



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-16	Versión 01
Instructivo de Sulfatos SM: 4500-SO ² -A-E	Página 1 de 11	

1. OBJETIVO

Establecer el instructivo para la determinación de sulfatos en muestras de agua cruda y tratada en los laboratorios de la planta de tratamiento de agua de Serviuidad ESP.

2. ALCANCE Y RESPONSABLES

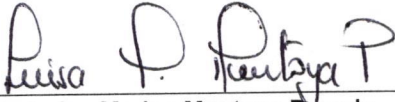
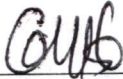
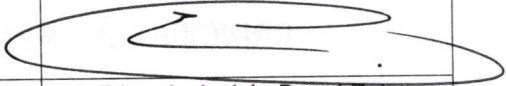
Este instructivo aplica para muestras de agua cruda y tratada en los laboratorios de la planta de tratamiento de agua de Serviuidad ESP.

La administración y control de este documento es responsabilidad del Técnico de Control de Calidad de Agua. Los ajustes del documento que surjan en el camino serán llevados a cabo por los laboratoristas químicos de agua, bajo la revisión del profesional de la planta de tratamiento. La ejecución de los ensayos será responsabilidad de los Laboratoristas Químicos de agua.

3. DEFINICIONES (No aplica)

4. GENERALIDADES

El sulfato (SO₂) está ampliamente distribuido en la naturaleza y puede estar presente en aguas naturales en concentraciones que van desde unos pocos hasta varios miles de miligramos por litro.

ELABORADO POR:	REVISADO POR:	APROBADO POR:
 Luisa Marina Montoya Posada Técnico de Calidad Fecha: 2024-01-29	 Genny Marcela Hurtado Giraldo Profesional Planta de Tratamiento Fecha: 2024-01-29	 Eduardo Andrés Brand Ruiz Subgerente Técnico y Operativo Fecha: 2024-01-30



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-16	Versión 01
Instructivo de Sulfatos SM: 4500-SO ²⁻ -A-E	Página 2 de 11	

Los desechos del drenaje de la mina pueden aportar grandes cantidades de SO₄²⁻ a través de la oxidación de pirita. El sulfato de sodio y magnesio ejercen una acción catártica.

4.1. SELECCIÓN DEL MÉTODO

El método de cromatografía iónica (SM:4110) y la electroforesis iónica capilar (CIE, ver la sección SM:4140) son adecuados para concentraciones de sulfato superiores a 0,1 mg/L. Los métodos gravimétricos (SM: 4500- SO₄²⁻ C y D) son adecuados para concentraciones superiores de 1 a 40 mg SO₄²⁻/L. El método turbidimétrico (SM: 4500- SO₄²⁻- E) es aplicable en el rango de 1 a 40 mg SO₄²⁻/L. Los métodos automatizados de azul de metiltimol (SM: 4500- SO₄²⁻ F y G) son los procedimientos para analizar un gran número de muestras solo para sulfato cuando el equipo está disponible; se pueden analizar más de 30 muestras por hora. Se prefieren los métodos SM: 4500- SO₄²⁻ C, D, F, G, sección SM:4110 o CIE (Sección SM:4140) para obtener resultados precisos.

En los laboratorios de la planta de tratamiento de Agua de Serviciudad, el método seleccionado para su uso, es el método nefelométrico SM: 4500- SO₄²⁻- E.

4.2. TOMA, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LAS MUESTRAS

Tome mínimo 250 mL de la muestra en recipiente limpio de plástico o vidrio. En presencia de materia orgánica, ciertas bacterias pueden reducir el SO₄²⁻ a S²⁻. Para evitar esto, almacene las muestras a 4°C. La muestra estable por 28 días.

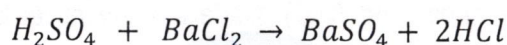
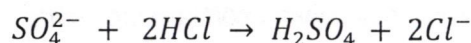
4.3. PRINCIPIO DEL MÉTODO

El ion sulfato (SO₄²⁻) se precipita en un medio de ácido acético con cloruro de bario (BaCl₂) para formar cristales de sulfato de bario (BaSO₄) de tamaño uniforme. La absorción de luz de



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-16	Versión 01
Instructivo de Sulfatos SM: 4500-SO ²⁻ -A-E	Página 3 de 11	

la suspensión de BaSO₄ se mide con un fotómetro y la concentración de SO₄²⁻ se determina comparando la lectura con una curva estándar.



4.4. INTERFERENCIAS

El color o la materia suspendida en grandes cantidades interferirán. Parte de la materia suspendida puede eliminarse por filtración. Si ambos son pequeños en comparación con la concentración de SO₄²⁻, corrija la interferencia como se indica en SM: 4500- SO₄²⁻-E.4d.

La sílice en exceso de 500 mg/L interferirá, y en aguas que contengan grandes cantidades de material orgánico puede que no sea posible precipitar BaSO₄ satisfactoriamente.

En las aguas potables no existen iones distintos al SO₄²⁻, que formarán compuestos insolubles con el bario en condiciones fuertemente ácidas. Hacer la determinación a temperatura ambiente; la variación en un rango de 10°C no causará un error apreciable.

Concentración mínima detectable: Aproximadamente 1 mg de SO₄²⁻/L.

4.5. CONTROL DE CALIDAD

Las prácticas de control de calidad (QC) y los criterios de aceptación se describen en las Secciones del estándar SM: 1020 y SM: 4020. La siguiente descripción aplica para el método de sulfatos.

- Demostración inicial de capacidad para cada analista (DIC)
- Estimación del límite de detección del método (LDM)
- Determinación del rango de trabajo



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-16	Versión 01
Instructivo de Sulfatos SM: 4500-SO ² -A-E	Página 4 de 11	

Esto debe ser tenido en cuenta antes de analizar cualquier muestra y al menos una vez al año a partir de entonces. Aplique el resto de estas medidas siempre que se analicen muestras. Si no se cumplen los criterios de aceptación, deténgase y corrija el problema.

Demostración inicial de la capacidad (DIC): Cada analista en el laboratorio debe realizarlo al menos una vez antes de analizar cualquier muestra para demostrar el dominio en la realización del método y la obtención de resultados aceptables para cada analito. La DIC también se usa para demostrar que las modificaciones de un laboratorio a un método producirán resultados tan precisos y exactos como los producidos por el método de referencia. Este procedimiento lo deberá realizar con la verificación del método o cada que se determine en el instructivo de aseguramiento de la calidad.

Como mínimo, incluya un blanco de reactivo y al menos cinco BFL en una concentración entre uno y cuatro veces el límite de reporte del método (MLR/LMR).

Límite de detección del método (LDM): Determinar el LDM con la verificación del método. Si reporta el nivel de detección del método (LDM), verificar el nivel "LDM" al menos trimestralmente mediante el análisis de muestras con el mismo nivel utilizado para determinar el nivel de detección del método (LDM) y asegúrese que los resultados son positivos. (El laboratorio reporta como mínima cantidad cuantificable el valor verificado del límite de reporte LRM).

Determinación del rango de trabajo (LRM): Con cada lote analítico, analice una muestra de agua de reactivo añadida a LRM y asegúrese de que cumpla con los criterios de aceptación de LRM (generalmente $\pm 50\%$). De lo contrario, vuelva a analizar los resultados completos del lote o del marcador para todas las muestras del lote. Si el LRM tiene un sesgo alto, las muestras no detectadas (ND) se pueden informar con indicadores si el método o la reglamentación lo permiten.

Blanco fortificado de laboratorio (BFL): Verifique la calibración de cada instrumento con cada lote analítico. Con una calculadora, una hoja de cálculo electrónica o un software de instrumento, calcule la pendiente, la intersección y el coeficiente de correlación (r) o el coeficiente de determinación (r^2) de la curva de calibración. El valor r debe ser al menos 0,995 ($r^2 \geq 0,99$). Calcule hacia atrás las concentraciones aparentes de los estándares del mismo lote usado para la curva original y



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-16	Versión 01
Instructivo de Sulfatos SM: 4500-SO ²⁻ -A-E	Página 5 de 11	

seleccione al menos 4 puntos de las concentraciones de la curva. Para estándares > 10 veces el LDM, los valores medidos deben ser del 90 al 110% de los valores reales.

Blanco fortificado de laboratorio Segunda Fuente / Estándar de verificación de calibración (EVC y/o BFLs): Prepare un estándar de verificación de calibración (EVC y/o BFLs) a partir de una solución madre preparada de un lote diferente al utilizado para los estándares de calibración (segunda fuente). Por cada lote de muestras verifique la calibración analizando un estándar cuya concentración de SO₄²⁻ del EVC's y/o BFLs debe estar entre el 30 al 70% del estándar de calibración más alta. Ejecute el BFLs inmediatamente después de la calibración; el resultado debe ser del 90 al 110% del valor esperado. Los resultados deben estar dentro de las desviaciones permisibles (debe ser del 90 al 110% del valor esperado) de igual manera de los valores de la calibración inicial o de los valores o puntos específicos en la curva de calibración. Si el valor está fuera de control, tome medidas correctivas que incluyan un nuevo análisis de cualquier muestra analizada desde el último control aceptable.

Blanco Reactivo / Muestra Blanco (MB): Un blanco reactivo (muestra en blanco - MB) consiste en agua de reactivo (sección SM: 1080) y todos los reactivos (incluidos los conservantes) que normalmente están en contacto con una muestra durante todo el procedimiento analítico. El blanco de reactivo se usa para determinar si los reactivos y preparativos de los pasos analíticos contribuyen a la incertidumbre de medición y de qué manera. Como mínimo, incluya un blanco de reactivo con cada 10 muestras y después de la última. Evalúe el resultado del reactivo inmediatamente después del EVC/BFLs para verificar si hay contaminación; si los niveles de contaminación son inaceptables, identifique y elimine la fuente. El resultado positivo de la muestra es sospechoso si los analitos en el blanco del reactivo son > 1/2 LRM. La lectura del blanco (BC/MB) debe ser el nivel mínimo de reporte (LRM).

Matriz Fortificada de Laboratorio (MFL): Una matriz fortificada de laboratorio (MFL) es una porción adicional de muestra a la que se agrega una cantidad conocida de los analitos de interés antes de la preparación de la muestra.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-16	Versión 01
Instructivo de Sulfatos SM: 4500-SO ²⁻ -A-E	Página 6 de 11	

El MFL se usa para evaluar el porcentaje de recuperación del analito en una matriz de muestra. Si un MFL es factible y el método no especifica los requisitos de frecuencia de MFL, incluya al menos un MFL con cada lote de muestras. Agregue una concentración que sea al menos 10 x LR menor o igual que el punto medio de la curva de calibración, o el nivel especificado del método para la (s) muestra (s) seleccionada (s). El analista debe usar la misma concentración que para el BFL, para permitir que los analistas separen el efecto de la matriz del rendimiento del laboratorio. Prepare MFL de la misma fuente de referencia utilizada para BFL.

Duplicado de muestra / matrices fortificadas de laboratorio por duplicado: Las muestras duplicadas se analizan para estimar la precisión. Un duplicado MFL es una segunda porción de la muestra descrita en SM:4020B.7 a la que se agrega una cantidad conocida del analito (s) de interés antes de la preparación de la muestra. Si se recolecta suficiente volumen de muestra, a esta segunda porción de muestra recolecta se agrega y procesa de la misma manera que el MFL. Como mínimo, incluya una muestra duplicada o un duplicado MFL con cada lote de muestras o con base en el 5%, el que sea más frecuente, y procesarlo independientemente a través de la preparación y el análisis de la muestra completa. Evalúe el resultado duplicado de MFL para precisión y exactitud (precisión solo para muestras duplicadas).

Nota: Los resultados de los controles de calidad deben graficarse en el formato STLABFO-16 "Gráficos de control".

Precisión y sesgo: Con un turbidímetro HACH 2100A, en un solo laboratorio con una muestra que tiene una media de 7,45 mg SO₄²⁻/L, se obtuvo una desviación estándar de 0,13 mg/L y un coeficiente de variación de 1,7%. Dos muestras dosificadas con sulfato dieron recuperaciones de 85 y 91%.

4.6. SEGURIDAD LABORAL

Utilizar los implementos de seguridad, de acuerdo con lo señalado en el Manual de Higiene y Seguridad Laboral STMH-01 (Bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad, máscara



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-16	Versión 01
Instructivo de Sulfatos SM: 4500-SO ²⁻ -A-E	Página 7 de 11	

con filtro mixto de vapores ácidos y orgánicos, guantes de caucho) de acuerdo a la actividad realizada. Se realiza recolección de residuos en recipiente plástico y se rotula para recolección y disposición final con empresa externa.

4.7. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

4.7.1 EQUIPOS

- a) **Agitador magnético:** Utilice una velocidad de agitación constante. Es conveniente incorporar una resistencia fija en serie con el motor que acciona el agitador magnético para regular la velocidad de agitación. Utilice imanes de forma y tamaño idénticos. La velocidad exacta de agitación no es crítica, pero manténgala constante para cada corrida de muestras y estándares y ajústelo para evitar salpicaduras.
- b) **Fotómetro:** Se requiere uno de los siguientes, preferiblemente en el orden dado:
 - Nefelómetro.
 - Espectrofotómetro, para uso a 420 nm, que proporciona una luz recorrida de 2,5 a 10 cm.
 - Fotómetro de filtro, equipado con un filtro violeta que tiene una transmitancia máxima cercana a los 420 nm y proporciona un camino de luz de 2,5 a 10 cm.
- c) Cronómetro o temporizador eléctrico.
- d) Cuchara dosificadora con capacidad 0,2 a 0,3mL.

4.7.2 REACTIVOS

Solución tampón A: Disolver 30 g de cloruro de magnesio $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, 5 g de acetato de sodio $CH_3COONa \cdot 3H_2O$, 1g de nitrato de potasio KNO_3 y 20mL de ácido acético CH_3COOH (99%), en 500mL de agua destilada y completar a 1000mL.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-16	Versión 01
Instructivo de Sulfatos SM: 4500-SO ²⁻ -A-E	Página 8 de 11	

Solución tampón B (necesaria cuando la concentración de SO₄²⁻ de la muestra es inferior a 10mg/L): disuelva 30g de MgCl₂.6H₂O, 5g de CH₃COONa.3H₂O, 1g de KNO₃, 0,111g de sulfato de sodio, Na₂SO₄ y 20mL de ácido acético (99%) en 500mL de agua destilada y completar hasta 1000mL.

Cloruro de bario (BaCl₂), cristales, malla 20 a 30: En la estandarización, se produce una turbidez uniforme con este rango de malla y el tampón apropiado.

Solución estándar de sulfato: Prepare una solución estándar Prepare una solución estándar de sulfato como se describe en 1) o 2) a continuación: 1mL = 100 µg SO₄²⁻.

1) Diluya 10,4mL del estándar 0,0200 H₂SO₄ titulador especificado en Alcalinidad, Sección SM: 2320B.3c, a 100mL con agua destilada.

2) Disolver 0,1479 g de Na₂SO₄ anhidro en agua destilada y diluir hasta 1000mL.

4.7.3 MATERIALES

Se requiere usar material de vidrio limpio, beaker o Erlenmeyer de 250mL, pipetas volumétricas y celdas de vidrio.

5. DESARROLLO

a. **Formación de turbidez de sulfato de bario:** Mida 100 mL de muestra, o una porción adecuada hasta 100 mL, en un matraz Erlenmeyer o beaker de 250 mL. Agregue 20 mL de solución tampón y mezcle en un aparato de agitación. Mientras agita, agregue una cucharada de cristales de BaCl₂ y comience a medir el tiempo de inmediatamente. Agitar durante 60 ± 2 s a velocidad constante.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-16	Versión 01
Instructivo de Sulfatos SM: 4500-SO ²⁻ -A-E	Página 9 de 11	

b. **Medición de la turbidez del sulfato de bario:** Después de que haya terminado el período de agitación, vierta la solución en la celda de absorción del fotómetro y mida la turbidez a los $5 \pm 0,5$ min.

c. **Preparación de la curva de calibración:** Calcule la concentración de SO_4^{2-} en la muestra comparando la lectura de turbidez con una curva de calibración preparada utilizando estándares de SO_4^{2-} durante todo el procedimiento. Espacie los estándares en incrementos de 5 mg/L en el rango de 0 a 40 mg/L de SO_4^{2-} . Por encima de 40 mg/L la precisión disminuye y las suspensiones de BaSO_4 pierden estabilidad. Verifique la confiabilidad de la curva de calibración ejecutando un estándar con cada tres o cuatro muestras.

En la tabla 1 se relacionan las concentraciones sugeridas para la preparación de la curva de calibración y los volúmenes que se deberán tomar para cada una de las concentraciones de 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35 y 40 mg SO_4^{2-} /L, partiendo del estándar 100 mg SO_4^{2-} /L y llevando hasta 100 mL con agua destilada para ser procesadas de la misma manera que las muestras.

Tabla 1. Preparación estándares curva de calibración

Estándar No.	Volumen (mL) estándar 100 mg SO_4^{2-} /L	Concentración mg SO_4^{2-} /L	Volumen final (mL)
1	5	5	100
2	10	10	
3	15	15	
4	20	20	
5	25	25	
6	30	30	
7	35	35	
8	40	40	

Nota 1: El rango de trabajo se establecerá de acuerdo a los resultados de la verificación del método.

Nota 2: Tener presente que, si se va a preparar la curva de calibración desde una estándar de mayor o menor concentración se deberán recalcular los volúmenes necesarios para las concentraciones de cada estándar de la curva.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-16	Versión 01
Instructivo de Sulfatos SM: 4500-SO ²⁻ -A-E	Página 10 de 11	

d. **Corrección del color y la turbidez de la muestra:** Corrija el color y la turbidez de la muestra ejecutando blancos a los que no se les ha agregado el BaCl₂.

5.1. CÁLCULOS Y EXPRESION RESULTADOS

Si se utilizó la solución tampón A, determine la concentración de SO₄²⁻ directamente de la curva de calibración después de restar la absorbancia de la muestra antes de agregar BaCl₂.

Si se usó la solución tampón B, reste la lectura de la turbiedad de la muestra con BaCl₂ a la lectura de la turbiedad inicial o del blanco, así como se muestra en la ecuación.

$$mg SO_4^{2-} / L = \frac{(NTU_f - NTU_i) - \text{intercepto}}{\text{pendiente de la curva}} \times FD$$

Donde:

NTU_f = Turbiedad final

NTU_i = Turbiedad inicial

Intercepto = Intercepto de la ecuación de la curva

FD = Factor de dilución

Efectúe el cálculo de las concentraciones de sulfato y escriba los resultados de los análisis en el formato STLABFO-29 "Registro de Resultados Primarios"

6. REGISTROS

STLABFO-16 "Gráficos de control"

STLABFO-14 "Estandarización de Soluciones"

STLABFO-29 "Registro de Resultados Primarios"



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-16	Versión 01
Instructivo de Sulfatos SM: 4500-SO ² -A-E	Página 11 de 11	

7. ANEXOS

7.1. REFERENCIAS

Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association. Version vigente. Washington, DC.

NTC-ISO/IEC 17025 Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibración.