

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA – GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0095		Fecha: 01/06/2007	Versión: 03
SULFATOS EN AGUA POR EL MÉTODO NEFELOMÉTRICO				

TÍTULO: SULFATOS EN AGUA POR EL METODO NEFELOMÉTRICO

CÓDIGO: TP0095

VERSIÓN: 03

FECHA ÚLTIMA REVISIÓN: 01/06/2007

COPIA N°: _____

ELABORADO POR: _____
 ROCIO DEL PILAR BOJACA
 QUÍMICA U.N.

REVISADO POR: _____
 ANA MARIA HERNANDEZ
 OFICIAL DE CALIDAD

APROBADO POR: _____
 MARTA ELENA DUQUE SOLANO
 COORDINADORA GLCA

Este documento debe ser revisado y validado cada 2 años

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA – GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0095		Fecha: 01/06/2007	Versión: 03
SULFATOS EN AGUA POR EL MÉTODO NEFELOMÉTRICO				

DETERMINACIÓN DE SULFATOS POR EL MÉTODO NEFELOMÉTRICO

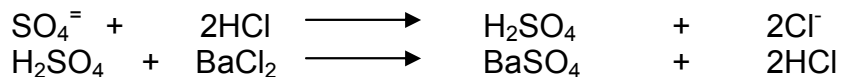
1. INTRODUCCIÓN

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.

Como los sulfatos de sodio y de magnesio tienen un efecto purgante, especialmente entre los niños, se recomienda un límite superior en aguas potables de 250 mg/L de sulfatos. El contenido es también importante, porque las aguas con alto contenido de sulfatos tienden a formar incrustaciones en las calderas y en los intercambiadores de calor.

El ion SO_4^{2-} forma una suspensión 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 dispersión de luz de la suspensión de BaSO_4 con un turbidímetro, y la concentración de SO_4^{2-} se determina por comparación de la lectura contra una curva estándar.

Reacción:



El intervalo de aplicación de este método va de 3 a 40 mg SO_4^{2-} /L. Para muestras con concentraciones superiores, use una alícuota que contenga menos de 40 mg SO_4^{2-} /L.

Este método es aplicable a aguas potables, lluvia, superficiales, y efluentes domésticos e industriales.

2. DEFINICIONES

mg SO_4^{2-} /L = miligramos de sulfato por litro.

NTUi = Turbiedad leída tras adición de Buffer

NTUf = Turbiedad leída tras adición de BaCl_2

μm = micrometros

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA – GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0095		Fecha: 01/06/2007	Versión: 03
SULFATOS EN AGUA POR EL MÉTODO NEFELOMÉTRICO				

3. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

Debido a que esta metodología de análisis involucra reactivos clasificados como nocivo, corrosivo, inflamable, comburente, se hace necesario la utilización de implementos de seguridad básicos (bata, zapatos antideslizantes, gafas y guantes) y respirador con cartuchos protectores para vapores ácidos y protector contra polvo.

Como precaución se debe tener cuidado de estar alejado de fuentes de calor y lavarse las manos después de realizar el análisis.

Adicionalmente, se hace necesario seguir las recomendaciones para desarrollar las actividades en el Laboratorio. Ver Instructivo General de Seguridad y Salud ocupacional AI0174, Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio TC0165, hojas de seguridad de los reactivos utilizados en esta técnica, que reposan en los AZ, en el mueble de la entrada en el área de recepción de muestras. Estas hojas de seguridad también las encuentra al final de este PSO, en el puesto de trabajo.

4. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

4.1 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 .

4.2 La sílice en cantidad superior a 500 mg/L interfiere. Realizar dilución o muestra adicionada para observar la interferencia por matriz.

4.3 En aguas con grandes cantidades de materia orgánica puede ser imposible precipitar el BaSO_4 satisfactoriamente. Diluir o adicionar muestra para observar interferencia por matriz.

4.4 En aguas potables no hay otros iones diferentes del SO_4^{2-} que formen compuestos insolubles con bario bajo condiciones fuertemente ácidas.

4.5 En presencia de materia orgánica algunas bacterias reducen el SO_4^{2-} a S^{2-} , lo que se evita por refrigeración de la muestra.

4.6 Hacer las determinaciones a temperatura ambiente; variaciones de temperatura en un intervalo de 10°C no causa un error apreciable. Tener en cuenta que la muestra no esté muy fría, esto causa nubosidad en la celda en el momento de la lectura.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA – GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0095		Fecha: 01/06/2007	Versión: 03
SULFATOS EN AGUA POR EL MÉTODO NEFELOMÉTRICO				

5. RESULTADOS DE LA VALIDACIÓN DEL MÉTODO

NOMBRE DEL METODO:		Determinación de Sulfato en aguas por Turbidimetría	
CÓDIGO DEL PSO:		PT0095	
FECHA DEL INFORME DE ESTANDARIZACIÓN:		29/04/2005	
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LIMITE DE DETECCION	3,0	mg SO ₄ /L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISION EN TÉRMINOS DE %CV	3.6	%	Std bajo 5.0 mg SO ₄ /L
	3.3	%	Std alto 30.0 mg SO ₄ /L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	-8.3	%	Std bajo 5.0 mg SO ₄ /L
	-5.0	%	Std alto 30.0 mg SO ₄ /L
	---	%	No se disponía de patrón certificado.
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	3.0 - 40.0	mg SO ₄ /L	Sin dilución de la muestra.
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL METODO	3.0 - 4000	mg SO ₄ /L	Para una dilución de cien veces.
RECUPERACION EXPRESADO COMO %	88.2	%	Adicionado bajo 5.0 mg SO ₄ /L.
	76.2	%	Adicionado alto 15.0 mg SO ₄ /L.

6. TOMA Y PRESERVACIÓN DE MUESTRAS

Para realizar el análisis de sulfatos debe recogerse una alícuota de al menos 250 mL de muestra, ya que es necesario leer un duplicado como se indica en el procedimiento TP0100. La muestra puede tomarse en recipiente plástico o de vidrio y debe ser preservada mediante refrigeración a 4°C. El análisis debe ser realizado dentro de los 28 días posteriores a la toma de la muestra. Se puede tomar muestra de la recibida para fósforo soluble siempre y cuando la alícuota sea suficiente para los dos analitos.

Filtre la muestra utilizando filtro de membrana de acetato de celulosa de 0.45 µm antes de realizar el análisis.

7. APARATOS, REACTIVOS Y MATERIALES

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA – GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0095		Fecha: 01/06/2007	Versión: 03
SULFATOS EN AGUA POR EL MÉTODO NEFELOMÉTRICO				

7.1 Aparatos

- 7.1.1 Agitador magnético con control de velocidad. Emplee una velocidad de agitación constante que evite salpicaduras; la velocidad exacta de agitación no es crítica, pero debe mantenerse constante para cada grupo de muestras y estándares. Use barras agitadoras de forma y tamaño idénticos.
- 7.1.2. Turbidímetro digital. Marca Orbeco-Hellige. Modelo 965-10. Siga el instructivo para el manejo del turbidímetro TI0381
- 7.1.3. Cronómetro o temporizador digital.

7.2 Reactivos

- 7.2.1. Solución tampón: Disuelva 30 g de cloruro de magnesio r.a., cristales, $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, 5 g de acetato de sodio r.a., $CH_3COONa \cdot 3H_2O$, 1,0 g de nitrato de potasio, KNO_3 r.a., y 20 mL de ácido acético glacial, CH_3COOH en 500 mL de agua destilada y diluir a 1000 mL. Prepare la cantidad suficiente de solución, almacene a temperatura ambiente en frasco rotulado.
- 7.2.2. Cloruro de bario R.A., $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ Merck o de una calidad similar.
- 7.2.3. Solución estándar de sulfato de 1,00 mL = 1000 $\mu g SO_4^{2-}$: Secar de 2 a 3 g de Na_2SO_4 estándar a 105 °C durante dos horas y enfriar en desecador, pesar y disolver 1,4841 g de Na_2SO_4 anhidro R.A. en agua desionizada y diluya a 1000 mL en balón aforado clase "A". Almacene esta solución en frasco rotulado y refrigere en la nevera de almacenamiento de reactivos.
- 7.2.4. Diluya 100 mL de Na_2SO_4 trazable (1000 mg SO_4/L) o del estándar preparado en el punto anterior en agua desionizada y afore a 1000 mL en balón aforado clase "A". 1,00 mL = 100 $\mu g SO_4^{2-}$. Almacene esta solución en frasco rotulado y refrigere en la nevera de almacenamiento de reactivos.

7.3 Materiales

- 7.3.1 Dos (2) balón aforado, clase "A" de 500 mL.
- 7.3.2 Dos (2) balón aforado, clase "A" de 1000 mL.
- 7.3.3 Un (1) balón aforado de 2000 mL.
- 7.3.4 Pipetas aforadas, clase "A", de 25 mL, 5 mL, 10 mL.
- 7.3.5 Un (1) vaso de precipitados de 250 mL.
- 7.3.6 Una (1) pipeta pasteur.
- 7.3.7 Una (1) varilla de vidrio.
- 7.3.8 Una (1) barra agitadora.
- 7.3.9 Una (1) probeta de 100 mL.

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA – GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0095		Fecha: 01/06/2007	Versión: 03
SULFATOS EN AGUA POR EL MÉTODO NEFELOMÉTRICO				

7.3.10 Dos (2) celdas redondas de vidrio de 2,5 cm de paso (para trabajar con el turbidímetro).

7.3.11 Cuchara medidora, con capacidad de 0,2 a 0,3 mL.

7.3.12 Erlemenyer de 250 mL. La cantidad varía de acuerdo con el número de análisis que se vaya a realizar.

8. PROCEDIMIENTO DE LIMPIEZA DE VIDRIERÍA

Los materiales utilizados en el análisis de sulfatos deben seguir el procedimiento de lavado de material TP0125 en lo concerniente al lavado con ácido nítrico.

Las celdas de vidrio se deben someter por dentro y fuera a un lavado completo con jabón de laboratorio y enjuagues múltiples con agua desionizada y no dejarlas secar para evitar incrustaciones. Evitar rayar las celdas.

9. PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES

A partir de la solución patrón de sulfatos de 1000 mgSO₄/L y de 100 mgSO₄/L, tome las alícuotas que se señalan en la tabla 1., y diluya al volumen correspondiente.

Estándar de calibración y/o control (mg SO ₄ /L)	Alícuota de estándar de 1000 mg SO ₄ /L (mL)	Alícuota de estándar de 100 mg SO ₄ /L (mL)	Volumen de estándar preparado (mL)
3,00 Curva		15,0	500
5,00 Control		25,0	500
10,0 Curva	5.00		500
20,0 Curva	5.00		250
30,0 Control	15.0		500
40,0 Curva	10.0		250

Tabla1. Especificaciones de preparación de estándares de calibración y de control.

10. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

10.1 Tome 100 mL de alícuota de las muestras, blanco de reactivo y estándares de control, los cuales deben encontrarse a temperatura ambiente.

10.2 Adicione 20 mL de solución buffer A, con pipeta aforada a cada muestra, blanco de reactivo y estándar de control.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA – GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0095		Fecha: 01/06/2007	Versión: 03
SULFATOS EN AGUA POR EL MÉTODO NEFELOMÉTRICO				

- 10.3 Coloque la barra agitadora en el blanco de reactivo, permitiendo que se homogenice la solución.
Adicione el blanco de reactivos a la celda perfectamente limpia y escurrida. Consulte el Instructivo para el Manejo del Turbidímetro Orbeco Hellige TI0381.
- 10.4 Realice la lectura inicial en el turbidímetro y devuelva al erlenmeyer la porción utilizada en el turbidímetro Orbeco Hellige, registre la lectura en el formato de TF0349 Formato de Captura de datos – Turbidimetría (Espacio Lectura Inicial).
- 10.5 Lea el tiempo en el cronómetro en el instante de adición del Cloruro de Bario.
- 10.6 Adicione una cucharada de cristales de $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ 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.
- 10.7 Retire el vaso que contiene la muestra del agitador magnético y deje en reposo durante 5 minutos +/- 30 segundos.
- 10.8 Purgue la celda varias veces con la suspensión obtenida y realice la medición.
- 10.9 Registre los datos de turbidez final tras adición de $BaCl_2$ y maduración del precipitado en el formato de TF0349 Formato de Captura de datos – Turbidimetría (Campo Lectura Final)

Nota: El procedimiento se describió para el tratamiento que se realiza a una muestra, pero de acuerdo a la pericia del analista se puede leer simultáneamente varias muestras, garantizando en todo momento que se cumpla con los tiempos requeridos descritos en los numerales 10.6 y 10.7.

Si la turbiedad de la muestra corresponde a un valor superior al registrado para una concentración de 40 mg SO_4/L en la curva de calibración, es necesario diluir la muestra original y repetir todo el proceso de análisis. Para concentraciones entre 48 y 70, diluir 50 a 100, para concentraciones entre 70 y 150 diluir 25 a 100, para concentraciones mayores, diluir evitando que la turbiedad final tras la adición de cloruro de bario sea inferior a 100.

11. PROCESAMIENTO DE DATOS Y CÁLCULO DE RESULTADOS

11.1 Realice los cálculos de acuerdo a la ecuación obtenida así:

$\text{mgSO}_4/L = (((NTU_f - NTU_i) - \text{Intercepto}) / \text{Pendiente de la curva}) * FD$

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA – GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0095		Fecha: 01/06/2007	Versión: 03
SULFATOS EN AGUA POR EL MÉTODO NEFELOMÉTRICO				

Donde:

NTU_f = Turbiedad final

NTU_i = Turbiedad inicial

Intercepto: Intercepto con el eje de las ordenadas

FD = Factor de Dilución

11.2 Efectúe el cálculo de las concentraciones de sulfato y escriba los resultados de los análisis en el formato TF0349.

11.3 Registre en las cartas de control de Sulfatos, los valores obtenidos con la lectura de los estándares y localícelos en las gráficas de las concentraciones analizadas

11.4 Escriba el comentario del comportamiento de los estándares en las cartas de control en el formato de captura de datos.

11.5 Entregue el formato al líder de fisicoquímica

11.6 Deseche las muestras y estándares analizados en la caneca para residuos fisicoquímicos destinada para sulfatos, dureza, nitrógeno orgánico y nitrógeno amoniacal.

11.7 Enjuague el material y entréguelo a lavado diligenciando el formato de control de solicitud de lavado de material TF0042.

12. CONTROL DE CALIDAD Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Los resultados son diligenciados en el formato TF0349 correspondiente a captura de datos turbidimetría y debe ser entregado al líder del grupo de análisis fisicoquímicos. Reportar los análisis con dos cifras significativas.

En forma paralela, con cada grupo o lote de muestras, es necesario procesar en un mismo día, un estándar de 5.0 y 30.0 mg de SO₄/L. Registre los resultados en la CARTA DE CONTROL del método.

Verifique los estándares de control, si el resultado analítico cae fuera de los límites de control normales, deben revisarse los estándares de calibración, los reactivos y material de vidrio. El análisis solo se puede reanudar cuando se corrija el problema. Por cada lote de 20 muestras o menos es necesario leer un duplicado y dos estándares, uno bajo y uno alto.

Los duplicados evalúan la limpieza del material de vidrio y la replicabilidad del método. El porcentaje de la diferencia entre los duplicados no debe ser mayor al 10%, si la variación excede este límite, debe repetirse el análisis.

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA – GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0095		Fecha: 01/06/2007	Versión: 03
SULFATOS EN AGUA POR EL MÉTODO NEFELOMÉTRICO				

13. BIBLIOGRAFIA

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. *American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation*. 21ed. United States of America, 2005
- Environmental Protection Agency. *Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes*. Cincinnati. United States. , 1983.
- RODIER, J. *Análisis de Aguas: aguas naturales, aguas residuales, agua de mar*. Omega, Barcelona, 1981.
- SAWYER, C.; McCARTY, P. *Chemistry for Environmental Engineering*. McGraw Hill, New York, 1996
- GARAY, J.; PANIZZO, L.; LESMES, L.; RAMIREZ, G.; SANCHEZ, J. *Manual de Técnicas Analíticas de Parámetros Físico-Químicos y Contaminantes Marinos*. Centro de Investigaciones Oceanográficas e Hidrográficas. Cartagena, 1993