

Artículos originales

Instituto Nacional de Higiene, Epidemiología y Microbiología

Determinación de nitrógeno amoniacal y total en aguas de consumo y residuales por el método del fenato

[MSc. Olivia Sardiñas Peña¹ y Téc. Adisbel Pérez Cabrera²](#)

Resumen

En este trabajo se presentan los resultados de la determinación de nitrógeno amoniacal y total por el método del fenato en aguas, con el propósito de evaluar los indicadores de calidad aplicados para la validación de métodos de ensayos en el laboratorio de Química Inorgánica del INHEM. Se evaluaron como indicadores de calidad: la precisión, el sesgo y la incertidumbre, los cuales fueron obtenidos en el rango lineal del gráfico de calibración. Se reporta el límite de detección del método así como la concentración de nitrógeno amoniacal y total de muestras de aguas de consumo y residuales procesadas por el método evaluado. Se procesaron muestras de aguas por los métodos indicados en el presente trabajo y se comprobó la normalidad en la distribución de los resultados mediante el *test* de Shapiro Wilk's W.

Palabras clave: Nitrógeno amoniacal, validación, aguas residuales, método espectrofotométrico.

Las aguas residuales presentan una elevada carga contaminante que responde, en gran parte, a la materia orgánica que contienen, en cuya composición se encuentran los compuestos de nitrógeno. Entre las formas de nitrógeno, unas de las de mayor interés en las aguas son el amoniacal y el total.¹ El amoniaco es uno de los componentes transitorios en el agua, ya que es parte del ciclo del nitrógeno y se ve influido por la actividad biológica. Es un producto natural de la descomposición de los compuestos orgánicos nitrogenados. Las aguas superficiales no deben contener normalmente amoniaco. En general, la presencia de amoniaco libre o ion amonio se considera como una prueba química de contaminación reciente y peligrosa. Si el medio es aerobio, el nitrógeno amoniacal se transforma en nitritos.²

El nitrógeno total está compuesto por el nitrógeno amoniacal más el nitrógeno orgánico, y este está constituido por las formas de nitrógeno correspondientes al nitrato, nitrito y amonio.¹

En la actualidad las mediciones analíticas en el medio ambiente deben ser realizadas con calidad para satisfacer objetivos bien definidos, como es la vigilancia epidemiológica. En la presente década la química ambiental requiere del desarrollo, perfeccionamiento y validación de métodos de ensayos exactos, precisos y específicos para el análisis de los contaminantes del medio ambiente. El objetivo del presente trabajo fue evaluar los indicadores de calidad en la determinación de nitrógeno amoniacal y total en aguas de consumo y residuales por el método del fenato.

Métodos

Para la determinación de la función de calibración del nitrógeno amoniacal (N-amoniacal) y total (N- total) se empleó el método Kjeldhal,1 en un intervalo de concentraciones de 0,05 a 2 mg/L de nitrógeno amoniacal y 0,1 a 1,0 mg/L para el nitrógeno total. Al realizar la medición de 5 diluciones diferentes a partir de un patrón de referencia para la calibración de cloruro de amonio p.a. de 1 000 mg/L, se comprobó la exactitud mediante la adición del analito a una muestra de agua a 2 niveles de concentración 0,1 y 0, 4 mg/L para ambas formas de nitrógeno. Las mediciones fueron realizadas a una longitud de onda de 640 nm en un espectrofotómetro UV/visible CECIL CE 1021.

En la tabla 1 se presentan los índices de calidad evaluados. Se determinó la precisión mediante la desviación típica relativa expresada en porcentaje, a los mismos niveles de concentración anteriormente mencionados.

Tabla 1. Índices de calidad evaluados

Índice	No. de réplicas	Criterio de aceptación
Precisión (CV %)	8	< del 10 %
Sesgo (%)	8	< del 20 %
Incertidumbre	10	< del 15 %
Límite de detección (N-amoniacal)	10	Agua de consumo < 0,5 mg/L
Límite de detección (N-total)	10	Agua de consumo < 0,5 mg/L Agua residual < 5 mg/L

El sesgo como medida de la exactitud se calculó a partir de las mediciones realizadas para determinar la precisión, y se expresó también en porcentaje. El límite de detección² se obtuvo a partir de 10 réplicas de un blanco adicionado (0,025 mg/L para N- amoniacal y 0,06 mg/L para el N-total) empleando el mismo procedimiento de análisis que para las muestras. Se aplicó como criterio de selección la mitad de la concentración del primer punto de la curva de calibración, y se estimó como la concentración correspondiente a 3 veces la desviación típica de las mediciones. Se expresó en mg/L, tomando en consideración el valor de t de Student de una cola para el 99 % de confianza.

La incertidumbre³ se realizó a partir de la medición de 10 réplicas del nivel de concentraciones de 0,1 mg/L y 0,4 mg/L para el N-amoniacal y N-total, respectivamente, en igual matriz que la curva de calibración. Se preparó a partir de un patrón de referencia de cloruro de amonio p.a. de un lote diferente al empleado para

preparar las soluciones de referencia para el gráfico de calibración.1 La incertidumbre debe ser inferior o igual al 15 % de la concentración medida.4

Fueron analizadas 15 muestras de agua residual para la determinación del N-amoniaco y 11 para la determinación del N-total, así como 6 muestras de agua de consumo para ambas determinaciones. Se comprobó la normalidad en la distribución de los resultados mediante el *test* de Shapiro Wilk's W para los resultados de las muestras de agua de consumo y residuales analizadas, y al no encontrarse normalidad en ellos se reportaron los datos no paramétricos.5

La linealidad de la función de calibración se evaluó mediante el método de los mínimos cuadrados, según el programa Statistic para Windows, 1995. Se verificó la hipótesis de que la pendiente es igual a cero ($H_0: b = 0$) y de que el intercepto es igual a cero ($H_0: a = 0$) a un nivel de significación de 0,05 (Cuba. Oficina Nacional de Normalización. Vertimiento de aguas residuales a las aguas terrestres y al alcantarillado. Especificaciones. NC 27:99, La Habana, 1999. Catasú M. Curso de quimioterapia II. Facultad de Química. Universidad de La Habana. 2000:1-10).

Resultados

La calibración del método mantuvo un comportamiento lineal en el intervalo de concentraciones de 0,05 a 2,0 mg/L de N-amoniaco y 0,1 a 1,0 para el N-total. En la tabla 2 se reportan los resultados. El intercepto no fue estadísticamente diferente de cero.

Tabla 2. Función de calibración para el análisis de N-amoniaco y N-total en aguas de consumo y residuales

Parámetro	N-amoniaco	N-total
Intercepto (a)	0,005	- 0,006
Pendiente (b)	0,88	0,9341
R	0,999	0,999

Nivel de significación: 0,05.

En la tabla 3 se presentan los resultados de la precisión obtenida para los niveles de concentración evaluados. En la tabla 4 se muestran los valores obtenidos para el sesgo y la recuperación del método.

Tabla 3. Precisión obtenida para el método de análisis de N-amoniaco y N-total en aguas de consumo y residuales

Concentración de analito (mg/L)	Número de réplicas	N-amoniaco	N-total
---------------------------------	--------------------	------------	---------

		CV (%)	CV (%)
0,1	8	1,13	9,30
0,4	8	5,52	9,04

Tabla 4. Sesgo obtenido para el método de análisis de N-amoniacal en aguas de consumo y residuales

Analito (mg/L)	Número de réplicas	Sesgo (%)	
		N-amoniacal	N-total
0,1	8	9	1,0
0,4	8	17,5	0,5

La incertidumbre obtenida para el método de análisis de N-amoniacal fue de 8,17 y 10,89 % para el N-total. El límite de detección encontrado fue de 0,002 mg/L de N-amoniacal y de 0,01 mg/L para el nitrógeno total.

En todas las muestras de aguas de consumo procesadas, la concentración de N-amoniacal estuvo por debajo de 0,002 mg/L, no así para las muestras de agua residual en las que estas presentan una mediana de 15,48 mg/L con un valor máximo de 40,73 mg/L y un valor mínimo de 0,007 mg/L.

En relación con el nitrógeno total en las muestras de aguas de consumo se encontró una concentración menor de 0,01 mg/L. En aguas residuales la mediana de las concentraciones fue de 6,62 mg/L con un valor mínimo de 0,06 mg/L y máximo de 10,72 mg/L.

Discusión

La precisión para los niveles de concentración seleccionados se encuentra por debajo del 10 % y el sesgo se mantiene dentro de los niveles de calidad establecidos, es decir, menor del 20 %, por lo que estos índices se consideran satisfactorios. El valor de la incertidumbre está por debajo de los requisitos de calidad establecidos: menor del 15 %.

En aquellos métodos donde las mediciones se realizan a bajas concentraciones del analito es importante conocer cuál es la concentración más baja que el método puede detectar. El que nos ocupa presenta un límite de detección bajo en relación con el índice de contaminación (0,5 mg/L de amoniaco y nitrógeno total en agua de consumo) establecida en la norma cubana de agua potable. (Cuba. Oficina Nacional de

Normalización. Agua potable. Requisitos sanitarios y muestreo. NC 93-02:85, La Habana, 1985). Para el vertimiento de residuales en aguas se establece una concentración mínima de 5 mg/L de nitrógeno total (Cuba. Oficina Nacional de Normalización. Vertimiento de aguas residuales a las aguas terrestres y al alcantarillado. Especificaciones. NC 27:99, La Habana, 1999).

En cuanto a los resultados para el nitrógeno amoniacal y total, en las muestras de agua de consumo procesadas se encontró una concentración menor de 0,05 mg/L, la cual está por debajo de la concentración máxima establecida en la norma cubana.

En aguas residuales, la mediana de las concentraciones, tanto para el nitrógeno amoniacal como para el total, se encuentra por encima de la concentración máxima admisible para el vertimiento de aguas residuales.

Se concluye que los valores obtenidos para los índices de calidad son satisfactorios para los métodos de ensayo de N-amoniacal y N-total en aguas.

Summary

The results of the determination of ammoniacal and total nitrogen by the method of phenate in waters were presented aimed at evaluating the quality indicators applied for the validation of assay methods at the Laboratory of Inorganic Chemistry of the National Institute of Hygiene, Epidemiology and Microbiology. The precision, bias and uncertainty that were obtained in the lineal range of the calibration graph were evaluated as health indicators. The limit of detection of the method as well as the concentration of ammoniacal and total nitrogen of samples of drinking water and sewage processed by the evaluated method were reported. Water samples were processed by the methods indicated in this paper and the normality in the distribution of the results was proved by Shapiro Wilk's W test.

Key words: Ammoniacal nitrogen, validation, sewage, spectrophotometric method.

Referencias bibliográficas

1. APHA, AWWA, WPCF. Nitrogen ammonia phenate method. En: Standard methods for the examination of water and wastewater. Washington DC, CD ROOM; 2000.
2. U.S. Environmental Protection Agency. Folleto informativo de tecnologías de las aguas residuales. EPA Washington DC:832-F00-024, sept. 2000.
3. Eurachem. The fitness for purpose of analytical methods. Guide. First edition. Teddington, Ltd. UK;1998:14-58.
4. Eurachem. Uncertainty in analytical measurement . Guide. Second edition. Teddington; 2000:1.
5. Alfonzo Herrera A. Diagnóstico de la situación actual de los planes de recuperación de la calidad de las aguas del embalse Taiguaguay. Fundación para el Desarrollo de la Ciencia y la Tecnología en el estado de Aragua. Venezuela. CD ROOM: 2003.

Recibido: 8 de julio de 2004. Aprobado: 19 de julio de 2004.

Máster Olivia Sardiñas Peña. Instituto Nacional de Higiene, Epidemiología y Microbiología. Calle Infanta No. 1158 entre Llinás y Clavel, Centro Habana, Cuba.

1 Máster en Salud Ambiental. Investigadora Agregada.

2 Técnico en Química.