

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE SULFATOS (TURBIDIMETRIA) EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-35
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	31/08/2022
		PÁGINA	1 de 10

1. OBJETIVO

Determinar cuantitativamente la concentración de sulfatos en muestras de agua, aplicando el método Standar Methods 4500 SO_4 -E. Método Turbidimétrico.

2. ALCANCE

El método es aplicable para la determinación de sulfatos en aguas para consumo humano, natural superficial, natural subterránea y aguas para uso recreativo/estructuras similares, en el LDSP Santander.

3. RESPONSABILIDAD

Será responsabilidad de:

- **Coordinador LDSP:** Aprobar el presente documento, supervisar el estricto cumplimiento de lo establecido en el mismo y avalar los resultados que de éste se generen.
- **Profesional Analista del Laboratorio:** Encargado del análisis fisicoquímico del agua del Laboratorio Departamental de Salud Pública: aplicar la técnica descrita en el presente manual con estándares de calidad, oportunidad y avalar los resultados que se generen del mismo.

4. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS

Curva de calibración: es un método utilizado para determinar la concentración de una sustancia (analito) en una muestra desconocida, sobre todo en disoluciones. El método se basa en la relación proporcional entre la concentración y una determinada señal analítica (propiedad).

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.

Solución reguladora: son sistemas en los que el ion está en equilibrio con sustancias capaces de atraparlo o liberarlo. Las soluciones reguladoras tienen la cualidad de mantener su pH prácticamente constante.

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE SULFATOS (TURBIDIMETRIA) EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-35
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	31/08/2022
		PÁGINA	2 de 10

Solución tampón: también llamada solución amortiguadora es aquella que mantiene un pH casi constante cuando se le añaden pequeñas cantidades de ácido o de base. Las disoluciones tampón se preparan disolviendo un ácido débil y una sal que contenga a su base conjugada.

Solución estándar: es una solución que contiene una concentración conocida de un elemento o sustancia específica, llamada patrón primario.

Sulfatos: El sulfato es una sal de ácido sulfúrico, hace referencia tanto al anión SO_4^{2-} como a cualquier compuesto que contenga este ión.

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 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.

5. CONDICIONES GENERALES

Revisar el Manual del Sistema de Seguridad y Salud en el Trabajo y las hojas (fichas) de Seguridad correspondientes a los reactivos utilizados.

Utilizar los elementos de protección personal (EPP) adecuados para la realización de la marcha analítica, (bata de laboratorio, zapatos antideslizantes, gafas protectoras y guantes de nitrilo) y registrar en el formato de verificación de uso de elementos de protección: MI-GS-RG-378

Si se va a trabajar con ácidos concentrados se debe realizar en la cabina extractora de gases y utilizar mascarilla de gases.

Disposición de residuos:

Los residuos de las muestras, patrones titulados y soluciones, deben disponerse en un contenedor adecuado rotulado de acuerdo a lo establecido en el laboratorio y diligenciar el formato de entrega de residuos químicos para disposición final: MI-GS-RG-375 y manipularse correctamente según lo establecido en los protocolos de bioseguridad del laboratorio.

Seguir las recomendaciones generales para la adecuada disposición de residuos peligrosos y manejo de sustancias químicas, tener conocimiento del grado de peligrosidad de las sustancias químicas comprometidas en el procedimiento y ubicación de las fichas de seguridad de los reactivos y/o sustancias.

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE SULFATOS (TURBIDIMETRIA) EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-35
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	31/08/2022
		PÁGINA	3 de 10

6. FUNDAMENTO DEL METODO DE ENSAYO

6.1 MÉTODO

El sulfato (SO_4^{2-}) se encuentra ampliamente distribuido en la naturaleza y puede estar presente en aguas naturales en concentraciones que van desde unos pocos miligramos por litro hasta algunos gramos por litro; algunos drenajes de minería pueden contribuir con grandes cantidades de sulfatos a través de la oxidación de piritas.

Los fosfatos son sales que tiene en común un fósforo rodeado por cuatro átomos de oxígeno en forma tetraédrica. Los fósforos se encuentran en aguas naturales y residuales, y son clasificados como ortofosfato, fosfatos condensados (piro, meta y polifosfatos) y fosfatos ligados orgánicamente; estas formas de fosfato surgen de diversas fuentes. El fósforo es esencial en el crecimiento de organismos y puede ser el nutriente que limita la productividad primaria de un cuerpo de agua. En casos donde el fosfato es el nutriente limitante del crecimiento, la descarga de aguas residuales sin tratar o tratadas, drenajes de agricultura o residuos industriales en el agua puede estimular al crecimiento de microorganismos fotosintéticos y macro organismos en cantidades molestas.

El análisis del fósforo se realiza en dos pasos:

- La conversión de la forma de fósforo a ortofosfato disuelto.
- La determinación de ortofosfato disuelto por colorimetría.

El ión SO_4^{2-} se precipita con cloruro de bario (BaCl_2) en presencia de ácido acético para formar cristales de sulfato de bario (BaSO_4) de tamaño uniforme. Se mide la absorbancia de luz de la suspensión de BaSO_4 con un fotómetro y la concentración de SO_4^{2-} se determina por comparación de la lectura contra una curva estándar.

El intervalo de aplicación de este método va de 1 a 40 mg SO_4^{2-} / L. Para muestras con concentraciones superiores, usar una alícuota que contenga menos de 40 mg SO_4^{2-} / L.

El método se fundamenta en la reacción del molibdato de amonio y el tartrato antimonil de potasio en medio ácido con el ortofosfato presente formando un compuesto heteropoliácido- ácido fosfomolibdico que se reduce intensamente a azul de molibdeno coloreado por la acción del ácido ascórbico. El producto de la reacción es un compuesto coloreado cuya absorbancia es proporcional a la concentración de fosfatos que están presentes.

7. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

El color o la materia en suspensión en grandes cantidades pueden interferir con la determinación; esta última se puede remover por filtración. Si ambas son pequeñas en comparación con la concentración de SO_4^{2-} , se corrige la interferencia mediante un blanco de muestra en el que se omite la adición de BaCl_2 .

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE SULFATOS (TURBIDIMETRIA) EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-35
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	31/08/2022
		PÁGINA	4 de 10

La sílice en cantidad superior a 500 mg/L interfiere y en aguas con grandes cantidades de materia orgánica puede ser imposible precipitar el BaSO₄ satisfactoriamente.

En aguas potables no hay otros iones diferentes del SO₄²⁻ que formen compuestos insolubles con bario bajo condiciones fuertemente ácidas.

En presencia de materia orgánica algunas bacterias reducen el SO₄²⁻ a S²⁻ lo que se evita por refrigeración de la muestra.

Hacer las determinaciones a temperatura ambiente; la variación de temperatura en un intervalo de 10°C no causa un error apreciable.

8. RECOLECCION E IDENTIFICACION DE LA MUESTRA

La muestra para el análisis debe ser recolectada en un recipiente de vidrio o de plástico que se encuentre totalmente limpio, asegurar la cadena de frío y la debida identificación de la muestra con el rotulo. La muestra debe estar completamente identificada en el acta de toma de muestra de agua MI-GS-RG-110.

8. CONSERVACION DE LA MUESTRA

Ciertas bacterias reducen el SO₄²⁻ a S²⁻ en presencia de materia orgánica, por tanto, se debe almacenar y transportar la muestra refrigerada evitando su congelación. El tiempo máximo para análisis después de tomada la muestra recomendada es de 28 días.

10. RECURSOS

10.1 Materiales

- ✓ Probetas 50 ml
- ✓ Erlenmeyers 125 o 250 mL
- ✓ Pipetas aforadas 1, 5, 10 y 25 mL
- ✓ Celdas de lectura para el turbidímetro de 15 cm
- ✓ Cuchara medidora, con capacidad de 0,2 a 0,3 mg.
- ✓ Balones aforados 100 a 1000 mL
- ✓ Espátula
- ✓ Frasco lavador
- ✓ Pipeteador
- ✓ Barras magnéticas
- ✓ Varilla extractora
- ✓ Filtro de fibra de vidrio o de acetato de celulosa de 0.45 µm
- ✓ Cuchara medidora, capacidad 0,2 a 0,3 mL.

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE SULFATOS (TURBIDIMETRIA) EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-35
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	31/08/2022
		PÁGINA	5 de 10

10.2 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 los formatos de uso del equipo

- ✓ Balanza analítica
- ✓ Turbidímetro
- ✓ Cronómetro o temporizador eléctrico.
- ✓ Plancha con agitación magnética.

11. REACTIVOS, CONTROLES Y MATERIALES DE REFERENCIA

11.1 Reactivos:

Los reactivos deben ser de grado analítico y contar con el respectivo certificado de análisis de trazabilidad. Cuando se preparen las soluciones se debe diligenciar los formatos de Preparación de reactivos MI-GS-RG-101, Formato valoración de reactivos MI-GS-RG-107, Formato Verificación de balanza MI-GS-RG-102, Formato de verificación de agua destilada MI-GS-RG-106.

- ✓ Agua destilada y desionizada
- ✓ Cloruro de Bario, BaCl₂ en cristales (BaCl₂)
- ✓ Solución tampón A
- ✓ Solución tampón B
- ✓ Solución estándar de sulfato 100 mg de SO₄²⁻ /mg/L

- ✓ Soluciones estándar de control:
 - Solución estándar de 50 mg SO₄²⁻ /L
 - Solución estándar de control 25 mg SO₄²⁻ /L
 - Solución estándar de control 10 mg SO₄²⁻ /L

- ✓ Patrón de sulfato de 1000 mg/L SO₄²⁻ /L- trazable a NIST: disponible comercialmente.

12. DESCRIPCION DEL PROCEDIMIENTO

12.1 Acondicionar el equipo espectrofotómetro.

- Previamente al uso de este equipo leer el instructivo de uso del turbidímetro y registre el uso del equipo.
- Encender el turbidímetro 30 minutos antes de su uso.

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE SULFATOS (TURBIDIMETRIA) EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-35
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	31/08/2022
		PÁGINA	6 de 10

12.2. Curva de calibración

Preparar patrones en un rango de 0 a 50 mg de $\text{SO}_4^{2-}/\text{L}$ a partir de la solución estándar de 1000 mg de $\text{SO}_4^{2-}/\text{L}$ comercial, y diluya al volumen correspondiente.

12.3. Acondicionar la muestra

- Filtrar la muestra si presenta material suspendido.
- Medir 100 ml de muestra con la probeta y transferir a un Erlenmeyer.

12.4. Determinación de sulfatos

- Una vez preparada la curva de calibración sirva cada uno de los estándares en un Erlenmeyer 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
- Coloque la barra agitadora en el blanco de reactivo, permitiendo que se homogenice la solución.
- Adicionar el blanco en la celda del turbidímetro perfectamente limpia y escurrida
- Realizar la lectura inicial en el turbidímetro, registre la lectura en el formato de trabajo MI-GS-RG-526, e incorpore al Erlenmeyer la porción utilizada en la lectura.
- Lea el tiempo en el cronómetro en el instante de adición del Cloruro de Bario.
- Adicione una cucharada de cristales de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ e inicie a cronometrar inmediatamente. Agite por 60 ± 2 segundos a velocidad constante, la cual puede variar dependiendo del agitador empleado, por lo tanto, se debe regular a una velocidad que no produzca salpicaduras.
- Retire el vaso que contiene la muestra del agitador magnético y deje en reposo durante 5 minutos +/- 30 segundos.
- Purgue la celda varias veces con la suspensión obtenida y realice la medición.
- Hacer la lectura de la turbiedad a los 6 +/- 0,5 minutos y registrar en el formato hoja de trabajo MI-GS-RG-526.

Calcular la concentración de SO_4^{2-} , en la muestra por comparación de la turbiedad con la curva de calibración obtenida con los patrones de concentración conocida.

13. CONTROL DE CALIDAD ANALITICO

- Ejecute la rutina de verificación del equipo (una vez a la semana) siguiendo el instructivo de manejo y verificación del equipo turbidímetro
- Diligenciar el formato de captura de datos del método registrando todas las casillas que se indiquen.

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE SULFATOS (TURBIDIMETRIA) EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-35
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	31/08/2022
		PÁGINA	7 de 10

- Se deben realizar los siguientes controles semanalmente o menos: analizar una solución estándar de control: verificar el resultado en la carta de control del método y debe encontrarse en los límites de control/alarma. La solución estándar de control puede ser de concentración baja, media o alta. 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 los límites de control debe ser reexaminado y si es necesario, se debe repetir el análisis de todo el grupo de muestras. No realice más análisis hasta verificar que sucede, comuníquelo la anomalía al líder técnico de fisicoquímica, inicie nuevamente la marcha analítica cuando el líder de análisis lo ordene.
- Se debe participar en Programa Interlaboratorio de Control de Calidad de Aguas Potables -PICCAP, programa oficial de Evaluación Externa Directa del Desempeño (PEEDD) del Instituto Nacional de Salud

14. ANALISIS Y EXPRESION DE RESULTADOS

14.1 CÁLCULOS

$$T_{neta} = T_f - T_i$$

Ecuación 2. Turbiedad neta

Donde

T_f= Turbiedad final después de adicionar el BaCl₂

T_i= Turbiedad inicial antes de adicionar el BaCl₂

El valor de la concentración de sulfatos se interpola de la curva de calibración.

$$\text{Sulfato mg SO}_4^{-2}/\text{L} = \left(\frac{\text{Abs}-b}{m} \right) * F$$

Ecuación 3. Cálculo de sulfatos

Donde:

Abs: Absorbancia con la corrección.

b: intercepto de la curva.

m: pendiente de la curva.

F: Factor de dilución (cuando aplique)

Cálculo de la absorbancia corregida

$$Abs = \text{Absorbancia muestra} - \text{Absorbancia blanco}$$

Ecuación 3. Absorbancia corregida

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE SULFATOS (TURBIDIMETRIA) EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-35
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	31/08/2022
		PÁGINA	8 de 10

15. EMISION DEL INFORME DE RESULTADOS

Para muestras de agua para consumo humano, natural superficial, natural subterránea que en el acta de toma de muestra de agua (MI-GS-RG-110) tenga como objeto vigilancia, procedentes de los municipios categoría 4,5,6 y municipios categoría 1,2,3, con Convenio, se reportaran en la herramienta SIVICAP.

Para muestras de agua para consumo humano, natural superficial, natural subterránea que en el acta de toma de muestra de agua (MI-GS-RG-110) tenga como objeto diagnóstico o ETA se reporta en el formato MI-GS-RG-293: Informe de Análisis de la Calidad del Agua para Consumo Humano, y aguas de uso recreativo y estructuras similares, se reportan utilizando el formato: MI-GS-RG-167 Informe de Análisis de la Calidad del Agua para Uso Recreativo y Estructuras Similares.

Los resultados de los análisis se reportan con una cifra significativa.

16. EXAMENES COMPLEMENTARIOS

Ajustar la temperatura de las muestras y de los patrones entre 20 y 25°C, para obtener reproducibilidad en los resultados.

Construir la curva de calibración cada vez que prepare los reactivos nuevos.

17. DOCUMENTOS DE REFERENCIA

Eaton, A. & Franson, M. 2005. 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

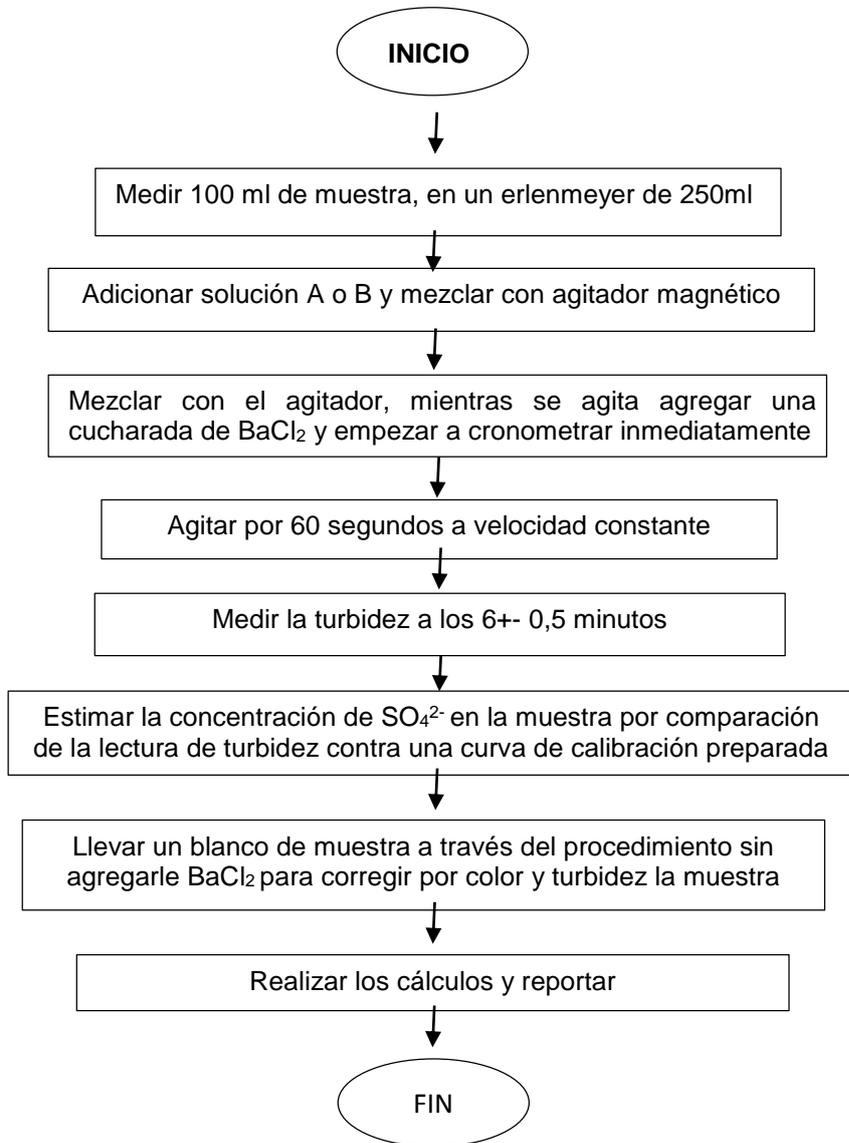
Nava G. 2011. Manual de métodos fisicoquímicos básicos para el análisis de aguas para consumo humano. Bogotá-Colombia: Programa de vigilancia por laboratorio de la calidad de agua para consumo humano-Instituto Nacional de Salud, INS. 100-102.

Standard methods for the Examination of Water and Wastewater 4500SO₄ E Metodo Turbidimétrico.

18. ANEXOS

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE SULFATOS (TURBIDIMETRIA) EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-35
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	31/08/2022
		PÁGINA	9 de 10

18.1. Diagrama de flujo para la determinación de Sulfatos.



	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE SULFATOS (TURBIDIMETRIA) EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-35
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	31/08/2022
		PÁGINA	10 de 10

18.2. Documentos asociados

Formato MI-GS-RG-378: Verificación de uso de elementos de protección.
 Formato MI-GS-RG-37: Control de Temperatura y Humedad.
 Formato MI-GS-RG-375: Entrega de residuos químicos para disposición final.
 Formato MI-GS-RG-110: Acta de toma de muestra de agua.
 Formatos MI-GS-RG-101: Preparación de reactivos.
 Formato MI-GS-RG-107: Valoración de reactivos.
 Formato MI-GS-RG-102: Verificación de balanza.
 Formato MI-GS-RG-102: Verificación de agua destilada.
 Formato MI-GS-RG-103: Verificación de conductividad.
 Formato MI-GS-RG-105: Verificación de turbidímetro.
 Formato MI-GS-RG-526: Hoja de trabajo.
 Formato MI-GS-RG-293: Informe de Análisis de la Calidad del Agua para Consumo Humano.
 Formato: MI-GS-RG-167: Informe de Análisis de la Calidad del Agua para Uso Recreativo y Estructuras Similares
 Instructivo de uso de equipos.
 Carta control.

19. CONTROL DE CAMBIOS

CONTROL DE CAMBIOS					
VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO	ELABORO	REVISO	APROBO
0	29/07/2022	Emisión inicial del documento	AURA VICTORIA BARRERA Profesional universitario Físico Químico Aguas SHIRLEY M CUCAITA Responsable Técnico Físico Químico Aguas, Alimentos y Bebidas Alcohólicas.	ALBA ROCIO ORDUZ A Líder Grupo LSP GERMAN MARIN C Director de Salud Integral DIEGO SANCHEZ BAEZ Coordinador Grupo de Apoyo a la Gestión y Calidad. CESAR ERNESTO SAENZ ARANDA Director de Planeación y Mejoramiento en Salud.	JAVIER ALONSO VILLAMIZAR SUAREZ Secretario de Salud de Santander