

**UNIVERSIDAD DE ANTIOQUIA**

**FACULTAD DE INGENIERÍA**

**VERIFICACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN DE MÉTODOS FISCOQUÍMICOS PARA LA  
DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO TOTAL, NITRÓGENO AMONIAICAL Y SULFUROS  
EN MATRICES DE AGUAS CRUDAS Y RESIDUALES.**

**TRABAJO DE GRADO PARA OPTAR POR EL TÍTULO DE INGENIERO  
QUÍMICO**

**ASESORES**

**LUIS ALBERTO RÍOS**

**DAVID OCAMPO ECHEVERRY**

**ENTREGADO POR:**

**ALEJANDRO PÉREZ MESA**

**MEDELLÍN-2018-(2)**

---

## 1 Resumen

En el presente trabajo se desarrolló la verificación de los métodos de análisis fisicoquímicos de Sulfuros, Nitrógeno Amoniacal y Nitrógeno total bajo la norma SM-4500 S<sup>2-</sup>-F, SM-4500 NH<sub>3</sub>-C y SM-4500 Norg-B-C respectivamente bajo las normas contempladas en el Standard Methods For Determination Of Water And Wastewater (21 Ed). Se realizó una documentación de los métodos mencionados, se estudiaron las posibles fuentes de incertidumbre que pudiesen actual sobre el mesurando de interés, se establecieron y efectuaron los planes de validación y se realizó un tratamiento estadístico de los datos con el fin de establecer una incertidumbre a cada método.

Esto permitió determinar una incertidumbre de 3.828% en un rango de trabajo de 1 a 10 ppm para sulfuros en aguas crudas y residuales, para nitrógeno amoniacal se obtuvo una incertidumbre de 4.369% mientras que para nitrógeno total se obtuvo una incertidumbre de 4.14%, ambos para un rango de trabajo de 5 a 100 ppm para la matriz de aguas tratadas, crudas y residuales. Posteriormente se diseñaron las cartas de control respectivas y se presentaron las pruebas inter - laboratorio Sigma – Aldrich, estas pruebas arrojaron resultados satisfactorios para los tres métodos, verificando así que se logró una adecuada estandarización de cada uno, abriendo la posibilidad de presentar una acreditación del laboratorio ante el IDEAM para los métodos de nitrógeno amoniacal, nitrógeno total y sulfuros.

## 2 Introducción

Actualmente Colombia se encuentra en la obligación de monitorear adecuadamente los residuos líquidos arrojados por parte de las poblaciones municipales y las empresas debido a la contaminación que éstos generan en las fuentes hídricas y el daño que puede causar a la población y el medio ambiente dichas actividades (Corte Constitucional de Colombia, 1991). Con el objetivo de cuidar las fuentes hídricas se han establecido planes de acción como el Plan Nacional de Manejo de Aguas Residuales Municipales – PMAR (Pérez, Bonilla, Arias, & Básico, 2004) y se han establecido normas que fijan los parámetros y los valores límites máximos permisibles que deberán cumplir los vertimientos puntuales a las aguas superficiales y los sistemas de alcantarillado público como el decreto 3930 de 2010 (Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible, 2010) en el cual se faculta a las corporaciones autónomas regionales para ejercer control y se establecen los analitos y contaminantes de relevancia de interés nacional, los cuales son fijado con límites máximos permisibles según la actividad económica mediante la resolución 0631 de 2015 del ministerio de medio ambiente (Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible, 2015).

Entre los parámetros regulados a través de la resolución 0631 de 2015 encontramos nitrógeno amoniacal, total y sulfuros. Los sectores de la comunidad industrial o de servicios a los cuales se les exige esta caracterización de sus afluentes son viviendas familiares, actividades industriales, de elaboración o comercialización de productos y entidades prestadoras de servicios públicos que generan aguas residuales domésticas y no domésticas (ARD & ARnD). En Medellín se encuentran actualmente cerca de 97.538 empresas con diversas actividades económicas de las cuales se ven obligadas a caracterizar sus efluentes más de 1.726 empresas dedicadas a la agricultura, 463 a la minería, 13.519 a la manufactura de bienes, 6.008 en construcción, 341 a distribución y tratamiento de agua, 9.062 al alojamiento y servicios de comida (Cámara Comercio de Medellín, 2017). Estas empresas representan un potencial mercado objetivo para el laboratorio.

El Laboratorio de Calidad de Aguas perteneciente al grupo PQI, adscrito al departamento de Ingeniería Química de la Universidad de Antioquia brinda a la comunidad en general el servicio de análisis fisicoquímicos de parámetros en aguas tratadas, naturales y residuales en los cuales se encuentra acreditado ante el IDEAM. Últimamente el laboratorio se ha visto en la necesidad de realizar la subcontratación de ensayos a terceros para determinación de nitrógeno amoniacal, total y sulfuros debido a que se exigen laboratorios acreditados para su realización, lo cual afecta la capacidad técnica y comercial del laboratorio.

El presente trabajo de grado consistió entonces en la estandarización y validación en los parámetros de nitrógeno amoniacal, total y sulfuros, estando limitado a muestras de aguas crudas y residuales cuyas concentraciones entre 5.00 ppm y 100 ppm para la gama de nitrógenos y 1 ppm y 10 ppm para los sulfuros disueltos.

Para llevar a cabo este trabajo se realizó una lectura acerca de los métodos comúnmente empleados para la determinación de cada parámetro, se estableció con base a las limitaciones técnicas y económicas presentes en el laboratorio y las normatividades exigidas ambientalmente el método más apropiado para implementar en el laboratorio.

Se estableció el método SM – 4500 S<sup>2-</sup>- F para la determinación de sulfuros por valoración titulométrica inversa debido a la disponibilidad técnica en el laboratorio, se realizó la documentación del procedimiento de análisis del método PAF - 25, luego se estableció un protocolo de análisis basado en los documentos estandarizados facilitados por el laboratorio, se realizaron las pruebas necesarias para establecer la precisión y exactitud, el límite de detección y cuantificación, el rango de trabajo y la capacidad del analista, finalizando con la estimación de la incertidumbre asociada al método. Además, fueron creados las cartas de control necesarias para llevar un seguimiento del método.

En el caso del nitrógeno amoniacal se seleccionó el SM-4500 NH3-C debido a su simplicidad y bajo costo, se documentó el procedimiento de análisis PAF – 23 y el manual de operación del destilador TE – 0364, se estableció el plan de validación para nitrógeno amoniacal, se realizaron las pruebas para determinar la precisión y exactitud del método, así como el límite de detección y cuantificación, seguido del rango de trabajo y la capacidad del analista, terminando con la estimación de la incertidumbre asociada al método y las cartas de control apropiadas.

Para la determinación de nitrógeno total se estableció el método SM-4500 N<sub>org</sub> B,C Macro – Kjeldahl, se documentó el procedimiento de análisis PAF – 29 y el manual de operación del equipo SDFE , se estableció y realizó el plan de validación para nitrógeno total y se realizaron las pruebas de precisión, exactitud, límites de detección y cuantificación, estimación del rango de trabajo, la capacidad del analista y la incertidumbre asociada al método.

Una vez estandarizados los métodos se presentaron las pruebas de desempeño Sigma – Aldrich las cuales son necesarias para verificar el proceso de validación.

Para el laboratorio de calidad de aguas PQI el trabajo de grado realizado en la validación y estandarización de estos procedimientos de análisis fisicoquímicos representan un avance en la capacidad instalada del laboratorio para prestar servicios a la comunidad en general que desee caracterizar sus captaciones o vertimientos de aguas crudas y residuales. En este trabajo de grado se le entrega al laboratorio la capacidad de enfrentar y acreditar ante el IDEAM los métodos de nitrógeno amoniacal, total Kjeldahl y Sulfuros disueltos.

### **3 Objetivos**

#### **3.1 Objetivo General**

- Verificación y estandarización de los métodos analíticos para determinación de nitrógeno amoniacal, nitrógeno Total y sulfuros en aguas residuales y naturales en el Laboratorio de Calidad de Aguas del grupo Procesos Químicos Industriales.

#### **3.2 Objetivos Específicos.**

- Revisión bibliográfica del análisis de nitrógeno amoniacal, nitrógeno total mediante digestión Kjeldahl y sulfuros mediante volumetría.
- Elaboración de protocolo para determinación de nitrógeno amoniacal, total y sulfuros según las normas de referencia.

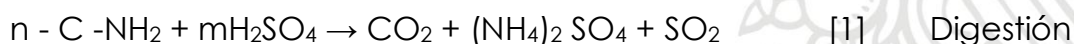


- Realización y documentación de pruebas de reproducibilidad, repetitividad y de recuperación en aguas crudas y residuales para nitrógeno amoniacal, nitrógeno total y sulfuros.
- Establecer un plan de validación y cálculo de incertidumbre de NTK, NH<sub>3</sub> y Sulfuros
- Determinar la incertidumbre asociada a Nitrógeno total, Nitrógeno amoniacal y Sulfuros en el laboratorio de aguas de Grupo PQI.
- Elaborar, construir e implementar los criterios y cartas de control analíticos de cada método.

## 4 Marco Teórico

Unos de los parámetros exigidos por la norma de vertimientos 0631 son nitrógeno total, nitrógeno amoniacal y sulfuros en cuerpos de aguas crudas y residuales. El nitrógeno está presente en la materia orgánica principalmente como eje fundamental de las proteínas y como iones de amonio disueltos, estos se descomponen en nitritos y nitratos mediante acción biológica. Una vez estos compuestos se encuentran en exceso en los cuerpos de agua ocasionan problemas disminuyendo niveles de oxígeno importante para el soporte de la vida (Dinámica del ciclo del nitrógeno 2012; Eliminación del nitrógeno en aguas 2008).

El nitrógeno total comprende la suma del nitrógeno orgánico y el nitrógeno amoniacal, se determina en tres etapas: Primero se extrae el nitrógeno amoniacal en una solución de ácido bórico evitando hidrólisis de la materia orgánica empleando solución reguladora de borato y llevando la muestra a un pH de 9.5, posteriormente se realiza la digestión de la materia orgánica con sales de cobre y potasio en presencia de ácido sulfúrico a 400°C y por último se extrae nuevamente el amonio formado en la digestión (Standar Methods 4500 N, C 2017). Las reacciones que describen el proceso de digestión y titulación son las siguientes.



Una vez se realiza la extracción del amonio en la solución de ácido bórico, ésta puede ser valorada a través de varios métodos como son electrodo de ion selectivo, colorimetría y mediante titulación empleando ácido sulfúrico o clorhídrico (Standar Methods 4500 NH<sub>3</sub>, F 2017).

El cálculo que permite establecer la concentración de nitrógeno amoniacal y total en las muestras es el siguiente:

$$mg\ NH_3 - N/L = (A - B) * \frac{280}{mL\ de\ muestra}$$

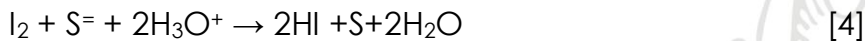
Ecuación 1.

Dónde:

A: mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> usados en la titulación de la muestra

B: mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> usados en la titulación del blanco.

Los sulfuros son clasificados como componentes del azufre con oxidación (-2) como H<sub>2</sub>S, HS<sup>-</sup> o S<sup>=</sup>, por lo general se encuentran de manera natural en las aguas subterráneas y se hallan en aguas residuales debido a la reducción microbiana del sulfato presente en la materia orgánica (Afanador & Gaitan, 2007). Los sulfuros disueltos hacen referencia a todos los compuestos sulfurados presentes una vez se han eliminado los sólidos suspendidos y las interferencias, para esto, una vez captada la muestra debe adicionarse Acetato de Zinc el cual reaccionará generando Sulfuro de zinc (ZnS) el cual a pH >9.0 precipita debido a su baja solubilidad. El precipitado de sulfuro de zinc es recolectado mediante filtración, posteriormente con una solución de yodo en exceso el cual oxida al sulfuro en medio ácido y se valora por retroceso con tiosulfato de sodio y almidón como indicador en el punto final de la titulación (Standar Methods 4500 S2-, F 2017).



El cálculo relacionado a la concentración de sulfuro disuelto en la muestra está dado por:

$$mg\ \frac{S^{2-}}{L} = \frac{[(A * B) - (C * D)] * 16000}{V}$$

Ecuación 2.

Dónde:

A: mL de solución de yodo

B: Concentración de la solución de yodo

C: mL de solución de tiosulfato gastados en la titulación

D: Concentración de la solución de tiosulfato

V: Volumen de la muestra

Estos métodos deben ser validados y les es inherente cierto grado de error, por lo tanto, se realizará el tratamiento estadístico de la información recolectada y se determinará la incertidumbre de los métodos mencionados bajo las exigencias de las referencias mencionadas, las cuales establecen la determinación del límite de detección, desviación estándar, fortificación de blancos, fortificación de matrices, ensayo de duplicados de muestras y matrices duplicadas.

La estimación de la incertidumbre de cada método consiste en un proceso riguroso en el cual debe establecerse la variable de interés a medir en una muestra determinada, posteriormente se identifican todas las posibles fuentes de incertidumbre que puedan influir en la determinación del valor de dicha variable.

Las fuentes de incertidumbre del proceso se determinan mediante diagramas espina de pescado, estas fuentes de error se clasifican en fuentes de incertidumbre en tipo A y tipo B, los primeros son debidos al error que se estima luego de repetir N veces una medición, mientras que los errores tipo B son aquellos debidos a la resolución de los equipos o certificados de calibración. La distribución de las fuentes de incertidumbre se establece con base al tipo de distribución que presenta cada fuente de error. Posteriormente se cuantifica la variabilidad de cada fuente de error.

A partir de esta información se determina la incertidumbre estándar y relativa de cada fuente de error y posterior a esto se determina la incertidumbre relativa combinada, la cual integra todas las fuentes de incertidumbre del proceso de medición.



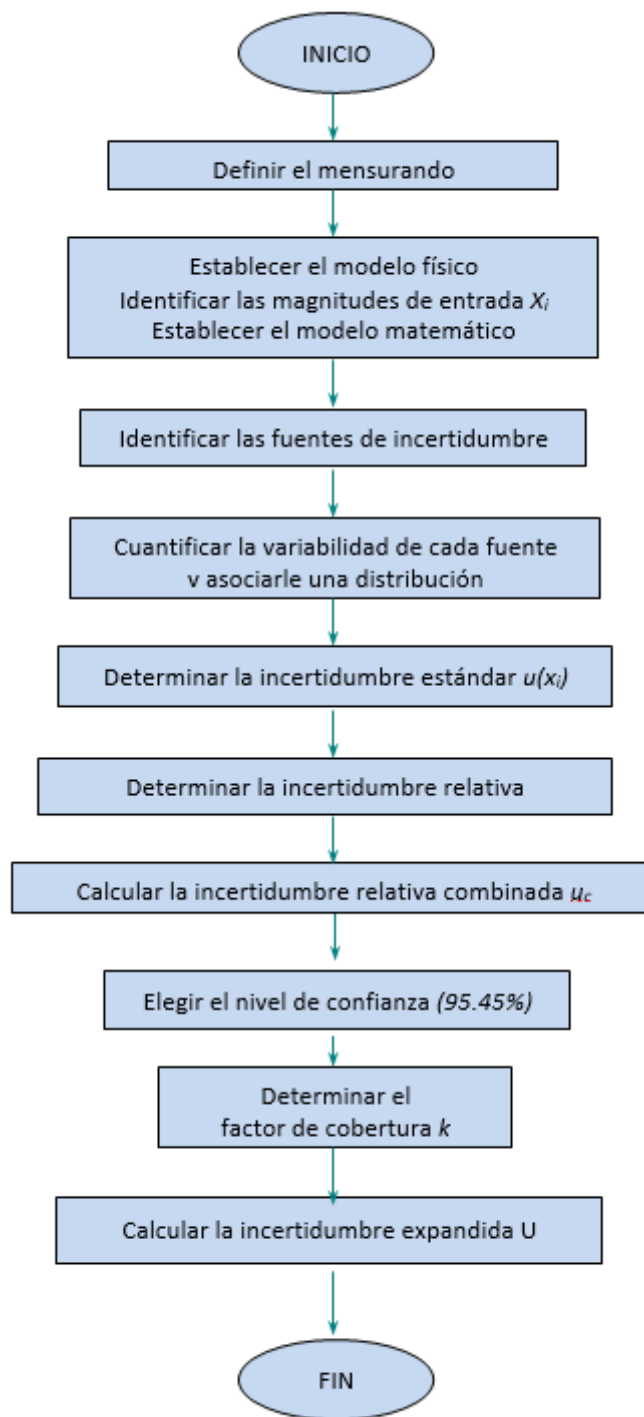


Figura 1: Procedimiento para cálculo de incertidumbre de los métodos.



Tabla 1: Ecuaciones empleadas para estimación de la incertidumbre

Función	Expresión Matemática	Numeración
Límite de detección método	$LDM = 3.14s$	Ecuación 3
Desviación Estándar	$S = \sqrt{\left(\sum_{i=1}^N \frac{(X_i - \bar{X})^2}{(n-1)}\right)}$	Ecuación 4
Promedio	$\bar{X} = \sum_{i=1}^N \frac{x_i}{N}$	Ecuación 5
Coefficiente de variación	$\%Cv = \left(\frac{S}{\bar{X}}\right) * 100$	Ecuación 6
Porcentaje de diferencia relativa (RPD)	$\%RPD = \frac{(LFM - LFMD)}{\left(\frac{LFM + LFMD}{2}\right)}$	Ecuación 7
Desviación estándar relativa	$\%RSD = \frac{S}{\bar{x}} * 100$	Ecuación 8
Error	$\%Error = \frac{ X - u }{u} * 100$	Ecuación 9
Límite de cuantificación	$LQM = 3 * LDM$	Ecuación 10
Porcentaje de recuperación	$\%R = \frac{Valor\ encontrado}{Valor\ verdadero} * 100$	Ecuación 11
Incertidumbre Estándar Normal Tipo A	$u_{est} = \left(\frac{1}{\sqrt{n}}\right) * S$	Ecuación 12
Incertidumbre estándar Rectangular Tipo B	$u_{est} = \left(\frac{1}{\sqrt{3}}\right) * \lambda$	Ecuación 13
Incertidumbre estándar Triangular Tipo B	$u_{est} = \left(\frac{1}{\sqrt{6}}\right) * \lambda$	Ecuación 14
Incertidumbre Relativa	$u_{relativa} = \left(\frac{u_{est} X_i}{X_i}\right) * \lambda$	Ecuación 15
Incertidumbre Relativa Combinada	$u_c^2 = \sum_{i=1}^N u_{relativa}^2(i)$	Ecuación 16
Incertidumbre Expandida	$U = k * u_c$	Ecuación 17



## **5 Metodología**

### **5.1. SULFUROS**

Se revisa la bibliografía existente para los métodos de determinación de sulfuro disuelto en aguas crudas y residuales, estableciendo el más adecuado para implementar en el laboratorio, se documentó el proceso y se estudiaron las principales fuentes de incertidumbre para el método de sulfuros (Ver imagen 1), con base a este se establece el plan de validación e incertidumbre del método. Se realizan los ensayos respectivos planteados, se realiza el tratamiento estadístico de los datos, estableciendo finalmente la incertidumbre en la determinación de sulfuros en el laboratorio. Por último, se crean las cartas de control que el método exige y se realizan las pruebas inter - laboratorio Sigma – Aldrich.

### **5.2. NITRÓGENO TOTAL**

Se revisa la bibliografía existente para los métodos de determinación de nitrógeno total en aguas crudas y residuales. Se creó el procedimiento de análisis y posteriormente se estudiaron las principales fuentes de incertidumbre para el método de nitrógeno total (Ver imagen 2), con base a este se establece el plan de validación e incertidumbre del método. Se realizan los ensayos respectivos planteados, se realiza el tratamiento estadístico de los datos, estableciendo finalmente la incertidumbre en la determinación de nitrógeno total en el laboratorio. Una vez realizadas las cartas de control respectivas para el seguimiento del método, se realizan las pruebas inter - laboratorio Sigma – Aldrich.

### **5.3. NITRÓGENO AMONIACAL**

Para nitrógeno amoniacal se reviso la información acerca de los métodos comúnmente empleados, estableciendo el más indicado en el laboratorio. Se estudiaron las principales fuentes de incertidumbre para el método de nitrógeno amoniacal mediante el método de espina de pez (Ver imagen 3), con base a este se establece el plan de validación e incertidumbre del método. Se realizan los ensayos respectivos planteados, se realiza el tratamiento estadístico de los datos, estableciendo finalmente la incertidumbre en la determinación de nitrógeno amoniacal en el laboratorio.

## **6 Resultados y análisis**

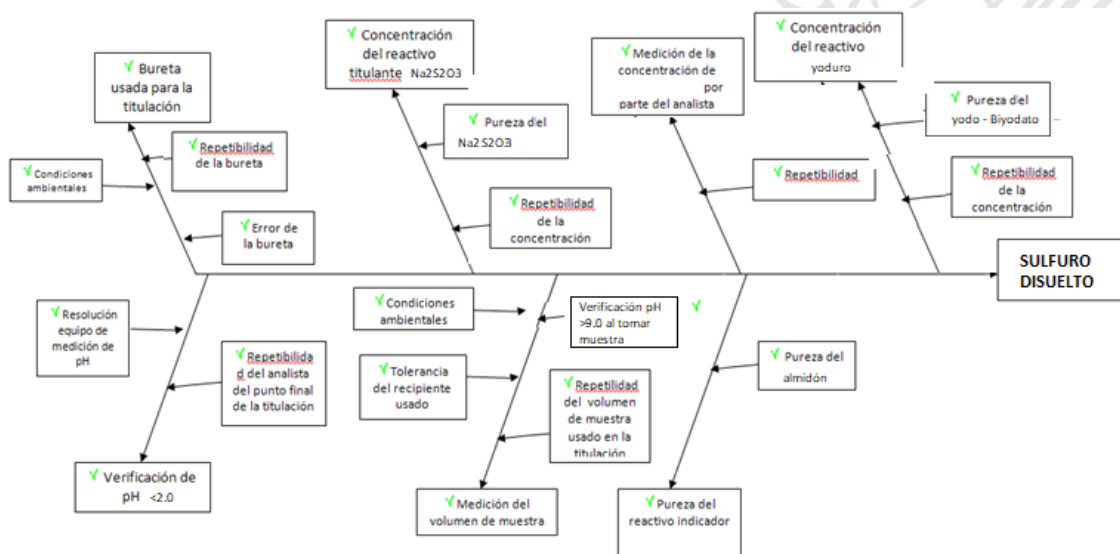
### **6.1. SULFUROS**

#### **6.1.1. Método Establecido.**

Se estableció el método SM – 4500 S<sup>2</sup>-F para la determinación de sulfuros por valoración título-métrica inversa debido a la disponibilidad técnica en el laboratorio, este método requiere emplear vidriería común en el laboratorio, además el uso de bombas de vacío las cuales están en el laboratorio. Haciéndolo el método más práctico y fácil de establecer, sin incurrir en gastos innecesarios. A partir de esto se realizó la documentación del procedimiento de análisis del método PAF – 25.

### 6.1.2. Fuentes de incertidumbre.

Se determinaron las fuentes de incertidumbre para el método de sulfuros como puede verse en la siguiente imagen.



**Imagen. 1** Fuentes de incertidumbre para el método de Sulfuro disuelto.

### 6.1.3. Plan de validación

Se estableció un plan de validación basado en las fuentes de incertidumbre encontradas y en los documentos estandarizados facilitados por el laboratorio, se realizaron las pruebas necesarias para establecer la precisión y exactitud, el límite de detección y cuantificación, el rango de trabajo y la capacidad del analista, finalizando con la estimación de la incertidumbre asociada al procedimiento del método (Ver anexo 2).

En cuanto al procedimiento validado de sulfuros el laboratorio se encuentra en la capacidad de analizar muestras de aguas crudas y residuales con una incertidumbre de 3,928% en un rango de trabajo de 1 a 10 ppm (Ver anexo 3.3.).

#### 6.1.4. Controles de calidad

Se desarrolla la carta de control FCT 25-V01 (Ver anexo 4.3.) a través de la cual se hará un seguimiento del proceso por cada lote de 20 muestras.

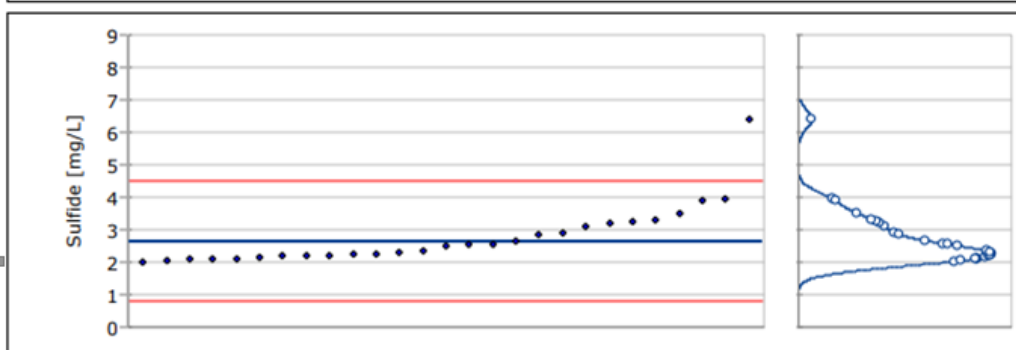
#### 6.1.5. Resultados Pruebas SIGMA - ALDRICH

Al presentar las pruebas sigma – aldrich se obtienen los siguientes resultados

#### 4.12 PE1034-20ML Sulfide (Total and Soluble) - WP / LRAB6211

##### 4.12.1 Sulfide

No. of participating laboratories (in total / with quant. data points only)	21 / 21
No. of data points (in total / quantitative)	27 / 27
Assigned value	2.64 mg/L
Proficiency std. dev.	0.621 mg/L
Acceptance window	0.779 - 4.51 mg/L



##### Summary Results for WP18-4 INT PE1034-20ML Sulfide (Total and Soluble) - WP LRAB6211

Analyte	Reported Value	Assigned Value	Acceptance Window	z-score*
<b>SM 4500-S2<sup>-</sup> F 22nd ED (2012) 990000692</b>				
Minerals				
Sulfide <sup>2</sup> 2005	3.24 mg/L	2.64 mg/L	0.779 - 4.51 mg/L	<b>1.0</b> Acceptable
Analyst: Laboratorioaguaspqj Analysis Date: 2018-10-23				
Evaluation Criteria - 5* Parameters*: deviations:3				
<b>Group Analysis Summary</b>		Acceptable: 1/1	<b>Score: 100% - Acceptable</b>	

**Imagen 2.** Resultados obtenidos para sulfuro soluble en pruebas sigma aldrich  
Página 16 y 66 del Anexo 5



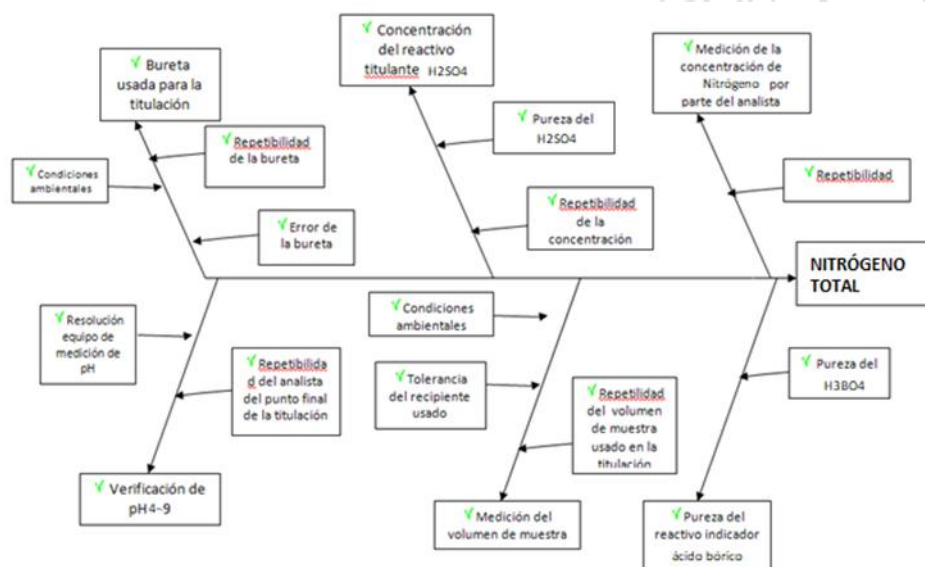
## 6.2. NITRÓGENO TOTAL

### 6.2.1. Método Establecido

Para el nitrógeno total se emplea el método SM-4500 Norg-B,C, este método requirió la inversión en un digestor capaz de alcanzar 400°C durante 30 minutos para degradar completamente las proteínas presentes en la materia orgánica, generando así la liberación del nitrógeno en su interior. Presenta un método de cuantificación igual al nitrógeno amoniacal una vez se ha realizado la digestión. A partir de esto se realiza la documentación el procedimiento de análisis fisicoquímico PAF – 29.

### 6.2.2. Fuentes de incertidumbre

Se determinaron las fuentes de incertidumbre para el método de nitrógeno total como puede verse en la siguiente imagen.



**Imagen 3.** Fuentes de incertidumbre en la determinación de nitrógeno total.

### 6.2.3. Plan de validación

Se estableció un plan de validación basado en las fuentes de incertidumbre encontradas en la imagen 3 y se estructuró basados en los documentos estandarizados facilitados por el laboratorio, se realizaron las pruebas necesarias para establecer la precisión y exactitud, el límite de detección y cuantificación, el rango de trabajo y la capacidad del analista, finalizando con la estimación de la incertidumbre asociada al procedimiento del método (Ver anexo 2).

Para nitrógeno total se estableció una capacidad para analizar muestras con una incertidumbre de 4,14% en aguas tratadas, crudas y residuales en un rango de trabajo de 5 a 100 ppm (Ver anexo 3.2.).

#### 6.1.4. Controles de calidad.

Además, se desarrolla la carta de control FCT 29-V01 (Ver anexo 4.2) a través de la cual se realizará un seguimiento al proceso cada vez que sea analizado un lote de 20 muestras.

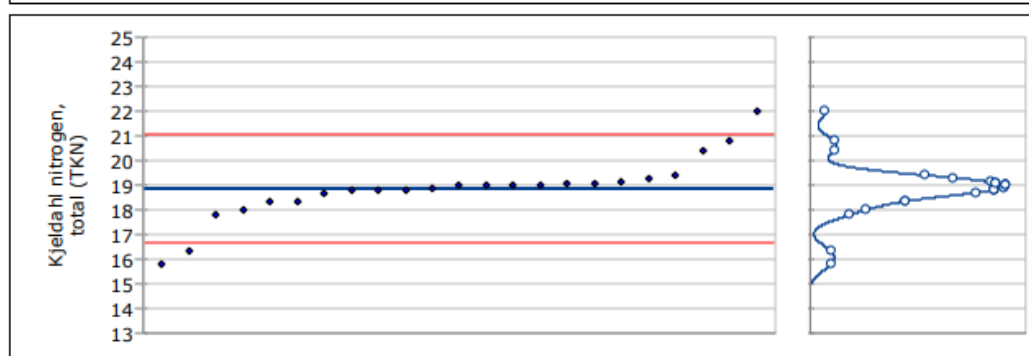
#### 6.1.5. Resultados pruebas Sigma – Aldrich.

Una vez estandarizados los métodos se presentaron las pruebas sigma aldrich

### 4.6 PE1051-2ML Complex Nutrients - WP / LRAB8875

#### 4.6.1 Kjeldahl nitrogen, total (TKN)

No. of participating laboratories (in total / with quant. data points only)	20 / 20
No. of data points (in total / quantitative)	23 / 23
Assigned value	18.9 mg/L
Proficiency std. dev.	0.739 mg/L
Acceptance window	16.7 - 21.1 mg/L



#### Summary Results for WP18-4 INT PE1051-2ML Complex Nutrients - WP LRAB8875

Analyte	Reported Value	Assigned Value	Acceptance Window	z-score*
<b>SM 4500- Norg C + SM 4500 NH3 B, C. Ed.22 (2012) 990001258</b>				
Nutrients				
Kjeldahl nitrogen, total (TKN) <sup>2</sup> 1795	17.8 mg/L	18.9 mg/L	16.7 - 21.1 mg/L	<b>-1.4</b> Acceptable
Analyst: Laboratorioaguasqpi		Evaluation Criteria - 5*		
Analysis Date: 2018-10-22		Parameters*: deviations:3		
<b>Group Analysis Summary</b>		Acceptable: 1/1		<b>Score: 100% - Acceptable</b>

obteniendo los siguientes resultados.

**Imagen 4:** Resultados obtenidos para Nitrógeno total Kjeldahl en pruebas sigma Aldrich Página 9 y 56 del Anexo 5.

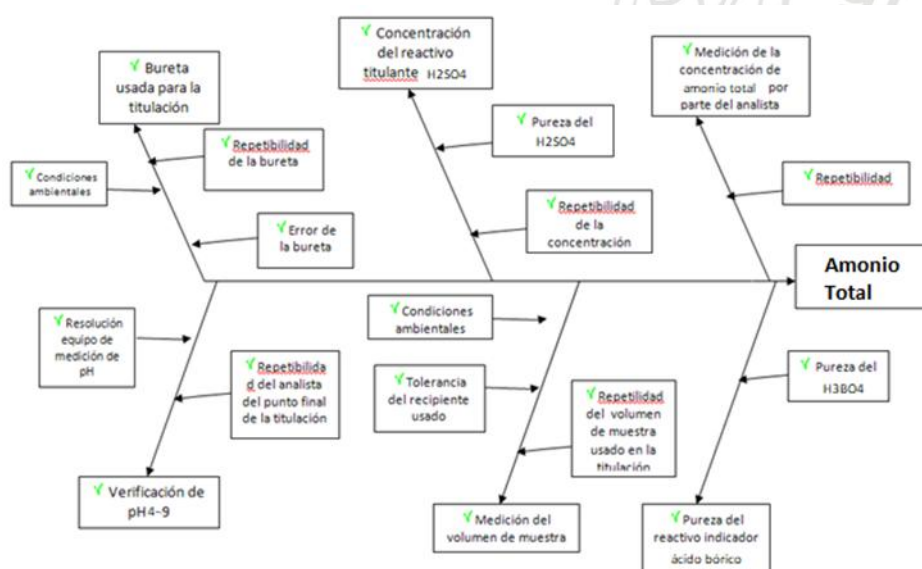
## 6.3. NITRÓGENO AMONIACAL

### 6.3.1. Método seleccionado.

Para el nitrógeno amoniacal decide emplearse el método SM-4500 NH<sub>3</sub>-C, este es un proceso de cuantificación mediante un titulante estandarizado de ácido sulfúrico. No requiere equipos especializados y puede realizarse con los recursos disponibles en el laboratorio. Para mejorar la capacidad del laboratorio se invirtió en un destilador el cual permite procesar muestras con mayor rapidez. Se documentó el procedimiento de análisis fisicoquímico PAF 23 el cual establece el protocolo de análisis (Ver Anexo 1).

### 6.3.2. Fuentes de incertidumbre.

Se determinaron las fuentes de incertidumbre para el método de amonio como puede verse en la siguiente imagen.



**Imagen 5.** Fuentes de incertidumbre presentes en el laboratorio para el método de amonio.

### 6.3.3. Plan de validación

Posteriormente se establecieron los planes de validación e incertidumbre para dichos métodos, acá se estructuran todos los lineamientos que deberán seguirse para lograr la estandarización adecuada de los métodos (Ver anexo 2) basados en las fuentes de incertidumbre planteadas en la imagen 5.

En los planes de validación se estableció que el laboratorio está en la capacidad para analizar muestras de nitrógeno amoniacal con una incertidumbre de 4,369% en aguas tratadas, crudas y residuales en un rango de trabajo de 5 a 100ppm (Ver anexo 3.1).

#### 6.3.4. Control de calidad.

Además, se desarrolla la carta de control FCT 23-V01 (Ver Anexo 4.1) a través de la cual se realizará un seguimiento al proceso cada vez que sea analizado un lote de 20 muestras.

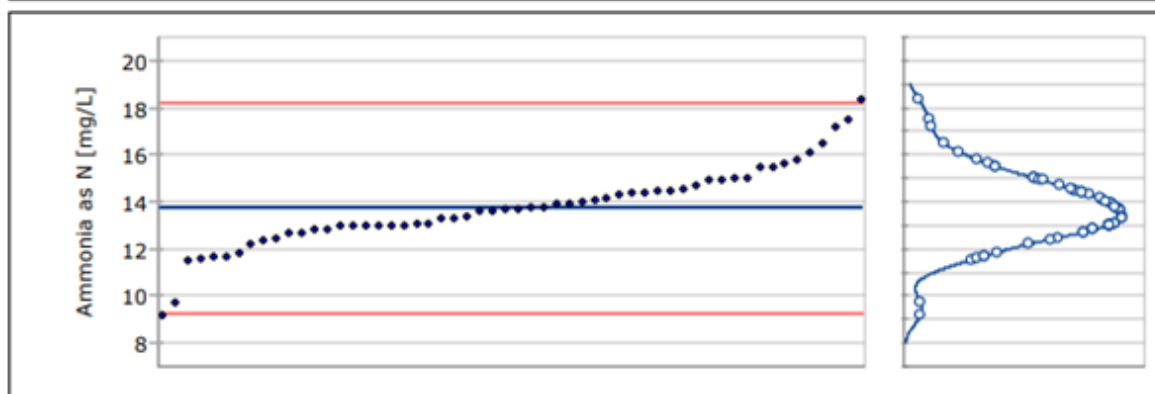
#### 6.3.5. Resultados Sigma – Aldrich.

Una vez se estandarizaron y validaron los métodos se compraron y elaboraron las pruebas Sigma – Aldrich, estas pruebas a nivel internacional deben ser reconocidas por el IDEAM y son de carácter obligatorio para acreditar los métodos tratados en este trabajo de grado ante dicha entidad. En este caso se obtuvo un resultado satisfactorio en las pruebas Sigma – Aldrich, lo cual habilita al laboratorio a presentar una futura auditoría ante el IDEAM para acreditar dichos métodos. Puede observarse en la imagen 1, 2 y 3 el resultado para sulfuros, amonio y nitrógeno total respectivamente obtenidos (Ver anexo 5).

### 4.11 PE1195-20ML Simple Nutrients - WP / LRAB7324

#### 4.11.1 Ammonia as N

No. of participating laboratories (in total / with quant. data points only)	52 / 52
No. of data points (in total / quantitative)	56 / 56
Assigned value	13.7 mg/L
Proficiency std. dev.	1.48 mg/L
Acceptance window	9.29 - 18.2 mg/L



<b>Group Analysis Summary</b>	Acceptable: 1/1		<b>Score: 100% - Acceptable</b>	
<b>SM 4500-B C 22nd ED (2012) 990000920</b>				
Nutrients				
Ammonia as N <sup>2</sup> 1515	11.53 mg/L	13.7 mg/L	9.29 - 18.2 mg/L	-1.5 Acceptable
Analyst: Laboratorioaguaspqi	Evaluation Criteria - 5*			
Analysis Date: 2018-10-25	Parameters*: deviations:3			
<b>Group Analysis Summary</b>	Acceptable: 1/1		<b>Score: 100% - Acceptable</b>	



**Imagen 6:** Resultados obtenidos para amonio en pruebas sigma Aldrich  
Página 15 y 64 del Anexo 5.

## 7 Conclusiones

Luego de evaluar los resultados obtenidos en la validación del método PAF-25 en el Laboratorio Procesos Químicos Industriales de la Universidad de Antioquia, " Sulfuro" método Iodométrico (Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 22nd Edition 4500 S2- F); se aprueba y se libera el uso de este método en el Laboratorio Procesos Químicos Industriales de la Universidad de Antioquia para la determinación de Sulfuro en aguas crudas y residuales, para un rango de trabajo entre 1 mg/L y 10 mg/L con una incertidumbre de 3.928%.

Luego de evaluar los resultados obtenidos en la validación del método PAF-29 en el Laboratorio Procesos Químicos Industriales de la Universidad de Antioquia, " NTK" método Titulométrico (Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 22nd Edition 4500 N B,C); se aprueba y se libera el uso de este método en el Laboratorio Procesos Químicos Industriales de la Universidad de Antioquia para la determinación de NTK en aguas crudas y residuales, para un rango de trabajo entre 5 mg/L y 100 mg/L. con una incertidumbre de 4.14%

Luego de evaluar los resultados obtenidos en la validación del método PAF-23 en el Laboratorio Procesos Químicos Industriales de la Universidad de Antioquia, " Amonio" método Titulométrico (Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 22nd Edition 4500 NH3 C); se aprueba y se libera el uso de este método en el Laboratorio Procesos Químicos Industriales de la Universidad de Antioquia para la determinación de Amonio en aguas crudas y residuales, para un rango de trabajo entre 5 mg/L y 100 mg/L con una incertidumbre de 4.369%.

### Referencias Bibliográficas

1. Afanador, J. G., & Gaitan, M. S. (2007). Sulfuro En Agua Por Volumetría, 6. Retrieved from <http://www.ideam.gov.co/documents/14691/38155/Sulfuro+en+agua+por+volumetría.pdf/769f14b4-55fc-4107-beb6-de229e33ea71>
2. Cámara Comercio de Medellín. (2017). Estructura Empresarial Medellín 2017. Retrieved from <http://www.ipyme.org/publicaciones/nota-dirce-2014.pdf>
3. Cerón, L., & Aristizábal, F. (2012). Dinámica del ciclo del nitrógeno y fósforo

- en suelos. *Revista Colombiana de Biotecnología*, 14(1), 285–295.
4. Corte Constitucional de Colombia. (1991). Constitución política de Colombia. *Corte Constitucional de Colombi*, 121. <https://doi.org/2344-8997>
  5. E.W. Rice, R.B. Baird, A.D. Eaton, L.S. Clesceri, editors. (2017). Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 23rd Edition. *American Public Health Association*, 23.
  6. Fernández, E. S., Garrido, J. M., Coda, F. E., Oliver, R., & Carreras, S. (2008). Eliminación del nitrógeno amoniacal en aguas residuales sanitarias. *Técnica Industrial*, 273, 44–49.
  7. Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible. (2010). Decreto 3930 de 2010. *Diario Oficial*, 2010, 26.
  8. Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible. (2015). Resolución 631 de 2015, 2015(49), 62.
  9. Pérez, S. S., Bonilla, J. P., Arias, G. I. A., & Básico. (2004). Plan nacional de manejo de aguas residuales en Colombia. *DEPARTAMENTO NACIONAL DE PLANEACIÓN*, 1–36. Retrieved from <http://medcontent.metapress.com/index/A65RM03P4874243N.pdf>

### **Anexos**

1. Procedimientos de análisis fisicoquímicos 23, 25 & 29 (Documentos anexos en Word).
2. Plan de validación e incertidumbre 23, 25 & 29 (Documentos anexos en Word).
3. Informes finales de validación (Documentos anexos en Word).
  - 3.1. Informe final validación nitrógeno amoniacal (IFV-23).
  - 3.2. Informe final validación nitrógeno Total (IFV-29).
  - 3.3. Informe final validación Sulfuros (IFV-25).
4. Cartas de control.
5. Resultados pruebas Sigma – Aldrich.