	<b>GUIA DE ANALISIS FISICOQUIMICO DE AGUA ENVASADA. DETERMINACIÓN DE SULFATOS</b>	<b>CÓDIGO</b>	MI-GS-GI-58
		<b>VERSIÓN</b>	0
		<b>FECHA DE APROBACIÓN</b>	01/10/2018
		<b>PAGINA</b>	1 de 6

## 1. OBJETIVO

Dar los lineamientos para la aplicación de la metodología en la determinación de sulfatos en agua envasada según la resolución 12186 de 1991

## 2. ALCANCE

Este método es aplicable a la determinación de sulfatos en aguas para consumo humano, agua envasada y se extiende también para muestras de aguas tratadas y naturales.

## 3. RESPONSABILIDAD

Será responsabilidad de:

- Jefe de División de Referencia en Salud: velar por que este procedimiento se cumpla por parte del personal del Laboratorio de Ambiental.
- Profesional del Laboratorio Ambiental del Laboratorio Departamental de Salud Pública: aplicar correctamente este procedimiento.

## 4. TERMINOLOGÍA

No aplica.

## 5. CONDICIONES GENERALES

No aplica.


## 6. FUNDAMENTO DEL METODO DE ENSAYO.

### 6.1 MÉTODO

Los sulfatos ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) están ampliamente distribuidos en la naturaleza y pueden estar presentes en aguas naturales en un rango de concentraciones de pocos miligramos hasta varios cientos de miligramos por litro. En el agua, pueden tener su origen en el contacto de ella, con terrenos ricos en yesos, así como por la contaminación con aguas residuales industriales; el contenido de estos no suele presentar problemas de potabilidad en las aguas de consumo humano, pero contenidos superiores a 300mg/L pueden causar trastornos gastrointestinales en los niños. <sup>[2]</sup>

Los sulfatos están asociados a la dureza del agua en su calidad de permanente y producen en los consumidores una notoria acción catártica, especialmente en presencia de sodio y magnesio.

El ion sulfato es abundante en aguas naturales. Un amplio rango de concentraciones se encuentra presente en aguas lluvias y su determinación proporciona valiosa información respecto a la contaminación y a los fenómenos ambientales; adicionalmente, puede aportar datos acerca de la información de ácido sulfúrico proveniente del dióxido de azufre presente en la atmósfera <sup>[3]</sup>.

	<b>GUIA DE ANALISIS FISICOQUIMICO DE AGUA ENVASADA. DETERMINACIÓN DE SULFATOS</b>	<b>CÓDIGO</b>	MI-GS-GI-58
		<b>VERSIÓN</b>	0
		<b>FECHA DE APROBACIÓN</b>	01/10/2018
		<b>PAGINA</b>	2 de 6

En el caso de las aguas duras, el sulfato junto con otros iones ejercen un poder incrustante y de allí la importancia de su determinación para usos industriales, especialmente en el caso de agua para calderas, ya que este fenómeno en dichos equipos, puede disminuir su efectividad y por consiguiente, su tiempo de vida <sup>[2]</sup>.

El ion sulfato precipita en medio ácido con cloruro de bario formando cristales de sulfato de bario de tamaño uniforme. La cantidad de cristales es proporcional a la concentración de sulfatos en la muestra y la absorbancia luminosa de la suspensión; se puede medir espectrofotométricamente a 420 nm, siendo la concentración de  $SO_4^{2-}$  determinada respecto a una curva de calibración, según los métodos normalizados para el análisis de aguas potables y residuales preparados por la Asociación Americana de Salud Pública, Asociación Americana de Trabajos del Agua, Federación para el Control de la Polución del Agua <sup>[2]</sup>.

El método turbidimétrico permite determinar hasta 40 mg/L de sulfatos. Si la muestra presenta una concentración mayor se debe realizar una dilución. Las aguas con alta turbiedad han de ser tratadas previamente por centrifugación o filtración para su clarificación y posterior análisis. Interfiere también un exceso de sílice superior a 500mg/L y en las muestras con alto contenido de materia orgánica puede dificultarse la precipitación de sulfato de bario <sup>[5]</sup>.

## 7. LIMITACIONES O INTERFERENCIAS.

El color y/o las grandes cantidades de materia suspendida interfieren en el análisis. La materia suspendida puede ser retirada por filtración o centrifugación.


Si ambos parámetros son pequeños en comparación con la concentración de  $SO_4^{2-}$  esta interferencia se puede corregir leyendo blancos a los cuales no se les haya agregado  $BaCl_2$  y restando este valor al resultado de sulfatos.

Concentraciones de sílica mayores a 500mg/L interfieren. En aguas que contengan grandes cantidades de materia orgánica es posible que no se pueda precipitar satisfactoriamente el  $BaSO_4$ .

La gran mayoría de los iones que se encuentran en aguas potables son iones sulfatos que forman compuestos insolubles con bario bajo condiciones fuertemente acidas. La determinación se puede hacer a temperatura ambiente pues variaciones en un rango de 100°C no causarán error.

## 8. RECOLECCION E IDENTIFICACION DE LA MUESTRA.

Se toman como mínimo 500 mL de muestra en recipientes plásticos o de vidrio. En presencia de materia orgánica ciertas bacterias pueden reducir  $SO_4^{2-}$  a  $SO^{2-}$ , para evitar esto se refrigeran las muestras a 4°C.

	<b>GUIA DE ANALISIS FISICOQUIMICO DE AGUA ENVASADA. DETERMINACIÓN DE SULFATOS</b>	<b>CÓDIGO</b>	MI-GS-GI-58
		<b>VERSIÓN</b>	0
		<b>FECHA DE APROBACIÓN</b>	01/10/2018
		<b>PAGINA</b>	3 de 6

## 9. CONSERVACION DE LA MUESTRA

No aplica.

## 10. EQUIPOS

- Turbidímetro


## 11. REACTIVOS, CONTROLES Y MATERIALES DE REFERENCIA

- Agitador magnético.
- Celdas de vidrio.
- Cronómetro.
- Cucharita para medir de 0,2 a 0,3 mL.
- Pipeta volumétrica de 20 mL.
- Vasos de 250 mL.

### Reactivos<sup>[1]</sup>:

- **Agua destilada y desionizada**
- **Solución reguladora A:** disolver 30 g de cloruro de magnesio ( $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ), 5 g de acetato de sodio ( $NaO_2C_2H_3 \cdot 3H_2O$ ), 1 g de nitrato de potasio ( $KNO_3$ ) y 20 mL de ácido acético ( $CH_3COOH$ ) concentrado en un balón aforado de 1 l y complete a volumen.
- **Solución reguladora B:** Se requiere cuando la concentración de  $SO_4^{2-}$  es menor de 10 mg/L. En un vaso de precipitados de litro agregue 500 mL de agua dd. Disuelva 30 g de cloruro de magnesio ( $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ), 5 g de acetato de sodio ( $NaO_2C_2H_3 \cdot 3H_2O$ ), 1 g de nitrato de potasio ( $KNO_3$ ), 0.111g de Sulfato de sodio ( $Na_2SO_4$ ) y 20 mL de ácido acético ( $CH_3COOH$ ) concentrado en un balón aforado de 1 l y complete a volumen.
- **Cloruro de bario**,  $BaCl_2$ , cristales (malla 20-30)
- **Solución estándar de sulfato:** disuelva 147,9 mg de  $Na_2SO_4$  anhidro en agua destilada y diluya a 1 litro; 1 mL = 0,1 mg  $SO_4$ .
- **Soluciones patrón para curva de calibración.** Prepare la serie siguiente de patrones de sulfatos midiendo los volúmenes indicados de solución patrón de sulfato de 100 mg/L.
- 

Patrón	Concentración mg $SO_4/L$	Volumen mL Patrón 100 mg $SO_4/L$	Volumen Final mL
Blanco	0,0	0.0	100
1	5,0	5	100
2	10,0	10	100
3	20,0	20	100
4	30,0	30	100
5	40,0	40	100
6	50,0	50	100

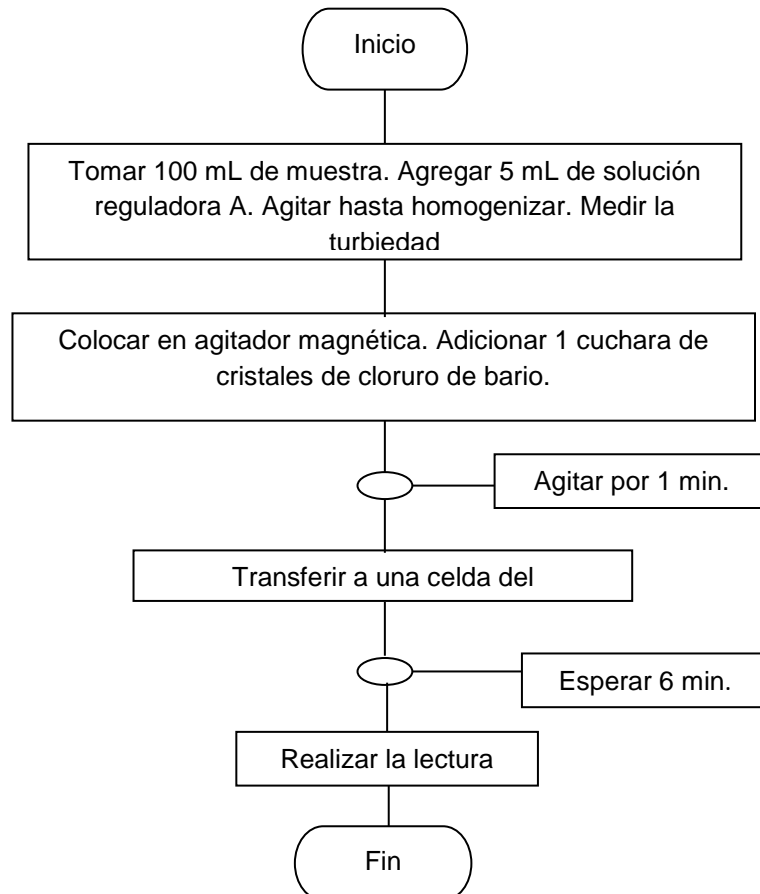
	<b>GUIA DE ANALISIS FISICOQUIMICO DE AGUA ENVASADA. DETERMINACIÓN DE SULFATOS</b>	<b>CÓDIGO</b>	MI-GS-GI-58
		<b>VERSIÓN</b>	0
		<b>FECHA DE APROBACIÓN</b>	01/10/2018
		<b>PAGINA</b>	4 de 6


## 12. DESCRIPCION DEL PROCEDIMIENTO

### Metodología:

- Tomar 100 mL de muestra o patrón y transferir a un erlenmeyer de 250 mL. Agregar 5 mL de solución reguladora A. mezclar con agitador magnético o manualmente hasta homogenizar.
- Para concentraciones mayores a 50 mg SO<sub>4</sub>/L, tomar 20 mL de muestra y aforar a 100 ml con agua d.d. y transferir a un erlenmeyer de 250 mL. Agregar 5 mL de solución reguladora A. mezclar con agitador magnético o manualmente hasta homogenizar.
- Medir la turbiedad de la muestra y colocar en el agitador magnético.
- Adicionar una cucharada de cristales de cloruro de bario y cronometrar. Agitar por 60 segundos.
- Transferir la suspensión a la celda del fotómetro. Hacer la lectura transcurridos 5 minutos.
- Calcular la concentración de SO<sub>4</sub> en la muestra por comparación con la curva de calibración obtenida con patrones de concentración conocida.

### Diagrama de Flujo para la determinación de Cloro residual Libre.



	<b>GUIA DE ANALISIS FISICOQUIMICO DE AGUA ENVASADA. DETERMINACIÓN DE SULFATOS</b>	<b>CÓDIGO</b>	MI-GS-GI-58
		<b>VERSIÓN</b>	0
		<b>FECHA DE APROBACIÓN</b>	01/10/2018
		<b>PAGINA</b>	5 de 6

### 13. CONTROL DE CALIDAD ANALITICO.

Determinar con cada lote de muestras un estándar primario de 5 mg  $\text{SO}_4^{2-}/\text{L}$  para el control analítico de los resultados. El resultado de esta prueba debe quedar en los registros de análisis de muestras y la respectiva carta de control.

### 14. ANALISIS Y EXPRESION DE RESULTADOS.

La concentración se calcula interpolando en la curva de calibración, la concentración se reporta en mg  $\text{SO}_4^{2-}/\text{L}$  directamente.

### 15. EMISION DEL INFORME DE RESULTADOS.

Formato Informe de Resultados

### 16. EXAMENES COMPLEMENTARIOS.

No aplica

### 17. DOCUMENTOS DE REFERENCIA

Standard methods for the Examination of Water and Wastewater 4500- $\text{SO}_4$  (Método Turbidimétrico)<sup>[1]</sup>.

#### 17.1 Disposición de residuos<sup>[2]</sup>:

Los residuos de las muestras, patrones titulados y soluciones, deben disponerse en un contenedor adecuado. También, deben manipularse correctamente según lo establecido en los protocolos de bioseguridad del laboratorio.

### 18. REGISTRO

No aplica.


### 19. ANEXOS

No aplica.

### 20. Referencias bibliográficas:

<sup>[1]</sup> EATON, ANDREW D. & FRANSON, MARY ANN H. American water works association & water environment federation. Standard methods for the examination of water and wastewater. Edición 21. Washington-U.S.A: American Public Health Association. Xx-xx, 2005.

<sup>[4]</sup> NAVA TOVAR, GERARDO. Manual de métodos fisicoquímicos básicos para el análisis de aguas para consumo humano. Bogotá-Colombia: Programa de vigilancia por laboratorio de la calidad de agua para consumo humano-Instituto Nacional de Salud, INS. 54-58, 2011.

	<b>GUIA DE ANALISIS FISICOQUIMICO DE AGUA ENVASADA. DETERMINACIÓN DE SULFATOS</b>	<b>CÓDIGO</b>	MI-GS-GI-58
		<b>VERSIÓN</b>	0
		<b>FECHA DE APROBACIÓN</b>	01/10/2018
		<b>PAGINA</b>	6 de 6

CONTROL DE CAMBIOS				
VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO	REVISÓ	APROBÓ
0	24/09/2018	EMISIÓN INICIAL	<b>SANDRA BAYONA VERGEL</b> Coordinador Grupo LSP.  <b>JAVIER OREJARENA PINILLA</b> Director de Salud Integral.	<b>LUIS ALEJANDRO RIVERO OSORIO</b> Secretario de Salud de Santander.