3</sub>COONa 3H<sub>2</sub>O, 1,0 g KNO<sub>3</sub>, 0,111 g de sulfato de sodio, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y 20 mL de ácido acético (99%) en 500 mL de agua grado reactivo tipo I y completar a 1000 mL.
- Cloruro de bario (BaCl<sub>2</sub>), cristales, malla 20 a 30: En la estandarización, se produce una turbidez uniforme con este rango de malla y el tampón apropiado.
- Rango alto. Solución tampón A:** (requerida cuando la concentración de SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> en la muestra es superior a 10 mg / L disolver 30 g de cloruro de magnesio, MgCl<sub>2</sub> 6H<sub>2</sub>O, 5 g de acetato de sodio, CH<sub>3</sub>COONa 3H<sub>2</sub>O, 1,0 g de nitrato de potasio, KNO<sub>3</sub> y 20 ml de ácido acético, CH<sub>3</sub>COOH (99%), en 500 ml de agua grado reactivo tipo I y completar a 1000 mL.
- Solución estándar de sulfato:** Prepare una solución estándar de sulfato como se describe: Disolver 0.1479 g de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidro en agua grado reactivo tipo I y llevar a volumen a 1000 mL.

Anión (A-)	Reactivo	PM molecular reactivo (g-mol)	PM molecular Anión (A-) (g-mol)	Masa a pesar del reactivo (g -mol) para volumen de 250mL	Concentración del anión (A-)
Sulfato	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	142,04	96,06	0,1479	100 mg/L

#### 5.3.1. Preparación de la curva de calibración.

A partir de la solución patrón de sulfatos de 100 mg de SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>/L, tomar las alícuotas que indica la tabla y completar a volumen de 100 mL, como se indica en las tablas.



Instituto de Hidrología,  
Meteorología y  
Estudios Ambientales

**INSTRUCTIVO DE ENSAYO.  
DETERMINACIÓN DE SULFATO. SM 4500 SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> E.  
MÉTODO TURBIDIMETRICO.**

Código: M-S-LC-I055

Versión : 04

Fecha: 21/10/2020

Página: 4 de 13

**Curva de rango bajo**

Concentración Final del anión (Cf). SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup>	Volumen a tomar (Vi) mL. Std 100 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> /L	Volumen final del (Vf) mL.
0.00 Blanco de reactivo (agua tipo I)	-----	-----
3 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> mg/L	3	100
5 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> mg/L	5	100
7 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> mg/L	7	100
9 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> mg/L	9	100
10 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> mg/L	10	100

Con los datos obtenidos calcular, el coeficiente de regresión el cual debe ser  $\geq 0.995$ . Es necesario realizar el punto cero en la curva para conocer el valor del blanco. No grafique el valor del blanco.

**Curva de rango alto**

Concentración Final del anión (Cf). SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup>	Volumen a tomar (Vi) mL. Std 100 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> /L	Volumen final del (Vf) mL.
0.00 Blanco de reactivo (agua tipo I)	-----	-----
10 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> mg/L	10	100
15 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> mg/L	15	100
20 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> mg/L	20	100
30 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> mg/L	30	100
40 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> mg/L	40	100

**5.3.2. Preparación Límite de cuantificación del método LCM, estándar de control - verificación de las curvas.**

Procesar por cada lote de 20 o menos muestras, el Límite de cuantificación del método (LCM).

**Límite de cuantificación del método (LCM).**

Estándar de verificación Concentración Final. (Cf)	Volumen a tomar (Vi) mL	Concentración de la que se toma el volumen (Ci)	Volumen final (Vf) mL
Std 3 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> mg/L	3	Std 100 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> /L	100 mL


Por cada diez muestras, es necesario verificar la confiabilidad de la curva de calibración ejecutando un estándar de control, el cual se establece en el punto medio de la curva, este será de 5 mg de SO<sub>4</sub>/L, para el rango bajo.

**Estándar control. Curva de baja.**

Estándar de verificación Concentración Final. (Cf)	Volumen a tomar (Vi) mL	Concentración de la que se toma el volumen (Ci)	Volumen final (Vf) mL
Std 5 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> mg/L	5	Std 100 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> /L	100 mL

Registre los resultados en la carta de control de exactitud del método. M-S-LC-F055. Rango bajo.

Por cada diez muestras, es necesario verificar la confiabilidad de la curva de calibración ejecutando un estándar de control, el cual se establece en el punto medio de la curva, este será de 25 mg de SO<sub>4</sub>/L, para el rango alto.

	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO.</b>	Código: M-S-LC-I055
	<b>DETERMINACIÓN DE SULFATO. SM 4500 SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> E.</b>	Versión : 04
	<b>MÉTODO TURBIDIMETRICO.</b>	Fecha: 21/10/2020
		Página: 5 de 13

#### Estándar control. Curva de alta.

Estándar de verificación Concentración Final. (Cf)	Volumen a tomar (Vi) mL	Concentración de la que se toma el volumen (Ci)	Volumen final (Vf) mL
Std 25 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> mg/L	25	Std 100 mg SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> /L	100 mL

Registre los resultados en la carta de control de exactitud del método. M-S-LC-F055. Rango alto.

## 6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Interferirá el color o la materia suspendida en grandes cantidades.

Materiales suspendidos pueden ser removidos por filtración. Si ambos son pequeños en comparación con la concentración de SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>, corrija la interferencia ejecutando espacios en blanco a los que no se agrega BaCl<sub>2</sub>.

La sílice en exceso de 500 mg / L interferirá, y en aguas que contienen grandes cantidades de material orgánico puede que no sea posible precipitar BaSO<sub>4</sub> satisfactoriamente.

En aguas potables no existen otros iones aparte del SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> que formarán compuestos insolubles con bario en condiciones fuertemente ácidas. Hacer la determinación a temperatura ambiente; la variación en un rango de 10 °C no causará un error apreciable.

En presencia de materia orgánica, ciertas bacterias pueden reducir el SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> a S<sup>-2</sup>. Para evitar esto, almacenar muestras a 4 ° C.

### 6.1 Condiciones Ambientales

De acuerdo a las especificaciones del Turbidímetro, equipo, utilizado para la medición de muestras, el rango de temperatura de operación es de 10 °C – 40°C. Para la lectura de muestras, hacer la determinación a temperatura ambiente; la variación en un rango de 10 °C no causará un error apreciable. Las condiciones ambientales del área donde se realiza la técnica son vigiladas a través del higrómetro y son registradas en el formato de condiciones ambientales M-S-LC-F021.

## 7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Las prácticas de control de calidad se consideran parte integrante de cada método, para este método se incluye la Tabla 4020: I.

Control de calidad método 4500 SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> E.


Blanco del Método (MB)	Blanco fortificado en laboratorio (LFB) (estándares de control)	Matriz fortificada en laboratorio (LFM) Duplicado matriz fortificada en laboratorio (LFMD)	Otros
X	X	X	3

Tomado del SM Tabla 4020: I. (X indica que un tipo de control de calidad es obligatorio para el método) (3. Consulte el 4020B para más controles de calidad requeridos).

Como indica la tabla tomada del estándar método, los parámetros como: Blanco de método, Blanco fortificado (estándar de control), y matriz fortificada con duplicado son controles de calidad obligatorios.

El Laboratorio de Calidad ambiental establece los siguientes controles para la determinación de Sulfatos:


- Realizar la verificación de la Calibración del equipo de turbiedad de acuerdo al instructivo M-S-LC-I007 de manejo turbidímetro Turbiquant 1500T. El equipo solicitará los estándares en el orden de

	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO.</b>	Código: M-S-LC-I055
	<b>DETERMINACIÓN DE SULFATO. SM 4500 SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> E.</b>	Versión : 04
	<b>MÉTODO TURBIDIMETRICO.</b>	Fecha: 21/10/2020
		Página: 6 de 13

1000 >10 > 0.02 NTU. Si la verificación no pasa, realice nuevamente la calibración y revise los estándares de calibración. Una vez calibrado el equipo, lea los estándares de calibración como muestras y registre el resultado de estos en la casilla de valor experimental, en el cuadro de verificación de la calibración y control instrumental del equipo en el formato: Captura de Datos Turbidimetría M-S-LC-F020. Diligenciar el formato M-S-LC-F007 de control diario de manejo del equipo.

Control establecido	Material de vidrio	Blanco del Método (MB)	Límite de cuantificación del método (LCM)	Blanco Fortificado En Laboratorio (LFB)	Duplicado (D)	Matriz fortificada en laboratorio (LFM) y Duplicado (LFMD)
<b>Criterio de calidad</b>	Utilizar el material con control de calidad y en buen estado.	<p>Analizar un blanco (BK) <b>por cada lote de 20 muestras o menos.</b></p> <p>Si el valor del blanco (BK) se encuentra por encima del nivel del límite de cuantificación del método, tomar medidas correctivas, informar al líder físico-químico o líder técnico.</p>	<p>Procesar un estándar de <b>control de 3 mg SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>/L por cada lote de 20 muestras o menos.</b></p> <p>El resultado del estándar de control debe encontrarse dentro de los límites establecidos en la carta de control del método.</p> <p><b>Criterio de aceptación del 25%.</b></p>	<p>Procesar un estándar de control de 5 mg SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> mg/L. Para la curva de rango bajo. <b>Por cada 10 muestras o menos.</b></p> <p>Estándar de control de 25 mg SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> mg/L. Para la curva de rango alto. <b>Por cada 10 muestras o menos.</b></p> <p>El resultado del estándar de control debe encontrarse dentro de los límites establecidos en la carta de control del método.</p> <p>Registre los resultados en la carta de control de exactitud. M-S-LC-F055.</p>	<p>Realizar el duplicado de una muestra al azar <b>para un lote de 20 muestras o menos.</b></p> <p>El porcentaje de la diferencia entre los duplicados no debe ser mayor al 15%, si la variación excede este límite, debe repetirse el análisis del duplicado.</p> <p>Registre los resultados en la carta de control de precisión. M-S-LC-F057.</p>	<p>Preparar Preferiblemente la misma concentración utilizada en la preparación de los blancos fortificados o estándares de control utilizados en el laboratorio. Para el rango bajo se puede realizar fortificados de hasta 5 mg SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>/L y para rango alto hasta 20 mg SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>/L.</p> <p><b>Para un lote de 20 muestras o menos.</b></p> <p>El porcentaje de recuperación del estándar adicionado <b>debe estar en el rango de (70% -130%).</b> Registre los resultados en la carta de control de recuperación y duplicados. M-S-LC-F057.</p>

- En ningún caso efectúe el análisis en más de 28 días posteriores a la toma de la muestra.
- Realizar las curvas de calibración. Verificar que la linealidad de las curvas este en un valor  $R^2 \geq 0.995$  en el intervalo de calibración, entregar el formato con los valores de las curvas al líder físico-químico para su aprobación.
- Para Verificar la confiabilidad de la curva de calibración dentro de la marcha analítica, se debe correr por cada diez muestras; un estándar de concentración de 5 mg SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> mg/L, para rango bajo y un estándar de concentración de 25 mg SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> mg/L para el rango alto.

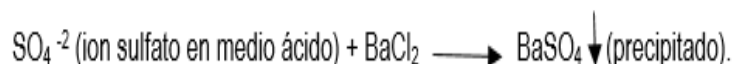
 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE SULFATO. SM 4500 SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> E. MÉTODO TURBIDIMETRICO.</b>	Código: M-S-LC-I055
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 7 de 13

- El porcentaje de recuperación del estándar adicionado debe estar en el rango de (70% -130%). Si los resultados de la matriz fortificada (LFM) no cumple el criterio de aceptación, tome las medidas correctivas para rectificar el efecto de la matriz, repita la adición y analice la muestra adicionada o fortificada y su duplicado.
- Reportar los resultados de las muestras en el formato M-S-LC-F020 correspondiente a captura de datos turbidimétrico. **Reportar los análisis con dos cifras decimales**, entregar al líder del grupo de análisis fisicoquímico.
- Los testigos sirven para evaluar las condiciones de transporte y monitoreo en las que tomaron las muestras y el almacenamiento de las mismas. El porcentaje de recuperación de los testigos debe estar entre 70 y 130 %.
- Las réplicas se utilizan para ver diferencias en el muestreo, se aceptan replicas con una diferencia no mayor al 10%.
- Los duplicados evalúan la replicabilidad del método, por cada lote de muestras se debe pasar un duplicado.
- Análisis de Testigos y Adicionados: Estos controles de campo se procesan dentro de un lote de muestras aplicando el método de análisis correspondiente y el resultado se expresa **sin redondeo de cifras**. Para el caso de los testigos, el contenido del frasco (unos 20 mL aproximadamente) se lleva cuantitativamente a un balón aforado de 500 mL con agua grado reactivo, y se completa a volumen. **Para los adicionados**, el analista debe medir el volumen que llegó en la botella marcada como adicionado. Si la muestra se filtra, mida el volumen antes de la filtración. Registre en la botella el volumen medido, y en la hoja de captura de datos, coloque las letras y datos de identificación de tanto para el testigo como para el adicionado.
- Análisis de Contra-muestras: Será realizado dentro de un lote de muestras por el analista encargado del método y por solicitud del Líder de Análisis. Los resultados se deben registrar en la hoja de captura de datos con el nombre Contra-muestra seguido de la letra mayúscula que identifica cada Testigo y Adicionado.

## 8. DESARROLLO


### 8.1. Principio del método.

- El ion sulfato (SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>) se precipita en un medio de ácido acético con cloruro de bario (BaCl<sub>2</sub>) para formar cristales de sulfato de bario (BaSO<sub>4</sub>) de tamaño uniforme. La absorbancia de luz de la suspensión de BaSO<sub>4</sub> se mide con un fotómetro y la concentración de SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> se determina comparando la lectura con una curva estándar.



### 8.2. Toma y preservación de muestras.

Las muestras pueden colectarse en frascos de plástico o vidrio. Dado que ciertas bacterias pueden reducir el sulfato a sulfuro, especialmente en aguas contaminadas. Para su preservación se refrigera la muestra a temperatura  $\leq 6^\circ\text{C}$  y por un período máximo de 28 días a la toma de la muestra.

 Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO.          DETERMINACIÓN DE SULFATO. SM 4500 SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> E.          MÉTODO TURBIDIMETRICO.</b>	Código: M-S-LC-I055
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 8 de 13

Para realizar el análisis de sulfatos debe recogerse una alícuota de al menos 500 mL de muestra. Cuando por algún motivo no alcance la muestra para la realización del análisis, esta se puede tomar del recipiente de las muestras para fósforo soluble, nitritos, DBO<sub>5</sub> siempre y cuando la alícuota sea suficiente para los dos analito.

### 8.3. Limpieza de vidriería y material de campo.

Remítase al instructivo de lavado de material de vidrio y plástico M-S-LC-I015. Utilice la vidriería a la que se le haya efectuado control de calidad y reserve esta vidriería únicamente para las determinaciones de sulfato.

Las celdas de vidrio del Turbidímetro se deben someter por dentro y por fuera a un lavado completo con jabón de laboratorio y enjuagues múltiples con agua des-ionizada. Evitar rayar las celdas.


### 8.4. Ejecución de la técnica.

- Antes de iniciar las lecturas, tenga en cuenta el instructivo de manejo del turbidímetro M-S-LC-I007.
- Encender el turbidímetro 30 minutos antes.
- Diligenciar el formato de control diario de manejo del equipo; formato M-S-LC-F007.
- Verificar la Calibración instrumental del equipo como indica el instructivo. Registre la calibración en el formato M-S-LC-F020.
- Una vez preparada la curva de calibración sirva cada uno de los estándares en un Erlenmeyer o beaker de 250 mL, adicione 20 mL de Solución tampón **B**, o 20 mL de Solución tampón **A** según corresponda, **para el rango bajo utilice la solución B, y para el rango alto utilice la solución A** agite adecuadamente, utilizando agitadores y plancha de agitación magnética hasta mezclar completamente la solución.
- Servir cada estándar de menor a mayor concentración en la celda del turbidímetro perfectamente limpia, realizar la lectura inicial en el turbidímetro, registre la lectura en el campo: Lectura 1 del formato M-S-LC-F020 captura de datos de Turbidimetría, incorpore al Erlenmeyer la porción utilizada en la lectura.
- Agregar una cucharada de cristales de BaCl<sub>2</sub>, e inmediatamente comience a cronometrar; la agitación se debe realizar durante 60 ± 2 s a velocidad constante. Procurar una velocidad de agitación adecuada para evitar salpicaduras.
- Enjuagar la celda, colocar la solución en la celda de absorción del turbidímetro y medir la turbidez del sulfato de bario, después de 5 ± 0.5 min. Registre la lectura en el campo Lectura 2 del formato M-S-LC-F020. Enjuagar la celda, varias veces con agua, y repetir el procedimiento con todos los estándares de la curva.

**Nota:** El precipitado de sulfato de bario (BaSO<sub>4</sub>), deben mantenerse en suspensión durante un período de tiempo suficiente para medir la absorbancia que el mismo produzca, déjelo 5 minutos ± 0.5 min.

- Construir la curva de calibración con los datos obtenidos. Verificar la linealidad de la curva de calibración, el coeficiente de regresión R<sup>2</sup> debe ser ≥ 0.995.
- Si la curva está vigente proceda a correr las muestras. Las muestras a analizar se encuentran registradas en el formato de Recepción de muestras y control de análisis, M-S-LC-F002.



	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO.</b>	Código: M-S-LC-I055
	<b>DETERMINACIÓN DE SULFATO. SM 4500 SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> E.</b>	Versión : 04
	<b>MÉTODO TURBIDIMETRICO.</b>	Fecha: 21/10/2020
		Página: 9 de 13

- Las muestras a analizar se encuentran registradas en el formato de Recepción de muestras y control de análisis, M-S-LC-F002. Solicitar las muestras para análisis mediante el formato M-S-LC-F011. Permitir que la muestra se acondicione a temperatura ambiente; la variación en un rango de 10 °C no causará un error apreciable.
- Filtrar la muestra, si la muestra contiene bastante materia orgánica y/o material particulado, antes de realizar el análisis; si la muestra no contiene mucho material particulado corrija el color y la turbidez de la muestra ejecutando espacios en blanco a los que no se agrega BaCl<sub>2</sub>.
- Procesar la muestra de la misma manera cómo se analizan los estándares de la curva de calibración. Filtre la muestra de ser necesario. Mida 100 ml de: blanco, muestra, duplicado, blanco fortificado, matriz fortificada y duplicado de la matriz, continúe agregando 20 ml de solución tampón B o Tampón A según la muestra, (la conductividad puede ayudar a conocer el rango de la muestra) agite y mida la turbidez inicial, incorpore al erlenmeyer la porción utilizada en la lectura, agregue el cloruro de bario agite por 60 ± 2 s, colocar la solución en la celda de absorción del turbidímetro y medir la turbidez del sulfato de bario, después de 5 ± 0.5 min. Registre la lectura en el campo Lectura 2 del formato M-S-LC-F020, realice los cálculos y reporte con dos cifras decimales.

**Nota:** Para la preparación de una matriz fortificada de laboratorio, agregue una concentración menor o igual al punto medio de la curva de calibración. Preferiblemente use la misma concentración utilizada en la preparación de los blancos fortificados o estándares de control utilizados en el laboratorio. Para el rango bajo se puede realizar fortificados de hasta 5 mg SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>/L y parar rango alto hasta 20 mg SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>/L.

- Si la turbiedad de la muestra supera el valor máximo de la curva de calibración, es necesario diluir la muestra original y repetir todo el proceso de análisis.
- Registrar los valores de los controles analíticos en la carta de control.
- Desechar las muestras y estándares analizados en la caneca de residuos fisicoquímicos destinada para sulfatos.
- Enjuagar el material y dejarlo en la zona de lavado, diligenciar el formato de solicitud de lavado de material M-S-LC-F003.
- Diligenciar el formato de recepción de muestras y control de análisis M-S-LC-F002, Con la fecha de realización de análisis y firma del analista responsable de la técnica.
- Escribir las observaciones del comportamiento del estándar en las cartas de control en el formato de captura de datos. Entregue el formato de captura de datos al líder de fisicoquímica.
- Una vez finalizada la marcha analítica, deposite los residuos en la caneca correspondiente, solicite el lavado de material, diligenciando el formato de solicitud M-S-LC-F003. Registrar los valores de los controles analíticos en la carta de control, y diligenciar el formato de recepción de muestras y control de análisis M-S-LC-F002. Digite el registro de los resultados aprobados en la base de datos de AQUARIUS Samples.

### 8.5. Cálculos y resultados

Si se usó la solución tampón A, determine la concentración de SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> directamente de la curva de calibración después de restar la absorbancia de la muestra antes de agregar BaCl<sub>2</sub>.

$$mg\ SO_4^{2-}/L = \frac{(NTU_f - NTU_i) - \text{Intercepto}}{\text{Pendiente de la curva}} * FD$$

Donde:

NTU<sub>f</sub> = Turbiedad final

NTU<sub>i</sub> = Turbiedad inicial

Intercepto: Intercepto con el eje de la ordenada.

FD = Factor de Dilución

**Reportar los resultados de sulfato con dos cifras decimales.**

Digitar el registro de resultados en la base de datos del IDEAM. AQUARIUS Samples.

**Recuperación Matriz fortificada (LFM):**

$$LFM\ \% \text{ Recovery} = \left[ \frac{LFM\ conc \times (spike\ vol + sample\ vol) - (sample\ conc \times sample\ vol)}{spike\ solution\ conc \times spike\ vol} \right] \times 100$$

**Nota:** La recuperación debe estar entre 70 y 130%. Reporte los resultados con 2 cifras decimales.

**Porcentaje de diferencia relativa (RPD):**

MUESTRAS FORTIFICADAS

$$\left[ \frac{|LFM - LFMD|}{\left(\frac{LFM + LFMD}{2}\right)} \right] \times 100 = \%RPD$$

MUESTRAS


$$\left[ \frac{|D_1 - D_2|}{\left(\frac{D_1 + D_2}{2}\right)} \right] \times 100 = \%RPD$$

## 9. DIAGRAMA

Ver anexo 1.

## 10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

- APHA AWWA WEF Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23 RD edition 2017 American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. Capítulo 4500- SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>. Método turbidimétrico.
- M-S-LC-I007 Instructivo de manejo turbidímetro Turbiquant 1500t. Versión 2.
- E-SGI-ST-M001 Manual Sistema de gestión de seguridad y salud en el trabajo.

 <b>IDEAM</b> Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE SULFATO. SM 4500 SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> E. MÉTODO TURBIDIMETRICO.</b>	Código: M-S-LC-I055
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 11 de 13

- PGIRESPEL. E-SGI-A-M002. Manual plan de gestión de residuos o desechos peligrosos.
- M-S-LC-I048 Instructivo de aseguramiento metrológico.
- M-S-LC-I050 Instructivo de buenas prácticas de laboratorio e ISO 17025.
- M-S-LC- I051 Instructivo de aseguramiento de calidad analítica.

## 11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	12/10/2018	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI. Realizado por Elizabeth González Mateus.
02	26/06/2019	Actualización del documento con la nueva versión 23 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 2017. 4500 SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> E. Actualización del instructivo de ensayo de acuerdo a los resultados obtenidos en la verificación del método y procedimientos realizados en la marcha analítica, realizado por <b>Luz Adriana Ruiz Araujo</b> .
03	17/10/2019	Se incluye el límite de cuantificación del método, (LCM) y la preparación del mismo. <b>Realizado por: Luz Adriana Ruiz Araujo</b> .
04	21/10/2020	Nueva versión producto de la actualización de la documentación del Sistema Integrado de Gestión.

<b>ELABORO:</b>	<b>REVISO:</b>	<b>APROBO:</b>
<b>Luz Adriana Ruiz Araujo</b> Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	<b>Carlos M. Velásquez Martínez</b> Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	<b>Jhonatan Danilo Uasapud García</b> Coordinador Laboratorio Calidad Ambiental

**ANEXO 1. Diagrama**

