



MÉTODO ANALÍTICO SULFATO: TURBIDIMÉTRICO, SM 4500-SO₄²⁻ E.

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá

| | |
|------------------------------------------|-------------------------------|
| Código: D-7.2-27 | Versión: 12 |
| Revisó: Subdirector de Planeación y O.T. | Aprobó: Director General (E). |
| Fecha: 09 de Julio de 2025 | Fecha: 09 de Julio de 2025 |
| Resolución: 100-03-10-23-1338-2025 | Páginas: 1 de 6 |

1. DESCRIPCIÓN

El ión sulfato 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.

2. ALCANCE

La determinación de sulfatos en aguas mediante técnica turbidimétrica y lectura en espectrofotómetro de UV-Visible, de acuerdo a la experimentación base de la validación correspondiente, es aplicable para las matrices: Superficial, Subterránea, Potable y Residual, en concentraciones a partir del MRL (definido experimentalmente) en adelante, teniendo en cuenta como rango de trabajo lineal concentraciones entre 6 mg/L y 40 mg/L.

3. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

3.1. Principio

El ión sulfato 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 sulfato se determina por comparación de lectura contra una curva estándar. El intervalo de aplicación para este método es de 1 a 40 mg SO₄/L, para muestras de concentraciones superiores se toma una alícuota que contenga menos de 40 mg SO₄/L. Este método es aplicable a aguas potables, superficiales, subterráneas y efluentes domésticos e industriales.

3.2. Interferencias

El color o la materia suspendida en grandes cantidades pueden interferir. La materia suspendida se puede eliminar mediante filtración. Si la absorbancia de la muestra antes de agregar $BaCl_2$ es menor en respuesta que la concentración estándar más baja, corrija la interferencia corriendo blancos de las muestras a las cuales no se le ha adicionado el $BaCl_2$. En aguas potables, no hay iones aparte de SO₄²⁻ que formen compuestos insolubles con bario en condiciones fuertemente

ácidas. Realice la determinación a temperatura ambiente; una variación en un rango de 10 °C no causa un error apreciable.

4. TOMA DE MUESTRA Y ALMACENAMIENTO

Las muestras pueden guardarse en recipientes de plástico o vidrio y el volumen de muestra mínimo es de 200 mL, refrigerar y almacenar no más de 28 días.

5. MATERIALES Y EQUIPOS

- Espectrofotómetro, celda de lectura de 1 cm.
- Vidriería volumétrica en general.
- Agitador magnético y magnetos.
- pHmetro.
- Balanza analítica.
- Cronómetro o temporizador eléctrico.
- Cuchara medidora, capacidad de 0.2 a 0.3 mL.

6. REACTIVOS

- Agua Destilada, filtrada bajo filtros de arena y carbón activado, clorada, regulada con permanganato de potasio y desionizada.
- Solución tampón: Disolver 30 g de cloruro de magnesio hexahidratado $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, 5 g de acetato de sodio trihidrato $CH_3COONa \cdot 3H_2O$, 1 g de nitrato de potasio KNO_3 y 20 mL de ácido acético glacial $CH_3COOH(99\%)$ en 500 ml de agua destilada y llevar a 1000 mL en balón aforado.
- Solución estándar de sulfato (100 mg SO_4/L): disolver 0.1479 g de sulfato de sodio anhidro Na_2SO_4 en 500 mL de agua destilada y llevar a 1000 mL en balón aforado.
- Cloruro de bario ($BaCl_2$): Cristales de cloruro de bario ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$) tamizados a 850 a 600 μm . Para preparar en el laboratorio, esparza los cristales sobre una placa de reloj grande, desecar durante 24 horas, y almacene en un recipiente limpio y seco.

7. PROCEDIMIENTO

a. Preparación de la curva de calibración:

| | | |
|-----------------------------------------------------|-------------|----------------|
| Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá | | |
| D-7.2-27 | Versión: 12 | Página: 2 de 6 |

Prepare los estándares partiendo del MRL seguido de incrementos de 5 mg/L para un rango comprendido entre 0-40 mg/L de SO_4^{2-} .

Se recomienda el desarrollo de la curva a partir del estándar de 100 mg/L, los patrones son llevados a un volumen final de 100 mL.

Tabla 1. Preparación de estándares para curva de calibración.

| Estándares (mg/L) | Volumen en mL de estándar de 100 mg/L |
|--------------------------------|---------------------------------------|
| 0 | 0 |
| MRL (Límite de cuantificación) | Volumen correspondiente al MRL |
| 15 | 15 |
| 20 | 20 |
| 25 | 25 |
| 30 | 30 |
| 35 | 35 |
| 40 | 40 |

b. Medición de la muestra:

- Mida con una probeta 100 mL de muestra anteriormente filtrada, o una porción adecuada diluida a 100 mL, y depositelo en un Erlenmeyer de 250 mL.
- Agregue 20 mL de solución tampón y mezcle en el agitador magnético.
- Haga lectura de la absorbancia y anotela en la captura de datos espectrofotometría R-7.4-05 en el apartado ABS-Blanco correspondiente a la muestra a analizar, de esta forma se corrige la interferencia debida al color y la turbidez de la muestra.

Nota: No elimine la porción de la muestra que se encuentra en la celda, devuélvala al recipiente, y continúe el procedimiento.

- En agitación, agregue una cucharada de cristales de BaCl_2 y comience a medir el tiempo de inmediato. Agite durante 60 ± 2 s a velocidad constante.
- Despues de que haya terminado el período de agitación, vierta la solución en la celda y mida a los 5 ± 0.5 minutos a una longitud de onda de 420nm.

8. CÁLCULOS Y RESULTADOS

Se interpolan los datos en la curva de calibración para obtener los resultados, teniendo en cuenta que la curva debe ser desarrollada de 0 a 40 mg/L.

Calcule la concentración de las muestras analizadas a partir de la siguiente ecuación:

$$mg\ SO_4^{2-}/L = \frac{(ABS_m - ABS_{Bk}) - intercepto}{pendiente} \times FD$$

Dónde:

ABS_m = Absorbancia de la muestra

ABS_{Bk} = Absorbancia de blanco

FD = Factor de Dilución de la muestra

9. SEGUIMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD

Por cada lote de máximo 20 muestras analizadas, ejecute los siguientes controles de calidad:

- Analizar un blanco de reactivo. Realizar una corrección del mismo si su resultado es $\geq 0,5$ MRL.
- Analizar un estándar igual al MRL, que cumpla con un % de error $\pm 30\%$, preparado a partir del estándar primario con el que se realizó la curva de calibración.
- Analizar un estándar correspondiente al punto medio de la curva, preparado a partir de una segunda fuente. % de error aceptado, 10%.
- Analizar un estándar correspondiente al 90% de la curva. % de error aceptado, 10%.
- Analizar una muestra por duplicado, con un RPD $\leq 20\%$.
- Analizar una muestra enriquecida por duplicado, con un RPD $\leq 20\%$ y un % de recuperación entre 80-120%.
- Se debe realizar curva nueva cada vez que los estándares de control y seguimiento estén por fuera del límite establecido o cada vez que el analista lo considere necesario.
- Cada vez que realice curva de calibración, compare cada punto de calibración con la curva y vuelva a calcular su concentración, teniendo en cuenta los siguientes criterios de aceptación:

- ✓ Hasta el doble del MRL, \pm 50% de error aceptado.
- ✓ Entre 3 y 5 veces el MRL, \pm 20% de error aceptado.
- ✓ Más de 5 veces el MRL, \pm 10% de error aceptado.

10. MANTENIMIENTO

Se debe llevar un buen control del tiempo de agitación y reposo en cada lectura de muestra. Celdas en óptimo estado y espectro calibrado.

11. BIBLIOGRAFÍA

American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. In: Lipps Wc, Braunt-Howland Eb, Baxter Te. Eds. Standard Methods For The Examination Of Water And Wastewater, 24th Ed. Washington Dc: APHA PRESS;2023. SM 4500-SO₄ 2- E.

12. CONTROL DE CAMBIOS

| Fecha | Resolución | Versión | Detalle |
|------------|-------------------|---------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 12/10/2010 | 300-03-10-23-1426 | 01 | Aprobación inicial con código y nombre D-5.4-66: MÉTODO ANALÍTICO TURBIDIMÉTRICO PARA SULFATOS. |
| 25/06/2011 | 300-03-10-23-0686 | 02 | Se cambió el nombre del documento y en el ítem de bibliografía se modificó el dato del "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 20 ed., New York, 1999" por la de "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. APHA – AWWA – WEF. 21 ed. 2005". Sulfato: Turbidimétrico, SM 4500-SO ₄ 2- E. |
| 10/04/2014 | 300-03-10-23-0523 | 03 | Actualización en la Bibliografía (Punto 12) de la edición de 21° a 22° del Standard Methods. |
| 04/05/2016 | 300-03-10-23-0486 | 04 | Se incluye lo siguiente en el procedimiento: el uso del timer como herramienta de medición del tiempo de agitación, la muestra debe pasar los 5 minutos de reposo dentro de la celda de lectura, se especifica que el tamaño de la celda de lectura es de 1 cm. |
| 09/06/2016 | 300-03-10-23-0649 | 05 | Se elimina Skoog como referencia bibliográfica. Se incluye el LC en la curva de calibración. |
| 05/10/2016 | 300-03-10-23-1303 | 06 | Se actualiza el logo corporativo. Se especifica el control de calidad por cada lote. Se cambia el uso del coeficiente de variación por el RPD. |
| 15/08/2018 | 300-03-10-23-1436 | 07 | Se ajustan las INTERFERENCIAS Y EL PROCEDIMIENTO de acuerdo a lo señalado en la edición 23 del Standard Methods. El SEGUIMIENTO Y CONTROL se adiciona de acuerdo a lo establecido en la edición 23 de Standard Methods-2017 y la verificación de la confiabilidad de la curva de calibración analizando un estándar cada 3 o 4 muestras. |
| 19/11/2019 | 300-03-10-23-1429 | 08 | Se adiciona dentro de la estructura del método la sección 2 – ALCANCE, así: "La determinación de sulfatos en aguas mediante técnica turbidimétrica y lectura en espectrofotómetro de UV-Visible, de acuerdo a la experimentación base de la validación |

| | | | |
|------------|-------------------|----|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| | | | <p>correspondiente, es aplicable para las matrices: Superficial, Subterránea, Potable y Residual, en concentraciones a partir del MRL (definido experimentalmente) en adelante, teniendo en cuenta como rango de trabajo lineal concentraciones entre 6 mg/L y 40 mg/L".</p> <p>Se cambia la codificación del documento pasando de D-5.4-66 a D-7.2-27 de acuerdo a la nueva versión de la Norma – ISO/IEC 17025:2017.</p> |
| 06/10/2020 | 300-03-10-23-1125 | 09 | <p>Se deja como una recomendación la preparación de la curva a partir de un estándar de 100 mg/L y no como una obligación. Se ajusta tabla 1 ya que el MRL cambió de 6 mg/L a 10 mg/L.</p> <p>Se elimina la condición de 4 meses para realizar nueva curva de calibración y se condiciona a cuando el analista lo considere necesario.</p> |
| 16/11/2021 | 300-03-10-23-2356 | 10 | Se realiza modificación en la redacción para la acción correctiva del blanco del método. |
| 24/11/2023 | 300-03-10-23-2554 | 11 | Se actualiza el documento para la determinación de Sulfatos de acuerdo con la metodología normalizada de Standard Methods 4500-SO4 2- E. de 2022, edición 24. |
| 09/07/2025 | 100-03-10-23-1338 | 12 | Se corrigió el año de publicación de la versión vigente de Standard Methods (2023). |

Última línea-----última línea-----última línea