



UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
MODALIDAD: INVESTIGACIÓN



**TRABAJO DE TITULACIÓN PRESENTADO COMO REQUISITO PREVIO
PARA OBTENER EL GRADO DE QUÍMICO Y FARMACÉUTICO**

TEMA:

ESTUDIO COMPARATIVO DEL MÉTODO TI-TRIMÉTRICO Y
ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VISIBLE PARA LA DETERMINACIÓN DE
NITRÓGENO AMONIAICAL EN AGUAS RESIDUALES

LÍNEA DE INVESTIGACIÓN

CIENCIAS BÁSICAS, BIOCONOCIMIENTO Y DESARROLLO INDUSTRIAL.

SUB-LINEA DE INVESTIGACIÓN

GESTIÓN AMBIENTAL

AUTORES:

PONCE ROSADO JULISSA ROMINA
SAETAMA SUÁREZ JOSELINE MICHELLE

TUTOR:

Q.F. CARLOS VALDIVIEZO ROGEL

TUTOR REVISOR:

Q.F. PATRICIA JIMENEZ GRANIZO

GUAYAQUIL-ECUADOR
2022 – 2023

ANEXO XI .- FICHA DE REGISTRO DE TESIS/TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR

TÍTULO Y SUBTÍTULO:	ESTUDIO COMPARATIVO DEL MÉTODO TI-TRIMÉTRICO Y ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VISIBLE PARA LA DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO AMONIACAL EN AGUAS RESIDUALES.		
AUTORES	PONCE ROSADO JULISSA ROMINA SAETAMA SUÁREZ JOSELINE MICHELLE		
DOCENTE TUTOR Y DOCENTE REVISOR	QF. CARLOS VALDIVIEZO ROGEL QF. PATRICIA JIMENEZ GRANIZO		
INSTITUCIÓN	UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL		
UNIDAD/FACULTAD:	FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS		
MAESTRÍA/ESPECIALIDAD:	N/A		
GRADO OBTENIDO:	TERCER NIVEL – QUÍMICO Y FARMACÉUTICO		
FECHA DE PUBLICACIÓN:	2022	No. DE PÁGINAS:	78
ÁREAS TEMÁTICAS:	INVESTIGACIÓN		
PALABRAS CLAVES/ KEYWORDS:	<p>Palabras clave: Nitrógeno amoniacal, aguas residuales, validación.</p> <p>Keywords: Ammoniacal nitrogen, wastewater, validation.</p>		

RESUMEN

Las aguas residuales son aquellas aguas que contiene un alto nivel de contaminante, físicos, químicos y microbiológicos siendo esto dañino para la salud y el medio ambiente. Uno de los contaminantes importante en las aguas residuales es el nitrógeno amoniacal. El nitrógeno en forma de amoniaco se lo determina nitrógeno amoniacal.

Este está asociado a moléculas orgánicas. La presencia de nitrógeno en los recursos hídrico representa un aumento de acidez, eutrofización y toxicidad en los ecosistemas acuáticos. Afectando así a las especies marítimas en su sobrevivencia, crecimiento y reproductibilidad. Este proyecto pretende evaluar la concentración de nitrógeno amoniacal en aguas residuales. Para lo cual, se contempla el desarrollo y comparación de dos métodos analíticos, tanto el ti-trimétrico y espectrofotometría uv-vis.

El método ti trimétrico o método volumétrico, nos permite buscar la concentración de una sustancia de forma indirecta midiendo el volumen de una disolución de concentración conocida, que se necesita para que reaccione con otra sustancia químicamente equivalente. La espectrofotometría uv-vis, se utiliza para análisis cuantitativos tanto de sustancias químicas, biológicas, orgánicas e inorgánica. Midiendo la cantidad de luz absorbida del compuesto que se encuentra en solución. En esta investigación concluimos que la metodología para la validación es bastante fiable para concentraciones altas de nitrógeno amoniacal.

ADJUNTO PDF:	<input checked="" type="checkbox"/> SI	NO
CONTACTO CON AUTOR/ES:	Teléfono: 0978650953 0988579313	E-mail: joseline_49@hotmail.com julissa.poncer@ug.edu.ec
CONTACTO CON LA INSTITUCIÓN:	Nombre: FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS Teléfono: (04) 2293680 E-mail: www.fcq.ug.edu.ec	

ANEXO VI. - CERTIFICADO DEL DOCENTE-TUTOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR

FACULTAD: CIENCIAS QUÍMICAS

CARRERA: QUÍMICA Y FARMACIA

Guayaquil, 14 de Septiembre del 2022

Sr. /Sra.

Mgs. María Alarcón Perasso

DIRECTOR (A) DE LA CARRERA: QUÍMICA Y FARMACIA

FACULTAD: CIENCIAS QUIMICAS

UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL

Ciudad. -

De mis consideraciones:

Envío a Ud. el Informe correspondiente a la tutoría realizada al Trabajo de integración curricular título: Estudio comparativo del método ti – trimétrico y espectrofotometría uv-visible para la determinación de nitrógeno amoniacal en aguas residuales de las estudiantes: PONCE ROSADO JULISSA ROMINA Y SAETAMA SUÁREZ JOSELINE MICHELLE, indicando que han cumplido con todos los parámetros establecidos en la normativa vigente:

- El trabajo es el resultado de una investigación.
- El estudiante demuestra conocimiento profesional integral.
- El trabajo presenta una propuesta en el área de conocimiento.
- El nivel de argumentación es coherente con el campo de conocimiento.

Adicionalmente, se adjunta el certificado de porcentaje de similitud y la valoración del trabajo de integración curricular con la respectiva calificación.

Dando por concluida esta tutoría de trabajo de integración curricular, CERTIFICO, para los fines pertinentes, que las estudiantes están aptas para continuar con el proceso de revisión final.

Atentamente,



Firmado electrónicamente por:
**CARLOS JEFFERSON
VALDIVIEZO ROGEL**

Q.F. Valdiviezo Rogel Carlos Jefferson

TUTOR DE TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR

C.I.0704785971

FECHA:14 de septiembre del 2022

ANEXO VIII.- INFORME DEL DOCENTE REVISOR

Guayaquil, 22 de Septiembre del 2022

Sr. /Sra. Nombre completo
Mgs. María Alarcón Perasso
DIRECTOR (A) DE LA CARRERA QUÍMICA Y FARMACIA
FACULTAD CIENCIAS QUIMICA
UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL
Ciudad. –

De mis consideraciones:

Envío a Ud. el Informe correspondiente a la REVISIÓN FINAL del trabajo de integración curricular: Estudio comparativo del método ti-trimétrico y espectrofotometría Uv- Visible para la determinación de nitrógeno amoniacal en aguas residuales del o de los estudiantes Ponce Rosado Julissa Romina y Saetama Suárez Joseline Michaelle. Las gestiones realizadas me permiten indicar que el trabajo fue revisado considerando todos los parámetros establecidos en las normativas vigentes, en el cumplimiento de los siguientes aspectos:

Cumplimiento de requisitos de forma:

El título tiene un máximo de 20 palabras.

La memoria escrita se ajusta a la estructura establecida.

El documento se ajusta a las normas de escritura científica seleccionadas por la Facultad.

La investigación es pertinente con la línea y sub-líneas de investigación de la carrera.

Los soportes teóricos son de máximo 5 años

La propuesta presentada es pertinente.

Cumplimiento con el Reglamento de Régimen Académico:

El trabajo es el resultado de una investigación.

El estudiante demuestra conocimiento profesional integral.

El trabajo presenta una propuesta en el área de conocimiento.

El nivel de argumentación es coherente con el campo de conocimiento.

Adicionalmente, se indica que fue revisado el certificado de porcentaje de similitud, la valoración del tutor, así como de las páginas preliminares solicitadas, lo cual indica que el trabajo de investigación cumple con los requisitos exigidos.

Una vez concluida esta revisión, considero que el estudiante está apto para continuar el proceso de integración curricular. Particular que comunicamos a usted para los fines pertinentes.

Atentamente,

FRANCISCA PATRICIA
JIMENEZ GRANIZO



Firmado digitalmente por
FRANCISCA PATRICIA JIMENEZ
GRANIZO
Fecha: 2022.09.22 13:31:01 -0500

Q.F JIMENEZ GRANIZO FRANCISCA PATRICIA
C.I. 0906023924
FECHA: 22/9/2022

ANEXO VII. - CERTIFICADO PORCENTAJE DE SIMILITUD

Habiendo sido nombrado Valdiviezo Rogel Carlos Jefferson, tutor del trabajo de integración curricular certifico que el presente trabajo ha sido elaborado por Ponce Rosado Julissa Romina y Saetama Suárez Joseline Michelle, con mi respectiva supervisión como requerimiento parcial para la obtención del título de Químico farmacéutico.

Se informa que el trabajo de integración curricular: Estudio comparativo del método ti – trimétrico y espectrofotometría uv- visible para la determinación de nitrógeno amoniacal en aguas residuales, ha sido orientado durante todo el periodo de ejecución en el programa anti plagio Turnitin quedando el 2 % de coincidencia.



Firmado electrónicamente por:
CARLOS JEFFERSON
VALDIVIEZO ROGEL

Valdiviezo Rogel Carlos Jefferson
TUTOR DE TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR
C.I.: 0704785971
Fecha: 15/9/2022



Recibo digital

Este recibo confirma que su trabajo ha sido recibido por Turnitin. A continuación podrá ver la información del recibo con respecto a su entrega.

La primera página de tus entregas se muestra abajo.

Autor de la entrega:	Ponce Rosado Julissa Romina Saetama Suárez Joseline Mich...
Título del ejercicio:	Quick Submit
Título de la entrega:	ESTUDIO COMPARATIVO DEL MÉTODO TI-TRIMÉTRICO Y ESP...
Nombre del archivo:	DOC_TURNITIN_PONCEJULISA_SAETAMAJOSELINE.docx
Tamaño del archivo:	59.76K
Total páginas:	30
Total de palabras:	5,475
Total de caracteres:	33,082
Fecha de entrega:	11-sept.-2022 07:07p. m. (UTC-0500)
Identificador de la entre..	1897325957



Derechos de autor 2022 Turnitin. Todos los derechos reservados.



Firmado electrónicamente por:
**CARLOS JEFFERSON
VALDIVIEZO ROGEL**

Valdiviezo Rogel Carlos Jefferson
TUTOR DE TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR
C.I.: 0704785971
Fecha: 15/9/2022



Guayaquil, 14 de Septiembre 2022



APROBACIÓN DEL TUTOR

En calidad de Tutor de trabajo de titulación, certifico: Que he asesorado, guiado y revisado el trabajo de titulación en la modalidad de investigación, cuyo título es: Estudio comparativo del método ti-trimétrico y espectrofotometría Uv- Visible para la determinación de nitrógeno amoniacal en aguas residuales presentado por Ponce Rosado Julissa Romina, con C.I. 0931887699 y Saetama Suárez Joseline Michelle, con C.I. 0950233478 previo a la obtención del título Químico Farmacéutico.



Firmado electrónicamente por:
CARLOS JEFFERSON
VALDIVIEZO ROGEL

Valdiviezo Rogel Carlos Jefferson
TUTOR DE TRABAJO DE INTEGRACIÓN
CURRICULAR
C.I.: 0704785971
Fecha: 14/9/2022



Guayaquil, 22 de septiembre del 2022

CERTIFICACIÓN DEL TUTOR REVISOR

Habiendo sido nombrada Q.F. FRANCISCA PATRICIA JIMENEZ GRANIZO, tutora revisora del trabajo cuyo título es Estudio comparativo del método ti-trimetrico y espectrofotometría Uv-Visible para la determinación de nitrógeno amoniacal en aguas residuales del o de los estudiantes presentado por Ponce Rosado Julissa Romina, con C.I. No. 0931887699 y Saetama Suárez Joseline Michelle , con C.I. No. 0950233478, con mi respectiva supervisión como requerimiento parcial para la obtención del título de Químico y Farmacéuticos, en la Facultad de Ciencias Químicas, ha sido revisado y aprobado en todas sus partes, encontrándose apto para su sustentación.

Este trabajo ha sido aprobado en su totalidad y se adjunta el informe de Anti plagió del programa TURNITIN, quedando 2% de coincidencia.

FRANCISCA
PATRICIA JIMENEZ
GRANIZO

Firmado digitalmente por
FRANCISCA PATRICIA
JIMENEZ GRANIZO
Fecha: 2022.09.22 13:33:08
-05'00'

Q.F. FRANCISCA PATRICIA JIMENEZ GRANIZO

DOCENTE REVISOR

C.I.:0906023924

FECHA: 22 DE SEPTIEMBRE 2022

Guayaquil, 05 de octubre del 2022

CERTIFICADO DEL TRIBUNAL ACTA DEL REGISTRO DE LA SUSTENTACIÓN FINAL

El tribunal de sustentación del trabajo de titulación de las señoritas **PONCE ROSADO JULISSA ROMINA** con C.I. **0931887699** y **SAETAMA SUÁREZ JOSELINE MICHELLE** con C.I. **0950233478**, después de ser examinados en su presentación, memoria científica y defensa oral da por aprobado el trabajo de titulación.

**FRANCISCA
PATRICIA JIMENEZ
GRANIZO**

Firmado digitalmente por
FRANCISCA PATRICIA
JIMENEZ GRANIZO
Fecha: 2022.11.11
08:41:13 -05'00'

Q.F. JIMÉNEZ GRANIZO FRANCISCA PATRICIA
PRESIDENTA DEL TRIBUNAL

**GUSTAVO
SAUL
ESCOBAR
VALDIVIESO**

Firmado digitalmente
por GUSTAVO SAUL
ESCOBAR VALDIVIESO
Fecha: 2022.11.16
14:27:40 -05'00'

Bigo. SAUL GUSTAVO ESCOBAR VALDIVIESO
DOCENTE MIEMBRO 1 DEL TRIBUNAL GENERAL



Firmado electrónicamente por:
**JORGE STALIN
QUICHIMBO
MORAN**

Ing. JORGE STALIN QUICHIMBO MORAN
DOCENTE MIEMBRO 2 DEL TRIBUNAL GENERAL



Firmado electrónicamente por:
**FRANCISCO XAVIER
PALOMEQUE ROMERO**

Ab. FRANCISCO PALOMEQUE ROMERO, Mgs.
SECRETARIO GENERAL

ANEXO XII .- DECLARACIÓN DE AUTORÍA Y DE AUTORIZACIÓN DE LICENCIA GRATUITA INTRANSFERIBLE Y NO EXCLUSIVA PARA EL USO NO COMERCIAL DE LA OBRA CON FINES NO ACADÉMICOS

Nosotros, PONCE ROSADO JULISSA ROMINA con C.I. 0931887699 Y SAETAMA SUÁREZ JOSELINE MICHELLE con C.I. 0950233478, certificamos que los contenidos desarrollados en este trabajo de integración curricular, cuyo título es “ESTUDIO COMPARATIVO DEL MÉTODO TI-TRIMÉTRICO Y ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VISIBLE PARA LA DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO AMONIACAL EN AGUAS RESIDUALES” son de nuestra absoluta propiedad y responsabilidad, en conformidad al Artículo 114 del CÓDIGO ORGÁNICO DE LA ECONOMÍA SOCIAL DE LOS CONOCIMIENTOS, CREATIVIDAD E INNOVACIÓN*, autorizamos la utilización de una licencia gratuita intransferible, para el uso no comercial de la presente obra a favor de la Universidad de Guayaquil.



PONCE ROSADO JULISSA ROMINA
C.I. 0931887699



SAETAMA SUÁREZ JOSELINE MICHELLE
C.I. 0950233478

*CÓDIGO ORGÁNICO DE LA ECONOMÍA SOCIAL DE LOS CONOCIMIENTOS, CREATIVIDAD E INNOVACIÓN (Registro Oficial n. 889 Dic./2016) Artículo 114.- De los titulares de derechos de obras creadas en las instituciones de educación superior y centros educativos.- En el caso de las obras creadas en centros educativos, universidades, escuelas politécnicas, institutos superiores técnicos, tecnológicos, pedagógicos, de artes y los conservatorios superiores, e institutos públicos de investigación como resultado de su actividad académica o de investigación tales como trabajos de titulación, proyectos de investigación o innovación, artículos académicos, u otros análogos, sin perjuicio de que pueda existir relación de dependencia, la titularidad de los derechos patrimoniales corresponderá a los autores. Sin embargo, el establecimiento tendrá una licencia gratuita, intransferible y no exclusiva para el uso no comercial de la obra con fines académicos.

DEDICATORIA

Dedico con todo mi corazón mi tesis a mi madre, Cecilia Suárez, que ha sido la persona por la cual he podido llegar a culminar esta etapa, pues ella con su arduo esfuerzo, consejos, ha sido quién me ha impulsado a luchar por esto, sin duda, sin ella no hubiese sido posible este logro. A mis padres Marcelo Saetama y Giovanny Potes, quienes han sido también un pilar fundamental en todo este arduo camino, sus conocimientos, consejos y sacrificio por parte de ambos han contribuido lo que soy ahora mismo. A mi querido hermano, Francisco, pues ha sido fiel testigo de todo lo duro que ha podido ser llegar hasta aquí, espero ser su fuente de inspiración y confío en que el seguirá construyendo su camino para lograr ser un excelente profesional con la bendición de Dios.

A mi tía Irene (+), que ha sido mi fuente de inspiración y superación, a mi tío Fausto (+), que consideraba como mi abuelo, esto es dedicado a ellos también que se que desde el cielo celebran junto a mi este gran logro. Finalmente, pero igual de importante, a mi padrino Jorge, mi tía Blanca, abuelita Victoria y demás familiares, por ayudarme en todo momento y contagiarme con su entusiasmo cada vez que existían situaciones complicadas. A todos y cada uno de ustedes les agradezco tanto. Los llevo siempre en mi corazón.

Joseline Saetama Suárez

AGRADECIMIENTO

Haber llegado hasta este momento ha significado el resultado del constante esfuerzo, lucha y perseverancia. Agradecemos a Dios por habernos permitido llegar hasta aquí, a nuestras familias por el apoyo que nos han brindado, dándonos ejemplos de superación, humildad y sacrificio.

Queremos agradecer también a nuestros amigos incondicionales, los cuales han sido un gran apoyo durante el proceso de elaboración de este trabajo, aquellos que nos brindaron un poco de su tiempo, por haber estado prestos a apoyarnos en todo lo que hemos necesitado, por haber sido un ejemplo a seguir y encaminarnos hacia el camino del éxito.

Sin duda, el desarrollo de esta tesis no pudo haberse llevado a cabo de mejor manera sin la ayuda del laboratorio que nos permitió realizar toda la parte experimental de este estudio, queremos expresar gratitud a Laboratorio Ingeestudios por brindarnos su apoyo incondicional, sin esto no hubiese sido posible lograr este objetivo.

Julissa Ponce Rosado

Joseline Saetama Suárez

Contenido

RESUMEN.....	xix
ABSTRACT.....	xx
INTRODUCCIÓN.....	1
CAPITULO I	3
I.1. PLANTEAMIENTO Y FORMULACIÓN DEL PROBLEMA.....	3
I.1.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	3
I.1.2. FORMULACIÓN DEL PROBLEMA.....	4
I.2. JUSTIFICACIÓN E IMPORTANCIA.....	4
I.3. HIPÓTESIS.....	5
I.4 OBJETIVOS GENERALES Y ESPECÍFICOS	5
I.4.1 OBJETIVO GENERAL	5
I.4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	5
CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO	7
II.1. ANTECEDENTES.....	7
II.2. MARCO TEÓRICO	8
II.2.1. AGUAS RESIDUALES.....	8
➤ AGUAS RESIDUALES, TIPOS.....	8
II.2.2 NITROGENO AMONIACAL	9
II. 2.2.1. CICLO DEL NITRÓGENO	10
II.2.3. ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VIS.....	10
II.2.4 MÉTODO TI-TRIMÉTRICO.....	12
II.2.5. VALIDACIÓN.....	12
II.2.6. CARACTERÍSTICAS ANALÍTICAS TÍPICAS DE LA VALIDACIÓN.....	13
CAPITULO III. MATERIALES Y MÉTODOS	15
III.1. METODOLOGÍA	15
III.1.2. TIPO Y ENFOQUE DE INVESTIGACIÓN	16
III.1.3. ENFOQUE DE LA INVESTIGACIÓN	16
III.1.3.1. ENFOQUE CUANTITATIVO.....	16
III.1.4. DISEÑO EXPERIMENTAL.....	16
III.1.4.1. RECOLECCIÓN DE MUESTRA	16
III.1.4.2. RANGO DE TRABAJO.....	17
III.1.5. PERÍODO DE INVESTIGACIÓN.....	17

III.1.6. MUESTRA	17
III.1.7. LUGAR DEL LABORATORIO DE ANÁLISIS	17
II.2. FUNDAMENTO DE LA TÉCNICA	18
III.2.1. MÉTODO TI-TRIMÉTRICO	18
III.2.2. ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VIS	18
III.2.3. INTERFERENCIAS	19
III.2.1. EQUIPOS Y REACTIVOS	19
III.2.2. EQUIPOS:	19
III.2.3. REACTIVOS:	20
III.2.4. MATERIALES:	21
III.3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	22
III.3.1. PREPARACIÓN DE REACTIVOS	22
III.3.2. VALIDACIÓN DE UN MÉTODO ANALÍTICO POR MÉTODO TI- TRIMETRICO Y ESPECTROFOTOMETRÍA CON DETECCIÓN UV-VIS.	22
III.3.2.1. TI -TRIMÉTRICO	22
III.4. PROCEDIMIENTO PARA ANALIZAR NITRÓGENO AMONIACAL POR EL MÉTODO VOLUMÉTRICO 4500-NH3C	24
III.5. PROCEDIMIENTO PARA ANALIZAR NITRÓGENO AMONIACAL EN ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VIS - TEST 'N TUBE	26
CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	27
IV. 4.1. CALCULOS.....	27
IV.4.1.1. ELECCIÓN DE PARÁMETROS ANALÍTICOS DE VALIDACIÓN Y FIJACIÓN DE OBJETIVOS.....	27
IV.4.1.2. RESULTADOS ANALÍTICOS – MATRIZ DE AGUA SUPERFICIAL	28
IV.4.1.3. RESULTADOS ANALÍTICOS – MATRIZ DE AGUA RESIDUAL	29
IV.4.2. RESUMEN DE HOJA CÁLCULO DEL ANOVA PARA EL MÉTODO TI- TRIMÉTRICO	30
IV.4.3. RESUMEN DE HOJA CÁLCULO DEL ANOVA PARA EL MÉTODO ESPECTROFOMÉTRICO	31
DISCUSIÓN TABLA 4:.....	32
DISCUSIÓN TABLA 5:.....	32
IV.4.4. INCERTIDUMBRE DEL ESTÁNDAR	33
IV.4.5. DISCUSIÓN	34
IV.4.7. DISCUSIÓN	35
DISCUSIÓN	35
CAPÍTULO V. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	36
V.1. CONCLUSIÓN	36
V.2. RECOMENDACIÓN	38

BIBLIOGRAFÍA.....	39
ANEXOS.....	42

INDICE DE TABLA

Tabla 1. Elección de parámetros analíticos de validación, fijación de objetivos. ...	27
Tabla 2. Resultados Analíticos correspondiente a matriz de agua superficial.....	28
Tabla 3. Resultados Analíticos correspondiente a matriz de agua superficial.....	29
Tabla 4. Hoja De Trabajo: ANOVA II Verificación De Validación.....	30
Tabla 5. Hoja De Trabajo: ANOVA II Verificación De Validación.....	31
Tabla 6. Incertidumbre del Estándar por Espectrofotometría UV-VIS	33
Tabla 7. Incertidumbre del Estándar	34

INDICE DE ILUSTRACIONES

Ilustración 1. esquema del espectrofotómetro uv-visible.	11
Ilustración 2.Zona de investigación - Recolección de muestras "Santa María Casa Grande II"	18
Ilustración 3.Incertidumbre del Estándar por Espectrofotometría UV-VIS.....	33
Ilustración 4. Incertidumbre del Estándar	35

INDICE DE ANEXOS

ANEXO 1. EQUIPO DESTILADOR DE NITRÒGENO/PROTEÌNAS TECNAL	42
ANEXO 2.EQUIPO ESPECTROFOTÓMETRO UV-VIS DR3900.....	43
ANEXO 3. MANTENIMIENTO Y LIMPIEZA DEL DESTILADOR.....	43
ANEXO 4. MUESTRA DE AGUA SUPERFICIAL.....	44
ANEXO 5. ANÁLISIS DE MUESTRAS PARA LECTURAS EN EL ESPECTROFOTÓMETRO.....	44
ANEXO 6. PREPARACIÓN DE LOS ESTÁNDARES.	45
ANEXO 7. DESTILACIÓN DE MUESTRA.....	46
ANEXO 8.HOJA DE TRABAJO: ANOVA II VERIFICACIÓN DE VALIDACIÓN	47
ANEXO 9.HOJA DE TRABAJO: ANOVA II VERIFICACIÓN DE VALIDACIÓN	51
ANEXO 10.HOJA DE TRABAJO: ANOVA II VERIFICACIÓN DE VALIDACIÓN	55
ANEXO 11.HOJA DE TRABAJO: ANOVA II VERIFICACIÓN DE VALIDACIÓN	59
ANEXO 12. HOJA DE TRABAJO: ANOVA II VERIFICACIÓN DE VALIDACIÓN	63
ANEXO 13.HOJA DE TRABAJO: ANOVA II VERIFICACIÓN DE VALIDACIÓN	67
ANEXO 14.HOJA DE TRABAJO: ANOVA II VERIFICACIÓN DE VALIDACIÓN	71
ANEXO 15.HOJA DE TRABAJO: ANOVA II VERIFICACIÓN DE VALIDACIÓN	75

RESUMEN

Las aguas residuales son aquellas aguas que contiene un alto nivel de contaminante, físicos, químicos y microbiológicos siendo esto dañino para la salud y el medio ambiente. Uno de los contaminantes importante en las aguas residuales es el nitrógeno amoniacal. El nitrógeno en forma de amoniaco se lo determina nitrógeno amoniacal.

Este está asociado a moléculas orgánicas. La presencia de nitrógeno en los recursos hídrico representa un aumento de acidez, eutrofización y toxicidad en los ecosistemas acuáticos. Afectando así a las especies marítimas en su sobrevivencia, crecimiento y reproductibilidad. Este proyecto pretende evaluar la concentración de nitrógeno amoniacal en aguas residuales. Para lo cual, se contempla el desarrollo y comparación de dos métodos analíticos, tanto el ti-trimétrico y espectrofotometría uv-vis.

El método ti trimétrico o método volumétrico, nos permite buscar la concentración de una sustancia de forma indirecta midiendo el volumen de una disolución de concentración conocida, que se necesita para que reaccione con otra sustancia químicamente equivalente. La espectrofotometría uv-vis, se utiliza para análisis cuantitativos tanto de sustancias químicas, biológicas, orgánicas e inorgánica. Midiendo la cantidad de luz absorbida del compuesto que se encuentra en solución. En esta investigación concluimos que la metodología para la validación es bastante fiable para concentraciones altas de nitrógeno amoniacal.

➤ **Palabras clave:** Nitrógeno amoniacal, aguas residuales, validación.

ABSTRACT

Wastewater is water that contains a high level of contaminants, physical, chemical and microbiological, this being harmful to health and the environment. One of the important contaminants in wastewater is ammoniacal nitrogen. Nitrogen in the form of ammonia is determined by ammoniacal nitrogen.

This is associated with organic molecules. The presence of nitrogen in water resources represents an increase in acidity, eutrophication and toxicity in aquatic ecosystems. Thus affecting maritime species in their survival, growth and reproducibility. This project aims to evaluate the concentration of ammoniacal nitrogen in wastewater. For which, the development and comparison of two analytical methods is contemplated, both titrimetric and uv-vis spectrophotometry.

The titrimetric method or volumetric method allows us to find the concentration of a substance indirectly by measuring the volume of a solution of known concentration, which is needed to react with another chemically equivalent substance. UV-vis spectrophotometry is used for quantitative analysis of chemical, biological, organic and inorganic substances. Measuring the amount of light absorbed by the compound that is in solution. In this investigation we conclude that the validation methodology is quite reliable for high concentrations of ammoniacal nitrogen.

➤ **Keywords:** Ammoniacal nitrogen, wastewater, validation.

INTRODUCCIÓN

Las aguas residuales contienen sustancias originadas de los desperdicios de zonas metropolitanas y fábricas (Ecomar, 2020). Los países ricos vierten el 30 % de estas aguas sin ser tratadas, la clase media – alta el 62%, la clase media – baja el 72% y la clase pobres el 92%. Más de la mitad de estas aguas contaminada son vaciadas sin tratamiento (UNESCO, 2017). Las aguas residuales son conformadas tanto por carbohidratos, grasas, cloruro, metales, nitrógeno, muestras biológicas y gases (Ecomar, 2020)

El nitrógeno amoniacal es el nitrógeno transformado en amoniaco y este se encuentra dentro de las aguas residuales. Como se describe en el párrafo anterior estas aguas contienen muestras biológicas es decir moléculas orgánicas las cuales se encuentran asociada con el nitrógeno por lo cual cuando existe una descarga de agua residuales cruda o de desechos orgánicos sólidos este se encuentra en forma de nitrógeno orgánico por lo que está sujeto a ser consumido por microorganismos la cual lo procesaran y transformaran en nitrógeno amoniacal (Microlab Industrial, 2017).

Una de las características del nitrógeno amoniacal es que se va a ver afectado por el pH, a mayor acides este es transformado a ion amonio, a mayor alcalinidad este se transforma en gas amoniaco siendo capaz de volatilizarse en el medio ambiente. Otra forma del nitrógeno es el nitrito que se da por un proceso denominado nitrificación esto ocurre cuando existe una oxidación biológica (Microlab Industrial, 2017).

La nitrificación se lleva a cabo por grupos selectos de microorganismos que se desarrollan y metabolizan lentamente. Si existe una variación en sus condiciones de crecimiento puede desarrollarse una alta aglomeración de nitrógeno amoniacal. (Microlab Industrial, 2017).

Estas aguas, deben ser tratadas en plantas específicas para tratamientos de aguas residuales para su purificación antes de ser vaciada a los mares. Ya que, si estas se encuentran contaminada, mayor al límite máximo permisible provoca la contaminación ambiental, acuática y atraerá enfermedades.

Este proyecto pretende evaluar la concentración de nitrógeno amoniacal en aguas residuales. Para lo cual, se contempla el desarrollo y comparación de dos métodos analíticos, tanto el ti-trimétrico y espectrofotometría uv-visible. Ellos nos permiten establecer el estudio comparativo de los niveles de concentración del compuesto y la necesidad de declarar el contenido de nitrógeno amoniacal cumpliendo con los límites permisibles de la normativas nacional e internacional.

De esta manera, se obtendrá información relevante para su análisis. Cabe destacar que el estudio sobre el nitrógeno amoniacal merece la dedicación y esfuerzo de los investigadores para poder comparar métodos cada vez más robustos, sensible, selectivo y factible, priorizando en esta investigación las técnicas instrumentales antes mencionadas.

CAPITULO I

I.1. Planteamiento y Formulación Del Problema

I.1.1. Planteamiento Del Problema

El nitrógeno amoniacal resulta del suceso de algunas reacciones químicas y microbiológicas ocasionando efectos dañinos al nivel ambiental y sanitario. El nitrógeno amoniacal es uno de los recursos hídricos que es el productor de acidez, eutrofización en los ambientes fluviales, afectando su forma de vida (Cárdenas, Sánchez, 2013).

La ingesta de agua contaminada por nitrógeno establece un riesgo para la salud o en conexión directa con ciertas sustancias tóxicas liberada por la floración de cianobacterias en un ambiente eutrofizado (Cárdenas, Sánchez, 2013). Las contaminaciones de las aguas residuales son complejas debido a que estas se encuentran conformadas por compuestos orgánicos e inorgánicos por lo tanto no existe un método para tener un análisis completo.

El nitrógeno amoniacal es un indicador de que exista un proceso de nitrificación y eutrofización, este elemento se puede presentar en el agua de diversas formas ya que es un componente propio de las aguas residuales, en donde, los compuestos nitrogenados son nocivos para el medio ambiente ya que significan un riesgo para el medio ambiente, afectando la vida de organismo acuáticos y de ser un riesgo para la humanidad.

De esta manera, se pretende comparar cuál método, entre el ti-trimétrico y espectrofotometría Uv-visible es aquel que nos brinda mayor facilidad para la determinación de nitrógeno amoniacal en aguas residuales.

I.1.2. Formulación Del Problema

¿Presentarán diferencias significativas la determinación de nitrógeno amoniacal en aguas residuales domésticas, obtenidos a partir de la validación de distintas técnicas analíticas como el método Ti-Trimétrico y Espectrofotometría Uv-Visible?

I.2. Justificación e Importancia

Esta investigación se realiza con la finalidad de establecer una comparación de métodos para resaltar sus semejanzas y diferencias, así poder determinar cuál es económicamente más rentable, si existe un rango mayor de diferencia en los resultados y cual tiene un proceso de mayor duración. El beneficio de esta investigación es poder elegir el método más rentable para el laboratorio ya sea por factor económico o factor tiempo para así poder realizar sus análisis conforme a sus necesidades.

Los beneficiados en esta investigación son los laboratorios, el ministerio del ambiente, el medio ambiente y la población. Los laboratorios porque tiene la disponibilidad de elegir el método de acuerdo a sus necesidades, el ministerio del ambiente se beneficiará de los resultados del laboratorio y así podrá ejecutar acciones preventivas y necesarias para resolver el problema, el medio ambiental, porque al haber una solución ya no existirá o se disminuirá la contaminación tanto en el aire como en el ecosistema marítimo.

Una de las problemáticas de mayor importancia en contaminación es el nitrógeno amoniacal este produce nitrificación, acidez, eutrofización y toxinas toxicas afectando tanto la salud humana como el ecosistema acuático ya sea en su sobrevivencia, crecimiento y reproductibilidad.

- Nitrógeno amoniacal / Límite máximo permisible 30 mg/L (Tulsma, 2017).

I.3. Hipótesis

La determinación de nitrógeno amoniacal en aguas residuales domésticas a partir de distintas técnicas analíticas validadas como el método ti-trimétrico y espectrofotometría Uv-visible presentaran diferencias significativas.

I.4 Objetivos Generales y Específicos

I.4.1 Objetivo General

Evaluar el nivel de concentración de nitrógeno amoniacal en aguas residuales domésticas mediante la aplicación de técnicas analíticas por el método Ti-Trimétrico y Espectrofotometría Uv-visible.

I.4.2 Objetivos Específicos

1. Validar un método analítico para la identificación de Nitrógeno amoniacal en aguas residuales domésticas mediante espectrofotometría Uv- Visible.
2. Validar un método analítico para la identificación de Nitrógeno amoniacal en aguas residuales domésticas mediante el método Ti-trimétrico.
3. Establecer el estudio comparativo de la determinación de Nitrógeno amoniacal en aguas residuales domésticas mediante el método Ti-trimétrico y Espectrofotometría Uv-visible.

I.5. Operacionalización de las variables

TIPO	VARIABLES	CONCEPTUALIZACIÓN	INDICADOR
Independiente	Método ti-trimétrico y espectrofotometría Uv-visible	El método ti-trimétrico nos permite determinar la concentración de una sustancia de forma indirecta. Método espectrofotometría Uv-visible nos permite realizar un análisis cuantitativo de sustancia química, biológica, orgánica o inorgánica.	Calidad de agua
Dependiente	Determinar la concentración de nitrógeno amoniacal	Es un indicador de contaminación ambiental	mg/L

CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO

II.1. Antecedentes

Las aguas residuales contienen sustancias originadas de los desperdicios de zonas metropolitanas y fábricas (Ecomar, 2020). Los países ricos vierten el 30 % de estas aguas sin ser tratadas, la clase media – alta el 62%, la clase media – baja el 72% y la clase pobres el 92%. Más de la mitad de estas aguas contaminada son vaciadas sin tratamiento (UNESCO, 2017). Las aguas residuales son conformadas tanto por carbohidratos, grasas, cloruro, metales, nitrógeno, muestras biológicas y gases (Ecomar, 2020)

Las aguas residuales son aquellas aguas que contiene un alto nivel de contaminante, físicos, químicos y microbiológicos. Entre los contaminantes físicos tenemos; heces fecales, orina, etc. Contaminantes químicos: carbohidratos, grasas, fenoles, etc. Contaminantes microbiológicos: plantas, protistas, virus, etc. (Eddy, Metcalf, 1995).

Esta vez nos enfocaremos en uno de los contaminantes químicos más peligroso siendo este el nitrógeno amoniacal, este provoca una disminución en la calidad de agua, muerte de las especies que viven en ella, enfermedades para la salud y provoca lo que es la contaminación ambiental.

Lo que pretende esta investigación es compara que método entre el ti-trimétrico, y espectrofotometría UV-visible nos da mayor confiabilidad en los resultados para la determinación de nitrógeno amoniacal en aguas residuales.

II.2. Marco Teórico

II.2.1. Aguas Residuales

Se debe tener en cuenta que aguas residuales son consideradas aquellas impurezas originadas de distintos residuos los cuales pueden ser residuales o domésticas. Las aguas residuales abarcan elementos contaminantes provenientes de desperdicios industriales y urbanos, las cuales necesariamente deben pasar por una transformación para su depuración antes de ser vertidas (Hidrotec, 2022).

➤ Aguas Residuales, Tipos

Se clasifican según la cifra y clase de producto químico, características bacteriológicas, conexión por medio del agua, materia en receso y materia que no se ha mezclado, o, en definitiva, lo que resulte de su punto de partida. Categorizar las aguas residuales según su punto de origen es un método mucho más simple a la hora de realizar su clasificación. Ya que los otros métodos requieren de material y estudios de comunidades científicas nos permitan estudiar las condiciones del agua (Arriols, 2018).

Aguas residuales según su punto de origen

- Domésticas o urbanas: son aquellas que surgen de residuos sanitarios, contienen gran material orgánico y bacterias (Espigares, Pérez, 2003).
- Blancas: son de origen aéreo, o por irrigación de patio de diversión, avenidas, etc. Se logran expeler de ciertos medios de purificado (Espigares, Pérez, 2003).
- Industriales: se originan a partir de procesos hechos en empresas dedicadas a la industria contenedoras de grasas, tensoactivos, entre otros artículos de proveniencia animal (Espigares, Pérez, 2003).
- Agrarias: tienen su origen de lugares marginales que se dedican a trabajos de ganadería (Espigares, Pérez, 2003).

II.2.2 NITROGENO AMONIAL

Las aguas superficiales y subterráneas se ven afectadas por la invasión de las aguas residuales domesticas que son descargadas en ellas. Ya que estas incrementan la concentración de nitrógeno amoniacal debido a que el nitrógeno amoniacal proviene de la degradación natural de la materia orgánica. El nitrógeno orgánico es influenciado por acción bacteriana oxidándose gradualmente a nitritos y por último nitratos (González, 2016).

Las distintas concentraciones de nitrógeno amoniacal implican una alteración perjudicial al medio que se las vierte. Dando como consecuencia la disminución de niveles de oxígenos disuelto en el agua. Produciendo así recciones químicas y microbianas disminuyendo así la calidad de agua, muerte de especies, capacidad reproductiva, etc. Las aguas subterráneas también se ven afectadas (González, 2016).

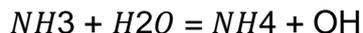
Al existir un incremento de nitrógeno amoniacal y ser degradado a nitritos y nitratos las plantas no pueden absorber este exceso por lo tanto se retiene en el suelo. En algunas ocasiones el agua subterránea es usada para consumo humano. El consumo de estas aguas con concentraciones por encima de lo establecido provoca enfermedades una de las enfermedades principales es la metahemoglobinemia perjudicando principalmente a niños. (González, 2016)

Por ende, es necesario llevar un seguimiento a las descargas industriales y domésticas. Estas industrias deben llevar un proceso adecuado para la depuración de aguas contaminada. De manera que la concentración de nitrógeno amoniacal esté dentro de los limites máximo permisible.

II. 2.2.1. Ciclo Del Nitrógeno

En un medio acuático el nitrógeno lo podemos encontrar de distintas formas. Las siguientes formas son el nitrógeno orgánico, amoniacal, nitritos y nitratos. El nitrógeno orgánico y amoniacal se encuentra en aguas residuales sin ser tratadas. Un indicador de la edad del agua residual es la cantidad de amoniaco presente. El nitrógeno amoniacal o amoniaco se da por la descomposición de las bacterias debido a que esta descomposición permite transformar el nitrógeno orgánico en amoniaco. Si está en un medio aerobio es transformado en nitritos y nitratos (Pacheco et al., 2002).

El nitrógeno se ve afectado por el pH de la solución. La ecuación nos muestra que el amoniaco produce solución básica, mientras que a un pH menor a 9 sobresale el ion amonio. Al hablar de la forma no ionizada NH_3 del nitrógeno amoniacal nos referimos a su forma tóxica, en cambio al hablar de su forma iónica nos referimos a su forma no tóxica



En concentraciones de pH bajo puede existir un alto porcentaje de nitrógeno amoniacal total, pero puede ser no tóxica ya que se puede encontrar en cantidades pequeñas su forma no ionizada NH_3 . En cambio, su forma iónica se oxida a nitritos por causa de los nitrosomonas (Pacheco et al., 2002).

II.2.3. Espectrofotometría UV-VIS

El espectrofotómetro es utilizado para estudios cuantitativos tanto de sustancias químicas, biológicas, orgánicas e inorgánicas. Midiendo la cantidad de luz absorbida del compuesto que se encuentra en solución. El rango de la luz ultravioleta comienza desde 190 nm a los 380 nm, la luz visible, desde los 380 nm a los 750 nm y por último la luz infrarroja desde 800 nm a los 2500 nm. El espectrofotómetro es utilizado para análisis de contaminantes en el agua, concentraciones de algunas células humanas y para el análisis de diversas sustancias (Ruiz, Paizano, 2016).

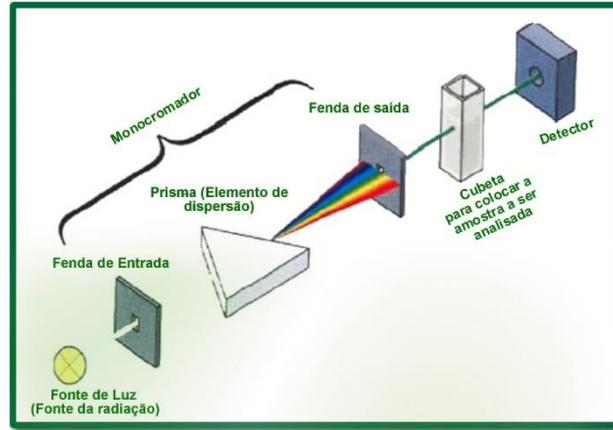


Ilustración 1. esquema del espectrofotómetro uv-visible.

- Fuente de luz: Es una bombilla hecha con filamentos de tungsteno y arco de deuterio. La luz visible es para tungsteno, y la luz ultravioleta para deuterio (Ruiz, Paizano, 2016).
- Monocromador: Es una agrupación de piezas. Está compuesto por una hendidura, conjuntos de espejos, prisma o redes de difracción. La hendidura reduce la radiación lumínica para dirigirla a un área determinada, los espejos ayudan a el paso de la luz y por último el prisma o redes de difracción permite la división de las longitudes de onda (Ruiz, Paizano, 2016).
- Rendijas de entrada: Evita que la luz se esparza por todo el sistema de longitud de onda. Ratificando que cada longitud de onda se mantenga sobre el fotodiodo adecuado (IDEAM, 2020).
- Redes de difracción: Líneas paralela que se comportan como un pequeño prisma (Ruiz, Paizano, 2016).
- Rendija de salida: No permite el paso de luces difusa/dispersas a la cubeta de la muestra (Ruiz, Paizano, 2016)
- Cubeta: Ayuda a la lectura de la región de espectro de interés, esto se da permitiendo el paso de la radiación (Ruiz, Paizano, 2016).

- Detector: Capta y convierte la energía lumínica en señal eléctrica proporcional a la energía recibida (Ruiz, Paizano, 2016).
- Medidor: La señal recibe diversas transformaciones. Con el fin de que resulte proporcional al porcentaje de Transmitancia/Absorbancias (Ruiz, Paizano, 2016).

II.2.4 Método Ti-trimétrico

El método ti trimétrico o método volumétrico nos permite buscar la concentración de una sustancia de manera indirecta. Par esto se necesita medir el volumen de una disolución de concentración conocida o también llamada disolución patrón la cual va a reaccionar con otra sustancia químicamente equivalente. A este procedo de reacción se lo llama valoración. La disolución patrón es preparada de manera directa o por normalización. En el punto final de la reacción se puede ver mediante un cambio de color. Este cambio de color se va a dar cuando agregue la cantidad de reactivo igual a la de la sustancia buscada. Para que este cambio de color ocurra se va a necesitar un indicador. Cuando la cantidad de reactivo sea equivalente a la de la sustancia buscada se lo denomina punto estequiométrico punto en el cual ocurre el cambio de color (Sotero, 2015).

II.2.5. Validación

Es el proceso por el cual se adjuntas evidencias objetivas que cumplan los requisitos para su aplicación prevista. Una validación debe cumplir con el concepto de precisión y exactitud. Para una correcta validación se tiene que implementar resultados consistentes dentro del límite máximo permisible. La validación permite validar métodos normalizados, no normalizado. diseñar métodos y modificar métodos. En la validación se incluye procesos de muestreo, manejo y transporte de muestra (Servicio de Acreditación Ecuatoriano, 2017).

Un método analítico es validado mediante un procedimiento analíticos que requiere instrumentos calificados y calibrados, métodos documentados, patrones de referencia y confiable, analista calificado, integridad de la muestra (Servicio de Acreditación Ecuatoriano, 2017).

Tipos de validación:

- Validación retrospectiva: Métodos tradicionales empleados en el laboratorio que no ha sido normalizado (Servicio de Acreditación Ecuatoriano, 2017).
- Validación prospectiva: Métodos recién creados (Servicio de Acreditación Ecuatoriano, 2017).

II.2.6. Características Analíticas Típicas De La Validación

Selectividad o Especificidad. – Se utiliza para detectar analitos particulares en mezclas evitando interferencias de partículas con características semejantes (Ministerio de economía, fomento y turismo, 2018).

Linealidad. – Obtiene resultados proporcionales ya sea de manera directa o por cálculos de regresión lineal. Los resultados son proporcionales a la concentración del analito de interés. Para determinar la linealidad se realiza una curva donde se relaciona e interpola la concentración y señal analítica. Para realizar esta curva conocida como curva de calibración se debe utilizar un mínimo de 5 puntos de datos para su evaluación adecuada (Barcenás, 2021).

Límite de detección. – Es la cantidad más pequeña del analito tiene la capacidad de separar diferencias de concentraciones del analito (Carrascal, Bustamante, 2010).

Límite de cuantificación o determinación. – Es la menor cantidad de analito es capaz de cuantificarse bajo ciertas condiciones experimentales mediante una correcta precisión y exactitud (Carrascal, Bustamante, 2010).

Precisión. – Es la capacidad de similitud entre medidas de tomas múltiples de las mismas condiciones prescritas (Carrascal, Bustamante, 2010). El término precisión puede expresarse en dos niveles, la repetibilidad es las determinaciones independientemente que sea realizadas en las mismas condiciones y la reproducibilidad es la determinación independientemente de que sea realizadas bajo diferentes condiciones.

Exactitud. – Manifiesta la cercanía del valor aceptado o también llamado valor verdadero con el valor experimental encontrado (Carrascal, Bustamante, 2010).

Veracidad. – Expresa la proximidad de los resultados al valor verdadero. Si existe una diferencia pequeña entre el valor hallado y el valor verdadero, la exactitud es buena (Correa, 2020).

Robustez. - Evalúa el desempeño del método (Ministerio de economía, fomento y turismo, 2018).

CAPITULO III. MATERIALES Y MÉTODOS

III.1. Metodología

Tabla 1. Metodología de Investigación



III.1.2. Tipo y Enfoque de Investigación

La investigación se centra en el análisis de modelo representativo, práctico y de contraste teniendo como modelo a seguir los estudios del laboratorio:

- Representativo, ya que se lleva a cabo la exposición de las técnicas que se tienen previstas realizar para dicha indagación.
- Práctico, procedente a que se destinen los ensayos de laboratorio con la finalidad de determinar la exactitud de estas técnicas.
- Y de Contraste, debido a que permitirá establecer si existe diferencia o relación entre los métodos empleados para el estudio.

III.1.3. Enfoque de la Investigación

III.1.3.1. Enfoque Cuantitativo

(Sampieri, Fernández & Baptista, 2014) dan a conocer que este enfoque utiliza un compendio de datos para demostrar una hipótesis utilizando medición numérica que conllevan al estudio demográfico permitiendo instaurar directrices de comportamiento. Este enfoque permite establecer la idea de investigación que se convierten en una o varias preguntas para indagaciones relevante y en conjunto, definir la hipótesis y las variables entre otros aspectos que engloban esta investigación.

III.1.4. Diseño Experimental

III.1.4.1. Recolección de Muestra

Las muestras que se usaron para el presente estudio fueron 2 matrices de aguas correspondientes a:

1. Matriz de Agua Superficial
2. Matriz de Agua Residual - Planta de Tratamiento

III.1.4.2. Rango de trabajo

El intervalo de trabajo será entre: 1 – 50 mg/L NH₃-N.

III.1.5. Período de Investigación

En el mes de agosto del 2022.

III.1.6. Muestra

Para el presente trabajo de titulación se trabajó con dos tipos de matrices,

1. Matriz de agua residual.
2. Matriz de agua superficial, donde se analizaron como muestra pura y muestra más fortificación. Las muestras seleccionadas fueron analizadas tanto por el método Ti-trimétrico, así como por el sistema de espectrofotometría UV-VIS.

III.1.7. Lugar del laboratorio de análisis

Laboratorio Ingeestudios S.A., Km 11,5 vía a la Costa. Guayaquil, Ecuador.

III.1.8. Delimitación del lugar de investigación

- Ciudadela Santa María Casa Grande II, ubicada en el km 13,5 vía a Daule.
- Ubicación GPS: 622656, 9774099



Ilustración 2. Zona de investigación - Recolección de muestras "Santa María Casa Grande II"

II.2. Fundamento de la Técnica

III.2.1. Método Ti-Trimétrico

Los dos factores que son parte influyente para la selección del sistema para analizar el amoníaco son el concentrado y la existencia de interferencia. El estudio del manejo de concentrados bajos de amonio generalmente se condiciona al agua de consumo, corrientes o subterráneas limpias y aguas residuales nitrificadas de alta calidad. El equipo determinador de nitrógeno y proteínas TE-0364 es un aparato para la destilación de amoníaco, bases volátiles totales (Marquez, Saetama, Vera, 2022).

III.2.2. Espectrofotometría UV-VIS

La mezcla de amoníaco se une con el cloro para dar como producto monocloramina. La monocloramina responde con el salicilato para dar como producto 5-aminosalicilato. Este se logra oxidar estando en existencia de un catalizador de nitroprusiato de Sodio para producir una sustancia de coloreada de azul. Esta coloración azul se encuentra envuelta por una coloración amarilla correspondiente a la demasía de un reactivo espectador que producirá una coloración verdosa.

El periodo espacial para medir será de 655nm empleando el uso de un espectrofotómetro o de 610 nm en caso de uso colorimétrico (HACH, 2021).

III.2.3. Interferencias

- La glicina, la urea, ácido glutámico, cianatos y la acetamida se van a hidrolizar de manera lenta al momento de estar en descanso, excepto los cianatos y la urea que se van a hidrolizar mediante una destilación en un valor de pH de 9,5 (Instituto Ecuatoriano de Normalización, 2013).
- La hidrólisis va a aumentar alrededor del 7% de ese pH correspondiente a la urea y alrededor del 5% para los cianatos (Instituto Ecuatoriano de Normalización, 2013).
- En ciertas sustancias bases volátiles como lo son la hidracina y las aminas tendrán influencia al dar los resultados en la titulación (Instituto Ecuatoriano de Normalización, 2013).
- El cloro residual hará una catálisis con el amoníaco; desechándose mediante pretratamiento del espécimen (Instituto Ecuatoriano de Normalización, 2013).

III.2.1. Equipos y Reactivos

III.2.2. Equipos:

- Espectrofotómetro UV-Vis
Modelo: DR3900
Marca: HACH
- Destilador de Nitrógeno y proteínas
Modelo: TE-0364
Marca: TECNAL
- Balanza Analítica
Modelo: PA 214C

Marca: OHAUS

- Agitador Magnético

Modelo: H190M

Marca: Hanna Instruments

III.2.3. Reactivos:

A. Método Ti-Trimétrico

- Ácido bórico 2%
- Hidróxido de sodio 6M
- Tetraborato de sodio 0,025M
- Agua destilada
- Ácido sulfúrico 0,02N
- Indicador mixto

Opcional

- Bórax
- Hidróxido de sodio 0,1N
- Indicador Rojo Metilo
- Indicador azul de Metileno
- Thiosulfato de sodio

B. Espectrofotómetro UV-VIS DR3900

- Nitrógeno amoníaco, juego de reactivos, rango alto Test 'N Tube™
AmVer™

C. Solución Estándar de Amonio, CRM (100mg/L)

III.2.4. Materiales:

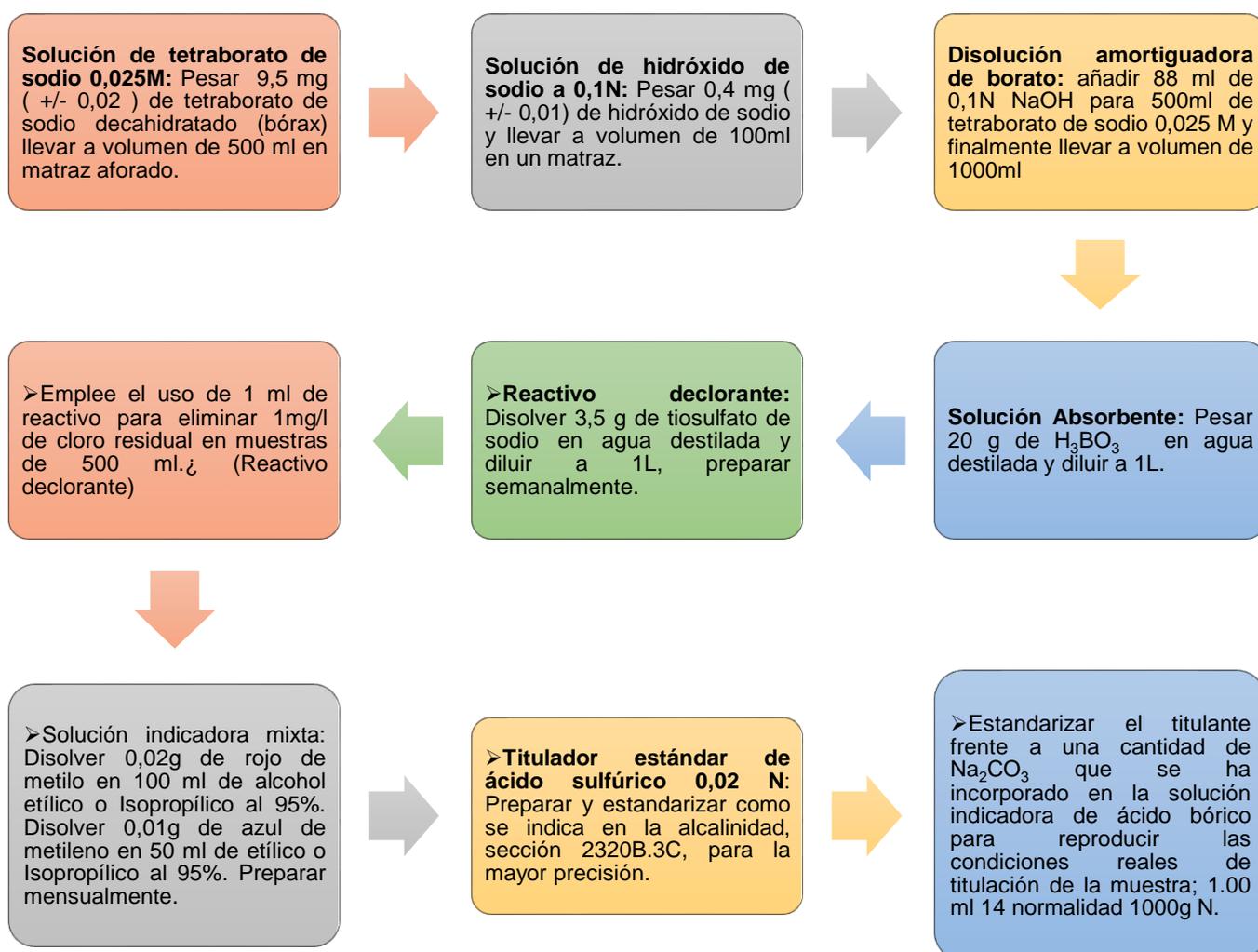
- Tubo de digestión de 400ml
- Pipeta volumétrica de 50ml, 10ml, 2ml
- Micropipeta 2-200ul
- Pipeta de 10ml
- Probeta de 100ml
- Matraz Erlenmeyer 250ml
- Bureta 25ml
- Tiras de pH
- Bulbo pipeteador
- Puntas para micropipeta
- Gradilla para tubos
- Viales

III.3. Metodología Experimental

III.3.1. Preparación de Reactivos

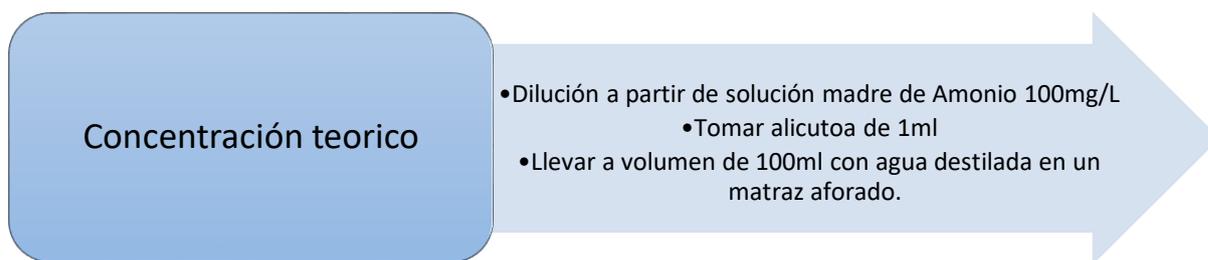
III.3.2. Validación de un método analítico por método Ti-Trimetrico y espectrofotometría con detección UV-VIS.

III.3.2.1. Ti -trimétrico

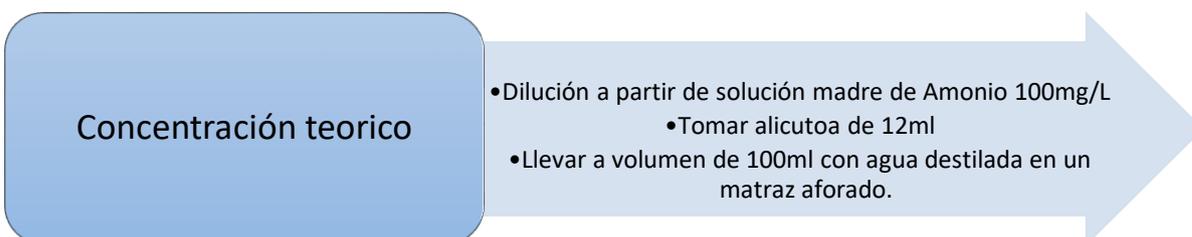


III.3.3. Preparación de soluciones patrones y muestras adicionadas

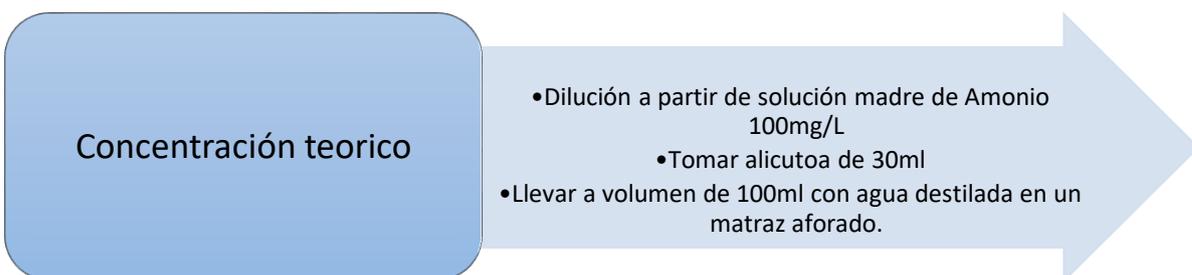
- **Estándar con concentración 1mg/L:**



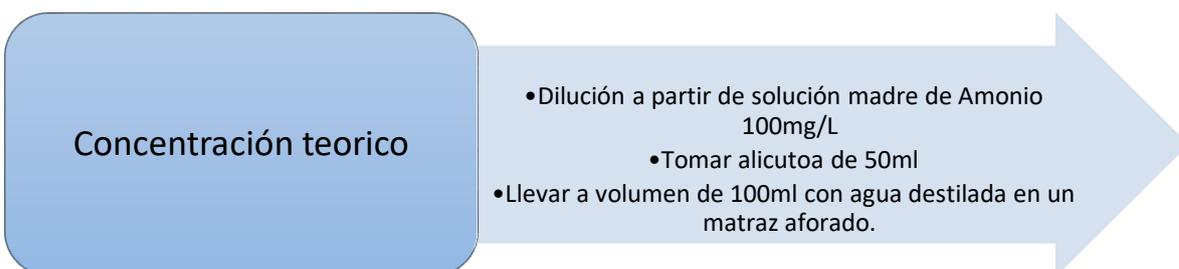
- **Estándar con concentración 12mg/L:**



- **Estándar con concentración 30mg/L:**



- **Estándar con concentración 50mg/L:**



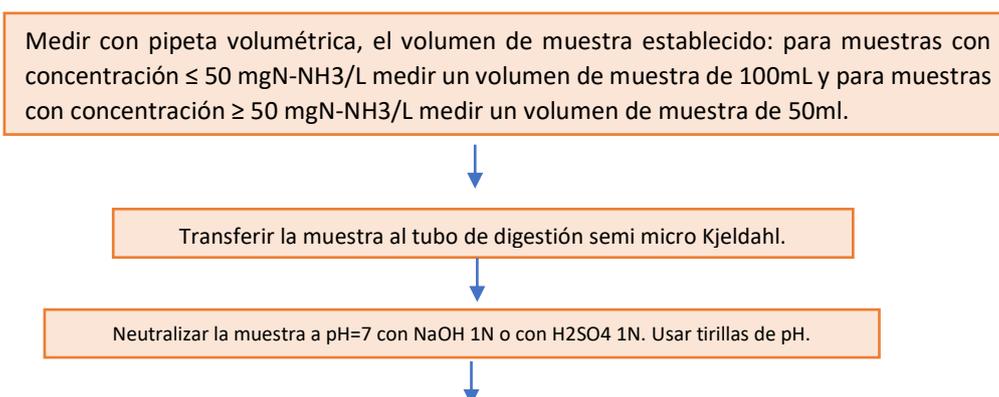
Para realizar la preparación de la fortificación de las muestras adicionadas con el estándar, se procedió a realizar diariamente este proceso descrito a continuación:

- M1+St: Medir 1ml del estándar madre de 100 mg/L, llevar a matraz aforado de 100ml. (Agua Superficial)
- M1+St: Medir 12ml del estándar madre de 100 mg/L, llevar a matraz aforado de 100ml.
- M1+St: Medir 30ml del estándar madre de 100mg/L, llevar a matraz aforado de 100ml.
- M1+St: Medir 50ml del estándar madre de 100mg/L, llevar a matraz aforado de 100ml.
- Matriz 2+St: Medir 1ml del estándar madre de 100 mg/L, llevar a matraz aforado de 100ml. (Agua Residual)
- Matriz 2+St: Medir 12ml del estándar madre de 100 mg/L, llevar a matraz aforado de 100ml.
- Matriz 2+St: Medir 30ml del estándar madre de 100mg/L, llevar a matraz aforado de 100ml.
- Matriz 2+St: Medir 50ml del estándar madre de 100mg/L, llevar a matraz aforado de 100ml.

La cantidad de espécimen a emplear para el método Ti-trimétrico es de 50 ml y para el método espectrofotométrico es de 100 microlitros

III.4. Procedimiento para analizar Nitrógeno amoniacal por el Método Volumétrico 4500-NH3C

Esquema 2. Flujograma Método Volumétrico 4500-NH3C



Adicionar a la muestra 25mL de Buffer de Boratos y verificar pH = 9,5. De lo contrario ajustar a dicho pH con NaOH 6N. Usar tirillas de pH.

DESTILACIÓN

Ensamblar tubo Kjeldahl en el destilador automático y programar la destilación.

Adicionar 50 mL de H₃ BO₃ + Indicador mixto en un Erlenmeyer de 250 mL. Ubicar el Erlenmeyer en el destilador.

Ajustar la altura del Erlenmeyer de manera que el tubo terminal del refrigerante quede sumergido en el ácido bórico y el indicador.

Efectuar la destilación de la muestra. En el destilador TECNAL 0345

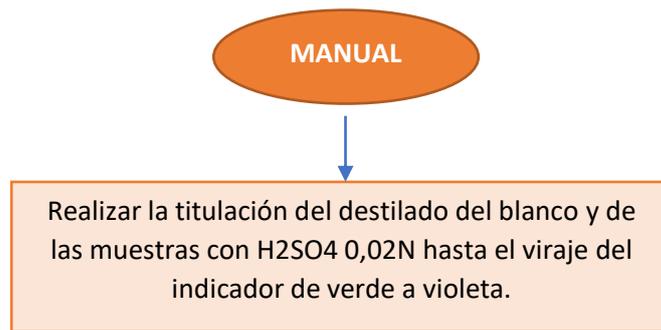
La destilación dura 9 minutos, para obtener aproximadamente 200 ml de destilado de amoníaco por arrastre de vapor.

Finalizada la destilación enjuagar con agua destilada la manguera de salida del destilado sobre el Erlenmeyer.

TITULACIÓN

Antes de iniciar la titulación, verificar la concentración del H₂ SO₄ usando TRIS como estándar primario. Anotar el valor del consumo del titulante.





III.5. Procedimiento para analizar Nitrógeno amoniacal en Espectrofotometría UV-VIS - Test 'N Tube

Esquema 3. Nitrógeno amoniacal Test 'N Tube



CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

IV. 4.1. CALCULOS

IV.4.1.1. Elección de parámetros analíticos de Validación y Fijación de objetivos.

Tabla 1. Elección de parámetros analíticos de validación, fijación de objetivos.

PARÁMETRO	OBJETIVOS
Repetibilidad	$RSD_r \leq 15\%$
Controles de calidad internos	Duplicados: <ul style="list-style-type: none">• Niveles menores a 30 mg/L: % RPD $\leq 15\%$• Niveles mayores a 50 mg/L: % RPD $\leq 10\%$ Carta control del Patrón (Cloruro de amonio 99.6%) en 2 concentraciones: <ul style="list-style-type: none">• 30 mg/L DQO• 50 mg/L DQO
Intervalo de trabajo	1-50 mg/l
Exactitud (empleo de material certificado)	$85 \geq \% \text{ recuperación} \leq 115$ en todos los niveles
Límite de cuantificación (LQM)	De acuerdo a la desviación estándar obtenido en los análisis y teniendo en cuenta la menor concentración que arroja resultados de exactitud y precisión fuera de los criterios de aceptación establecidos por el laboratorio corresponde a 1mg N-NH ₃ /L
Incertidumbre	Para el rango de 1-12 mg/l es de 21% Para el rango de 30mg/l hasta 50 mg/l es de 12%

IV.4.1.2. Resultados Analíticos – Matriz de agua superficial

Tabla 2. Resultados Analíticos correspondiente a matriz de agua superficial

NIVEL	MATRIZ: AGUA SUPERFICIAL	
	Analistas/días	
	Día 1	Día 2
AGUA SUPERFICIAL	1,68	1,68
	1,12	1,12
	1,12	1,68
	1,12	1,68
	1,68	1,12
Nivel 1 (agua superficial + 1mg/l)	2,24	2,24
	2,24	2,24
	1,68	2,80
	1,68	2,80
	2,80	1,68
Nivel 2 (agua superficial + 12mg/l)	12,32	12,32
	12,32	12,32
	13,44	13,44
	12,88	12,32
	12,32	12,32
Nivel 3 (agua superficial + 30mg/l)	32,48	28,56
	30,24	30,24
	29,12	28,56
	28,56	29,12
	29,12	28
Nivel 4 (agua superficial + 50mg/l)	49,28	48,72
	51,52	48,72
	51,52	49,28
	49,28	49,28
	49,28	51,52

IV.4.1.3. Resultados Analíticos – Matriz de agua residual

Tabla 3. Resultados Analíticos correspondiente a matriz de agua residual

NIVEL	MATRIZ: AGUA RESIDUAL	
	Analistas/días	
	Día 1	Día 2
Agua Residual	18,48	18,48
	17,36	18,48
	17,92	19,60
	19,06	19,04
	19,04	18,48
Nivel 1 (agua residual + 1mg/l)	19,04	19,04
	17,36	17,36
	17,92	18,48
	18,48	18,48
	18,48	19,04
Nivel 2 (agua residual + 12mg/l)	28,00	29,20
	28,56	28,56
	28,56	28,56
	28,00	28,00
	28,56	28,00
Nivel 3 (agua residual + 30mg/l)	30,24	27,44
	29,12	25,20
	29,68	24,64
	29,86	26,88
	26,88	26,88
Nivel 4 (agua residual + 50mg/l)	43,12	45,36
	45,360	43,12
	44,80	43,68
	44,78	43,12
	44,80	45,36

IV.4.2. Resumen de hoja cálculo del ANOVA para el método Ti-trimétrico

Tabla 4. Hoja De Trabajo: ANOVA II Verificación De Validación



HOJA DE TRABAJO: ANOVA II VERIFICACIÓN DE VALIDACIÓN

CÓDIGO: F PG7.2-02
Rev. 03
Fecha de elaboración:

Resumen final

Mensurando : **NITROGENO AMONIACAL**

MÉTODO TI-TRIMETRICO Procedimiento PE 1,34

	NIVEL	Media (x)	SI (up)	%RSDSI	Sr (sd)	%RSDir	%Precisión	uRm	U k=2	%U k=2	
Rango validado	18,59 mg/L	10,33	10,80	104,6%	7,61	73,7%					AGUA RESIDUAL
	1,40 mg/L	1,40	0,31	21,9%	0,31	21,9%					AGUA DE RIO
	1,00 mg/L	-0,23	0,69	-304,2%	0,69	-304,2%	56,2%	0,12	1,40	139,5%	AGUA RESIDUAL
	12,00 mg/L	9,81	0,85	8,6%	0,85	8,6%	81,7%	0,02	1,69	14,1%	
	30,00 mg/L	27,38	2,09	7,6%	1,41	5,2%	91,3%	0,02	4,17	13,9%	
	50,00 mg/L	44,35	1,01	2,3%	1,01	2,3%	88,7%	0,01	2,02	4,0%	AGUA DE RIO
	1,00 mg/L	0,84	0,31	36,5%	0,31	36,5%	84,0%	0,09	0,64	64,1%	
	12,00 mg/L	11,20	0,61	5,5%	0,61	5,5%	93,3%	0,02	1,23	10,2%	
	30,00 mg/L	28,00	1,35	4,8%	1,22	4,4%	93,3%	0,01	2,70	9,0%	
	50,00 mg/L	48,44	1,39	2,9%	1,39	2,9%	96,9%	0,01	2,79	5,6%	

-11,0%

-14,3%

85,7%

IV.4.3. Resumen de hoja cálculo del ANOVA para el método Espectrofométrico

Tabla 5. Hoja De Trabajo: ANOVA II Verificación De Validación



HOJA DE TRABAJO: ANOVA II VERIFICACIÓN DE VALIDACIÓN

CÓDIGO: F
PG7.2-02
Rev. 03
Fecha de elaboración:

Resumen final

Mensurando : NITROGENO AMONIACAL

DR3900

Procedimiento
Equipo (s):

PE 1,34

	NIVEL	Media (x)	SI (up)	%RSDSI	Sr (sd)	%RSDir	%Precisión	uRm	U k=2	%U k=2	
Rango validado	18,00 mg/L	18,00	0,07	0,4%	0,07	0,4%					AGUA RESIDUAL
	2,53 mg/L	2,66	0,21	8,0%	0,21	8,0%					AGUA SUPERFICIAL
	1,00 mg/L	0,94	0,07	7,9%	0,07	7,9%	94,0%	0,02	0,15	15,5%	AGUA RESIDUAL
	12,00 mg/L	10,89	0,40	3,7%	0,40	3,7%	90,8%	0,01	0,80	6,7%	
	30,00 mg/L	26,10	0,48	1,8%	0,48	1,8%	87,0%	0,00	0,96	3,2%	
	50,00 mg/L	49,50	1,40	2,8%	1,40	2,8%	99,0%	0,01	2,81	5,6%	AGUA SUPERFICIAL
	1,00 mg/L	1,03	0,25	24,6%	0,24	23,8%	103,0%	0,08	0,53	53,1%	
	12,00 mg/L	11,52	0,99	8,6%	0,62	5,4%	96,0%	0,02	1,98	16,5%	
	30,00 mg/L	29,64	0,56	1,9%	0,56	1,9%	98,8%	0,01	1,12	3,7%	
		50,00 mg/L	50,49	1,14	2,3%	0,81	1,6%	101,0%	0,01	2,27	4,5%

6,2%

5,7%

96,2%

Discusión Tabla 4:

La siguiente tabla nos muestra el análisis de nitrógeno amoniacal empleando el método de ti-trimétrico. En la cual podemos observar la variabilidad que existe en los diferentes rangos de concentraciones de los diferentes tipos de muestras siendo estas aguas residuales domésticas y aguas superficiales. Si nos fijamos bien los diferentes tipos de concentraciones para aguas domesticas son relativamente bajos a los valores de precisión para aguas superficiales. Específicamente en la concentración de 1, 00 mg/l para aguas domesticas se ve más afectada teniendo una precisión de 56.2%. Mientras que la misma concentración en aguas superficiales se ve menos afectada que las aguas domésticas ya que nos da un valor de 84% de precisión. Esto puede ser por varias interferencias siendo una de estas la contaminación de las aguas superficiales por aguas domésticas. Ya que las aguas domesticas son vertidas a las aguas superficiales. Las aguas domesticas posee una gran cantidad de materia orgánica que con el tiempo es degradada aumentando así el nitrógeno amoniacal a las aguas superficiales. La precisión para aguas domésticas en los diferentes tipos de concentraciones abarca desde 56.2% hasta 88.7% mientras que en las aguas superficiales va desde 84% a 96.9% de precisión.

Discusión Tabla 5:

La siguiente tabla nos muestra el análisis de nitrógeno amoniacal empleando el método de espectrofotometría uv - visible. En la cual podemos observar la variabilidad que existe en los diferentes rangos de concentraciones de los diferentes tipos de muestras siendo estas aguas residuales domésticas y aguas superficiales. Específicamente en la concentración de 30, 00 mg/l para aguas domesticas se ve más afectada teniendo una precisión de 87%. Mientras que la misma concentración en aguas superficiales se ve menos afectada que las aguas domésticas ya que nos da un valor de 98.8% de precisión. Esto puede ser por varias interferencias siendo una de estas la contaminación de las aguas superficiales por aguas domésticas. Ya que las aguas domesticas son vertidas a las aguas superficiales.

Las aguas domesticas posee una gran cantidad de materia orgánica que con el tiempo es degradada aumentando así el nitrógeno amoniacal a las aguas superficiales. Si nos fijamos bien los diferentes tipos de concentraciones para aguas domesticas son relativamente bajos a los valores de precisión para aguas superficiales. La precisión para aguas domésticas en los diferentes tipos de concentraciones abarca desde 87% hasta 99% mientras que en las aguas superficiales va desde 96% a 106% de precisión.

IV.4.4. Incertidumbre del Estándar

Tabla 6. Incertidumbre del Estándar por Espectrofotometría UV-VIS

STANDARD POR UV-VIS			
LINEALIDAD			
Concentración	Promedio	Absorbancia	Promedio
3,7	3,800	0,108	0,1107
3,9		0,112	
3,8		0,112	
14,4	14,300	0,421	0,4173
14,4		0,42	
14,1		0,411	
32,4	31,833	0,948	0,9380
31		0,928	
32,1		0,938	
51,1	51,567	1,493	1,5070
51,5		1,504	
52,1		1,524	
Promedio		0,7433	
R		0,9998	
R2		0,9996	

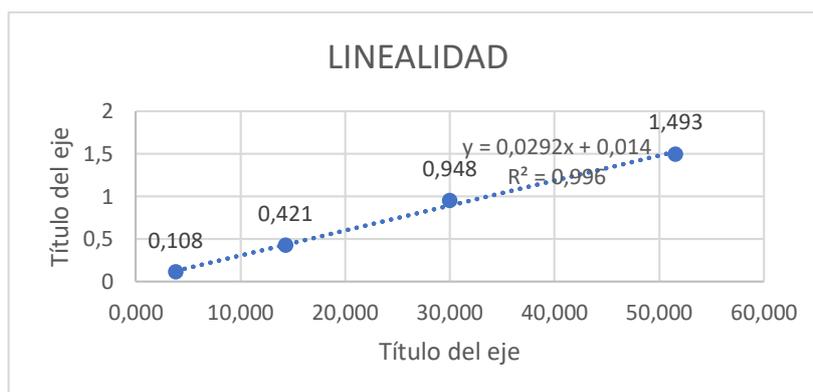


Ilustración 3. Incertidumbre del Estándar por Espectrofotometría UV-VIS

IV.4.5. Discusión

En el presente trabajo se evaluó la determinación de nitrógeno amoniacal en aguas residuales domésticas y aguas superficiales mediante la técnica de espectrofotometría uv – visible. Utilizando concentraciones de 1, 00 mg/l; 12, 00 mg/l; 30, 00 mg/l; 50, 00 mg/l a la cual se le realizo 10 repeticiones por nivel. Mediante la curva de calibración se pudo determinar que nuestra pendiente es lineal. Debido a su coeficiente de correlación siendo este de $r^2 = 0,9996$. Lo que nos indica que el método es factible para la determinación de nitrógeno mientras este dentro del rango de concentraciones dadas.

IV.4.6. Incertidumbre del Estándar

Tabla 7. Incertidumbre del Estándar

STANDARD POR MÉTODO TI-TRIMÈTRICO			
LINEALIDAD			
Concentración	Promedio	Absorbancia	Promedio
1,12	1,120	0,2	0,2000
1,12		0,2	
1,12		0,2	
12,32	12,507	2,4	2,4667
12,32		2,4	
12,88		2,6	
26,88	27,627	5,4	5,4333
29,12		5,6	
26,88		5,3	
51,1	51,567	9,0	9,2667
51,5		9,4	
52,1		9,4	
	Promedio	4,3417	
	R	0,9954	
	R2	0,9909	

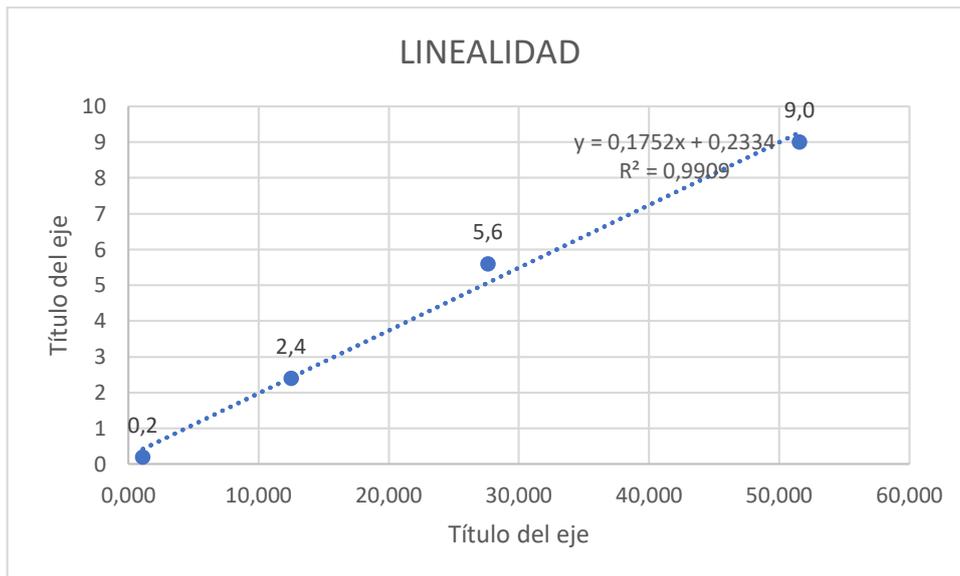


Ilustración 4. Incertidumbre del Estándar

IV.4.7. Discusión

Discusión

En el presente trabajo se evaluó la determinación de nitrógeno amoniacal en aguas residuales domésticas y aguas superficiales mediante el método Ti-trimétrico. Utilizando concentraciones de 1, 00 mg/l; 12, 00 mg/l; 30, 00 mg/l; 50, 00 mg/l a la cual se le realizó 10 repeticiones por nivel. Mediante la curva de calibración se pudo determinar que nuestra pendiente es lineal. Debido a su coeficiente de correlación siendo este de $r^2 = 0,9909$. Lo que nos indica que el método es factible para la determinación de nitrógeno mientras este dentro del rango de concentraciones dadas.

CAPÍTULO V. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

V.1. Conclusión

- Se validó un método analítico para la determinación de nitrógeno amoniacal mediante el método ti-trimétrico en el cual se obtuvo una linealidad de $R^2=0,9909$ la exactitud se demostró en porcentaje de recuperación siendo este entre el 85 a 115%, se determinó la precisión para cada nivel siendo el nivel de 1mg/L, una precisión del 56,2%, estableciendo este como el límite de detección para este método. El nivel de 12 mg/L, una precisión del 81,7%, el cual no cumple con el criterio de recuperación establecido. El nivel de 30 mg/L, presento una precisión del 91,3% y finalmente el nivel de 50 mg/L con una precisión del 88,7% correspondiente a la matriz de agua residual, mientras que para la matriz de agua superficial los valores de precisión fueron los siguientes: Nivel de 1 mg/l, 84%, nivel 12mg/L y 30mg/L, 93,3% y el nivel de 50 mg/L, 96,9%.
- Para todos los casos no se cumple con los criterios de aceptación, entonces se declara que el método estará validado a partir de concentraciones mayores a 12mg/L.
- Se validó un método analítico para la determinación de nitrógeno amoniacal mediante empleando detección uv-vis en el cual se obtuvo una linealidad de $R^2=0,9950$ la exactitud se demostró en porcentaje de recuperación siendo este entre el 85 a 115%, se determinó la precisión para cada nivel siendo el nivel de 1mg/L, una precisión del 94%, estableciendo este como el límite de detección para este método. El nivel de 12 mg/L, una precisión del 90,8%, el cual no cumple con el criterio de recuperación establecido. El nivel de 30 mg/L, presento una precisión del 87% y finalmente el nivel de 50 mg/L con una precisión del 99% correspondiente a la matriz de agua residual, mientras que para la matriz de agua superficial en el nivel de 1mg/L obtuvo una precisión del 103%, nivel de 12mg/L, 96%, nivel de 20mg/L, 98% y finalmente para el nivel de 50mg/L, 101%.

- Para todos los casos no se cumple con los criterios de aceptación, entonces se declara que el método estará validado a partir de concentraciones mayores a 12mg/L
- El presente estudio es el resultado de una comparación de los resultados de muestras reales con 2 métodos previamente validados mostró diferencias significativas, pero esto dependerá de la naturaleza de la muestra, las condiciones en las que sea analizada y tipo de análisis a determinar. Para ambas metodologías las concentraciones altas de determinación de nitrógeno amoniacal son fiable, mientras que para concentraciones bajas se sugiere revisar o ajustar de mejor manera la metodología para que sea factible.

V.2. Recomendación

- Se recomienda que para una próxima investigación se realice una nueva lectura para el análisis en otro equipo Espectrofotómetro UV-VIS con la finalidad de comprobar que los errores obtenidos en los niveles de baja concentración durante los análisis presentados tienen influencia con la metodología empleada o en caso de que amerite, el equipo espectrofotómetro DR3900 no sea el ideal para determinar nitrógeno amoniacal en concentraciones bajas.

BIBLIOGRAFÍA

- Arriols. (6 de Agosto de 2018). *Ecología verde*. Recuperado el 27 de Julio de 2022, de Ecología verde: <https://www.ecologiaverde.com/que-son-las-aguas-residuales-y-como-se-clasifican-1436.html>
- Barcenas. (8 de Septiembre de 2021). *Course Hero*. Recuperado el 02 de Agosto de 2022, de <https://www.coursehero.com/file/113375924/Caracter%C3%ADsticas-anal%C3%ADticas-t%C3%ADpicas-de-la-validaci%C3%B3n.pdf/>
- Cárdenas, Sánchez. (7 de Junio de 2013). Nitrógeno en aguas residuales: orígenes, efectos y mecanismos de remoción para preservar el ambiente y la salud publica. *Scielo*, 15(1), págs. 72-88. Recuperado el 29 de Julio de 2022, de http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_abstract&pid=S0124-71072013000100007&lng=es#:~:text=El%20tratamiento%20de%20aguas%20residuales%20%28AR%29%2C%20centrado%20tradicionalmente,sobrevivencia%2C%20crecimiento%20y%20capacidad%20reproductiva%20de%20
- Carrascal, Bustamante. (2010). *Universidad Tecnológica de Pereira*. Obtenido de Universidad Tecnológica de Pereira: <https://repositorio.utp.edu.co/handle/11059/1800>
- Correa. (20 de Junio de 2020). *1Library*. Recuperado el 15 de Agosto de 2022, de 1Library: <https://1library.co/document/y6ev3w7o-m%C3%A1ster-ciencias-anal%C3%ADticas-bioanal%C3%ADticas-trabajo-fin-m%C3%A1ster.html>
- Ecomar. (9 de Julio de 2020). *FUNDACIÓN ECOMAR*. Recuperado el 11 de 06 de 2022, de FUNDACIÓN ECOMAR: <https://fundacionecomar.org/que-son-las-aguas-residuales/#:~:text=Las%20aguas%20residuales%20son%20aguas%20con%20impurezas%20procedentes,elementos%20contaminantes%20originados%20en%20desechos%20Urbanos%20o%20industriales.>
- Eddy, Metcalf. (1995). *Ingeniería de aguas residuales*. (Tercera ed., Vol. 1). Madrid: McGraw hill. Recuperado el 01 de Agosto de 2022, de https://www.academia.edu/35963101/Ingenier%C3%ADa_de_aguas_residuales_Volumen_1_3ra_Edici%C3%B3n_METCALF_and_EDDY_FREELIBROS_ORG_pdf
- Espigares, Pérez. (2003). *Aguas Residuales. Composición*. CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO DEL AGUA. Recuperado el 20 de Julio de 2022, de https://cidta.usal.es/cursos/edar/modulos/edar/unidades/LIBROS/logo/pdf/Aguas_Residuales_composicion.pdf
- Fosassepticas. (2022). *fosassepticas.online*. Recuperado el 12 de Agosto de 2022, de <https://fosassepticas.online/aguas-residuales-domesticas/>
- González. (21 de Julio de 2016). Nitrógeno amoniacal importancia de su determinación. pág. 2. Recuperado el 18 de Julio de 2022, de <https://revistas.utp.ac.pa/index.php/mente-y-materia/article/view/334/pdf>
- HACH. (2021). *HACH LATAM*. Recuperado el 10 de Junio de 2022, de HACH LATAM: <https://latam.hach.com/espectrofotometro-vis-de-sobremesa-dr3900-con-tecnologia-rfid/product-downloads?id=54617061278&callback=qs>

- Hidrotec. (20 de Agosto de 2022). *Hidrotec*, 2016. Recuperado el 20 de Agosto de 2022, de Hidrotec: <https://www.hidrotec.com/blog/tipos-de-aguas-residuales/>
- IDEAM. (2020). *INSTRUCTIVO DE MANEJO ESPECTROFOTÓMETRO UV-VIS*. IDEAM.
- Instituto Ecuatoriano de Normalización. (Junio de 2013). *NORMA TÉCNICA ECUATORIANA* (Primera edición 2013-06 ed.). Recuperado el 04 de Agosto de 2022, de NORMA TÉCNICA ECUATORIANA: https://www.normalizacion.gob.ec/buzon/normas/nte_inen_1204-1.pdf
- Julia Pacheco, Avila Roberto Pat Canul, Armando Cabrera Sansores. (2002). Análisis del ciclo del nitrógeno en el medio ambiente con relación al agua subterránea y su efecto en los seres vivos . *redalyc*.
- Marquez,Saetama, Vera. (2022). *Verificación de la validación de un método titrimétrico para determinar el nitrógeno amoniacal en diferentes matrices de agua*. Informe de Validación, Guayaquil. Recuperado el 24 de Agosto de 2022
- Microlab Industrial. (17 de Marzo de 2017). *AQLARA*. (M. Industrial, Editor) Recuperado el 29 de Junio de 2022, de AQLARA: <https://www.aguasresiduales.info/revista/blog/las-formas-multiples-del-nitrogeno#:~:text=El%20nitr%C3%B3geno%20presente%20en%20forma,susceptible%20de%20volatilizarse%20al%20ambiente.>
- Ministerio de economía, fomento y turismo. (Febrero de 2018). *Ministerio de economía, fomento y turismo*. Recuperado el 18 de Julio de 2022, de Ministerio de economía, fomento y turismo: http://www.sernapesca.cl/sites/default/files/f59_guia_de_validaciones_de_metodos_analiticos_08.02.18.pdf#:~:text=La%20validaci%C3%B3n%20de%20un%20m%C3%A9todo%20anal%C3%ADtico%20es%20un,de%20un%20m%C3%A9todo%20de%20deberia%20incluir%20las%20siguientes%20activid
- Ruiz, Paizano. (Abril-Noviembre de 2016). *FUNDAMENTO DE LA ESPECTROFOTOMETRÍA (UV-VISIBLE)*. págs. 39-43. Recuperado el 20 de Agosto de 2022, de <https://1library.co/article/fundamento-de-la-espectrofotometr%C3%ADa-uv-visible.q021d6xy>
- Sampieri, Fernández & Baptista. (2014). El proceso de Investigación y los enfoques cuantitativos y cualitativos: hacia un modelo integral. 18. Obtenido de <http://metodos-comunicacion.sociales.uba.ar/wp-content/uploads/sites/219/2014/04/Hernandez-Sampieri-Cap-1.pdf>
- Servicio de Acreditación Ecuatoriano. (2017). *¿Qué es la validación de métodos de laboratorios?* Recuperado el 2022, de Servicio de Acreditación Ecuatoriano: <https://www.acreditacion.gob.ec/que-es-la-validacion-de-metodos-de-laboratorios/>
- Sotero. (22 de Noviembre de 2015). *Ecuador Documents*. Recuperado el 20 de Agosto de 2022, de Ecuador Documents: <https://fdocuments.ec/document/cap-7-volumetria.html?page=1>
- STANDARD METHODS. (2017). *STANDARD METHODS FOR THE EXAMINATION OF WATER AND WASTEWATER*. Obtenido de

<https://www.awwa.org/Portals/0/files/publications/documents/2017SMWWLookInside.pdf>

Tulsma. (2017). *Tulsma*. Quito, pichincha, Ecuador. Recuperado el 24 de Julio de 2022, de <https://www.ambiente.gob.ec/wp-content/uploads/downloads/2018/05/TULSMA.pdf>

UNESCO. (2017). *Informe Mundial sobre el Desarrollo de los Recursos Hídricos de las Naciones Unidas 2017*. UNESCO. Región Umbria: UNESCO. Recuperado el 19 de Julio de 2022, de https://unesdoc.unesco.org/ark:/48223/pf0000247552_spa

ANEXOS

Anexo 1. Equipo destilador de nitrógeno/proteínas TECNAL



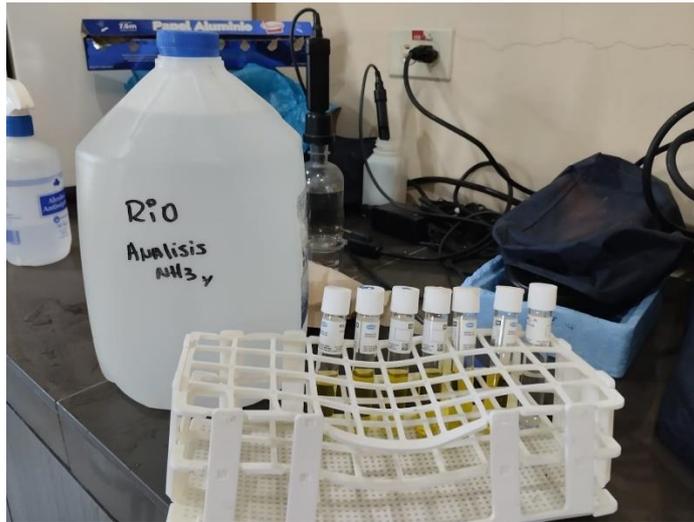
Anexo 2. Equipo Espectrofotómetro UV-VIS DR3900



Anexo 3. Mantenimiento y limpieza del destilador



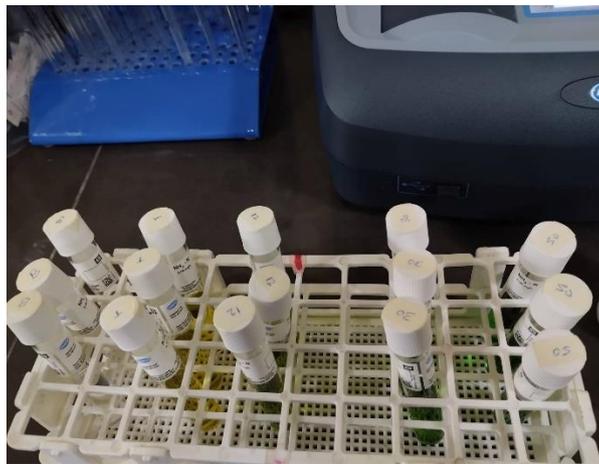
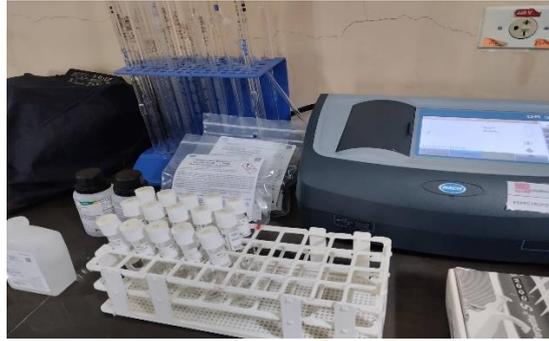
Anexo 4. Muestra de Agua superficial



Anexo 5. Análisis de muestras para lecturas en el espectrofotómetro



Anexo 6. Preparación de los estándares.



Anexo 7. Destilación de muestra



ANEXO 8.HOJA DE TRABAJO: ANOVA II VERIFICACIÓN DE VALIDACIÓN

	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	0,560	0,560								
Test 2	0,000	1,120								
Test 3	0,000	1,120								
Test 4	0,580	0,560								
Test 5	0,560	0,560								
Test 6										

Tabla IV: Concentración Recuperada de la Muestra Enriquecida

	1,0 mg/L									
	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	0,560	0,560								
Test 2	0,000	-1,120								
Test 3	0,000	-1,120								
Test 4	-0,580	-0,560								
Test 5	-0,560	0,560								
Test 6										
x	-0,116	-0,336								
s	0,473	0,849								
s²	0,224	0,721								
n	4	4								
ns²	0,90	2,89								

Tabla V: Cálculo de los cuadrados medios entre-grupos y dentro-grupos

Fuente de variación	Suma de cuadrados (SS)	Grados de libertad (ν)	Cuadrado medio (MS)
Entre-grupos SSe	$SSe = SSt - SSd$	$ne = p-1$	$MSe = SSe / ne$
Dentro-grupos SSd	$SSd = \sum n_i s_i^2$	$nd = p(n-1)$	$MSd = SSd / nd$
Total SSt	$SSt = \sum n_i \bar{x}_i^2$	$nt = pn-1$	-

Mensurando	Fuente de varianza	Suma de cuadrados (SS)	Grados de libertad (ν)	Cuadrado medio (MS)

Tabla III: Factor de Recuperación

	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	0,560	0,560								
Test 2	0,000	1,120								
Test 3	0,000	1,120								
Test 4	0,580	0,560								
Test 5	0,560	0,560								
Test 6										

Tabla IV: Concentración Recuperada de la Muestra Enriquecida

	1,0 mg/L									
	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	0,560	0,560								
Test 2	0,000	-1,120								
Test 3	0,000	-1,120								
Test 4	-0,580	-0,560								
Test 5	-0,560	0,560								
Test 6										
x	-0,116	-0,336								
s	0,473	0,849								
s²	0,224	0,721								
n	4	4								
ns²	0,90	2,89								

Tabla V: Cálculo de los cuadrados medios entre-grupos y dentro-grupos

Fuente de variación	Suma de cuadrados (SS)	Grados de libertad (ν)	Cuadrado medio (MS)
Entre-grupos SSe	$SSe = SSt - SSd$	$ne = p-1$	$MSe = SSe / ne$
Dentro-grupos SSd	$SSd = \sum n_i s_i^2$	$nd = p(n-1)$	$MSd = SSd / nd$
Total SSt	$SSt = \sum n_i s_i^2$	$nt = pn-1$	-

Mensurando	Fuente de varianza	Suma de cuadrados (SS)	Grados de libertad (ν)	Cuadrado medio (MS)
NITROGENO AMONICAL	Entre-grupos SSe	0,1210	1	$MSe = 0,121$
	Dentro-grupos SSd	3,7814	8	$MSd = 0,473$
	Total SSt	3,9024	9	

El cuadrado medio, MSe y MSd, son comparados para determinar si MSe es significativamente mayor que MSd. Es decir, si hay una diferencia estadísticamente significativa entre-grupos. Para esto, se usa la prueba-F. Siendo s_d , s_e y s_t las desviaciones estándares entre-grupos, dentro-grupos y total respectivamente, se tiene que:

$sd^2 = MSd$	$se^2 = (MSe - MSd) / n$	$st^2 = se^2 + sd^2$
--------------	--------------------------	----------------------

Tabla VI: Prueba de Significación y cálculo de Varianzas

Mensurando	$F = MSe/MSd$ Fcalculado	F0.05 Fcritico	p-value $\alpha = 0.05$	Significación estadística?	s^2d	se^2	s^2t
NITROGENO AMONICAL	0,26	5,32	6,27E-01	No	0,473	0,000	0,473

If $F > F_{0.05}$, existe una razonable evidencia de una real variación entre-grupos

If $F < F_{0.05}$, es usual considerar que la variación entre-grupos no es significativa

Incertidumbre expandida (U) de la medición basada en la precisión intermedia

Tabla VII: Cálculo de la Incertidumbre estándar (up), media e incertidumbre expandida (U)

Mensurando	sd	se	up	media(x)	U	RSDil	RSDir
NITRÓGENO AMONIACAL	0,688	0,000	0,688	-0,23	1,38	-3,042	-3,042

$$U = k \times up$$

donde: k = factor de cobertura de 2, correspondiente a un nivel de confianza de 95%
up = incertidumbre estándar de la precisión intermedia (desviación estándar total, st)

Un cálculo de la incertidumbre dentro del rango del método puede ser calculado utilizando el RSDiR según la fórmula:

$$U = 2 \times RSDiR \times result$$

Tabla VIII: Cálculo del factor de corrección (Rm) y su incertidumbre estándar, u (Rm)

Mensurando	Rm	Cobs	Ccorr	tcalc	t0.05	Signif.	u(Rm)
NITRÓGENO AMONIACAL	0,56	0,23	0,40	3,71	2,26	Yes	0,118

Incertidumbre en la medición (incluye la incertidumbre del factor de recuperación, Rm)

si $Ccorr = (Cobs/Rm)$

$$(u(Ccorr)/Ccorr)^2 = (u(Cobs)/Cobs)^2 + (u(Rm)/Rm)^2$$

Tabla IX: Valores de las Incertidumbres up, u(Rm) y U

up	=	0,69
u(Rm)	=	0,12
uc	=	0,70
U	=	1,40

up = incertidumbre estándar calculada de los datos de validación (ver spreadsheet: Validacion)

uc = Incertidumbres estándar combinadas, $up^2 + u(Rm)^2$

$$U = k \times uc$$

donde: k = factor de cobertura de 2, correspondiente a un nivel de confianza de 95%

ANEXO 9. HOJA DE TRABAJO: ANOVA II VERIFICACIÓN DE VALIDACIÓN

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICIÓN Análisis de Varianza (ANOVA)

Mensurando NITROGENO AMONIACAL

Procedimiento
Equipo (s):

PE 1,34

RESULTADOS EXPERIMENTALES

Tabla I: Matriz: Agua residual

	Grupos									
	I Lab 1	II Lab 1	III lab 2	IV Lab 2			VII	VIII	IX	X
Test 1	18,48	18,48								
Test 2	17,36	18,48								
Test 3	17,92	19,60								
Test 4	19,06	19,04								
Test 5	19,04	18,48								
Test 6										

Tabla II: Concentración medida de la Muestra Enriquecida

	12,0 mg/L Grupos									
	I Lab 1	II Lab 1	III lab 2	IV Lab 2		VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	28,00	29,20								
Test 2	28,56	28,56								
Test 3	28,56	28,56								
Test 4	28,00	28,00								
Test 5	28,56	28,00								
Test 6										
Spike (surrogate) =		12,0	mg/L							
Spike recovery=		9,806	mg/L							

Donde x = el resultado experimental	
p	2
n	5

Tabla III: Factor de Recuperación

	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	0,793	0,893								
Test 2	0,933	0,840								
Test 3	0,887	0,747								
Test 4	0,745	0,747								
Test 5	0,793	0,793								
Test 6										

Tabla IV: Concentración Recuperada de la Muestra Enriquecida

	12,0 mg/L									
	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	9,520	10,720								
Test 2	11,200	10,080								
Test 3	10,640	8,960								
Test 4	8,940	8,960								
Test 5	9,520	9,520								
Test 6										
x	9,964	9,648								
s	0,926	0,758								
s²	0,857	0,575								
n	4	4								
ns²	3,43	2,30								

Tabla V: Cálculo de los cuadrados medios entre-grupos y dentro-grupos

Fuente de variación	Suma de cuadrados (SS)	Grados de libertad (ν)	Cuadrado medio (MS)
Entre-grupos SSe	$SSe = SSt - SSd$	$ne = p-1$	$MSe = SSe / ne$
Dentro-grupos SSd	$SSd = \sum nisi^2$	$nd = p(n-1)$	$MSd = SSd / nd$
Total SSt	$SSt = nt st^2$	$nt = pn-1$	-

Mensurando	Fuente de varianza	Suma de cuadrados (SS)	Grados de libertad (ν)	Cuadrado medio (MS)
NITROGENO AMONICAL	Entre-grupos SSe	0,2496	1	$MSe = 0,250$
	Dentro-grupos SSd	5,7264	8	$MSd = 0,716$
	Total SSt	5,9760	9	

El cuadrado medio, MSe y MSd, son comparados para determinar si MSe es significativamente mayor que MSd, Es decir, si hay una diferencia estadísticamente significativa entre-grupos. Para esto, se usa la prueba-F Siendo sd, se y st las desviaciones estándares entre-grupos, dentro-grupos y total respectivamente, se tiene que:

$sd^2 = MSd$	$se^2 = (MSe - MSd) / n$	$st^2 = se^2 + sd^2$
--------------	--------------------------	----------------------

Tabla VI: Prueba de Significación y cálculo de Varianzas

Mensurando	F=MSe/MSd Fcalculado	F0.05 Fcritico	p-value a = 0.05	Significación estadística?	s ² d	se ²	s ² t
NITROGENO AMONIACAL	0,35	5,32	5,71E-01	No	0,716	0,000	0,716

If $F > F_{0.05}$, existe una razonable evidencia de una real variación entre-grupos

If $F < F_{0.05}$, es usual considerar que la variación entre-grupos no es significativa

Incertidumbre expandida (U) de la medición basada en la precisión intermedia

Tabla VII: Cálculo de la Incertidumbre estándar (up), media e incertidumbre expandida (U)

	sd	se	up	media(x)	U	RSDil	RSDir
NITROGENO AMONIACAL	0,846	0,000	0,846	9,81	1,69	0,086	0,086

$$U = k \times up$$

donde: k = factor de cobertura de 2, correspondiente a un nivel de confianza de 95%

up = incertidumbre estándar de la precisión intermedia (desviación estándar total, st)

Un cálculo de la incertidumbre dentro del rango del método puede ser calculado utilizando el RSDiR según la fórmula:

$$U = 2 \times RSDiR \times result$$

Tabla VIII: Cálculo del factor de corrección (Rm) y su incertidumbre estándar, u (Rm)

Mensurando	Rm	Cobs	Ccorr	tcalc	t0.05	Signif.	u(Rm)
NITROGENO AMONIACAL	0,82	9,81	12,00	8,51	2,26	Yes	0,021

Incertidumbre en la medición (incluye la incertidumbre del factor de recuperación, Rm)

si $Ccorr = (Cobs/Rm)$

$$(u(Ccorr)/Ccorr)^2 = (u(Cobs)/Cobs)^2 + (u(Rm)/Rm)^2$$

Tabla IX: Valores de las Incertidumbres u_p , $u(R_m)$ y U

u_p	=	0,85
$u(R_m)$	=	0,02
u_c	=	0,85
U	=	1,69

u_p = incertidumbre estándar calculada de los datos de validación (ver spreadsheet: Validacion)

u_c = Incertidumbres estándar combinadas, $u_p^2 + u(R_m)^2$

$U = k \times u_c$

donde: k = factor de cobertura de 2, correspondiente a un nivel de confianza de 95%

ANEXO 10.HOJA DE TRABAJO: ANOVA II VERIFICACIÓN DE VALIDACIÓN

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICION Análisis de Varianza (ANOVA)

Mensurando	NITROGENO AMONIACAL	Procedimiento	PE 1,34
		Equipo (s):	

RESULTADOS EXPERIMENTALES

Tabla I: Matriz: Agua residual

	Grupos									
	I Lab 1	II Lab 1	III lab 2	IV Lab 2			VII	VIII	IX	X
Test 1	18,48	18,48								
Test 2	17,36	18,48								
Test 3	17,92	19,60								
Test 4	19,06	19,04								
Test 5	19,04	18,48								
Test 6										

Tabla II: Concentración medida de la Muestra Enriquecida

	30,0 mg/L									
	Grupos									
	I Lab 1	II Lab 1	III lab 2	IV Lab 2		VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	48,72	45,92								
Test 2	46,48	43,68								
Test 3	47,60	44,24								
Test 4	45,92	45,92								
Test 5	45,92	45,36								
Test 6										
Spike (surrogate) =		30,0	mg/L							
Spike recovery=		27,382	mg/L							

Donde x = el resultado experimental	
p	2
n	5

Tabla III: Factor de Recuperación

	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	1,008	0,915								
Test 2	0,971	0,840								
Test 3	0,989	0,821								
Test 4	0,895	0,896								
Test 5	0,896	0,896								
Test 6										

Tabla IV: Concentración Recuperada de la Muestra Enriquecida

	30,0 mg/L									
	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	30,240	27,440								
Test 2	29,120	25,200								
Test 3	29,680	24,640								
Test 4	26,860	26,880								
Test 5	26,880	26,880								
Test 6										
x	28,556	26,208								
s	1,589	1,214								
s²	2,526	1,474								
n	4	4								
ns²	10,10	5,90								

Tabla V: Cálculo de los cuadrados medios entre-grupos y dentro-grupos

Fuente de variación	Suma de cuadrados (SS)	Grados de libertad (ν)	Cuadrado medio (MS)
Entre-grupos SSe	$SSE = SSt - SSE$	$ne = p-1$	$MSe = SSE / ne$
Dentro-grupos SSd	$SSd = S nisi^2$	$nd = p(n-1)$	$MSd = SSd / nd$
Total SSt	$SSt = nt st^2$	$nt = pn-1$	-

Mensurando	Fuente de varianza	Suma de cuadrados (SS)	Grados de libertad (ν)	Cuadrado medio (MS)
NITROGENO AMONIACAL	Entre-grupos SSe	13,7828	1	MSe = 13,783
	Dentro-grupos SSd	15,9984	8	MSd = 2,000
	Total SSt	29,7812	9	

El cuadrado medio, MSe y MSd, son comparados para determinar si MSe es significativamente mayor que MSd. Es decir, si hay una diferencia estadísticamente significativa entre-grupos. Para esto, se usa la prueba-F. Siendo sd, se y st las desviaciones estándares entre-grupos, dentro-grupos y total respectivamente, se tiene que:

$sd^2 = MSd$	$se^2 = (MSe - MSd) / n$	$st^2 = se^2 + sd^2$
--------------	--------------------------	----------------------

Tabla VI: Prueba de Significación y cálculo de Varianzas

Mensurando	F=MSe/MSd Fcalculado	F0.05 Fcritico	p-value a = 0.05	Significación estadística?	s ² d	se ²	s ² t
NITROGENO AMONIACAL	6,89	5,32	3,04E-02	Si	2,000	2,357	4,356

If $F > F_{0.05}$, existe una razonable evidencia de una real variación entre-grupos

If $F < F_{0.05}$, es usual considerar que la variación entre-grupos no es significativa

Incertidumbre expandida (U) de la medición basada en la precisión intermedia

Tabla VII: Cálculo de la Incertidumbre estándar (up), media e incertidumbre expandida (U)

	sd	se	up	media(x)	U	RSDil	RSDir
NITROGENO AMONIACAL	1,414	1,535	2,087	27,38	4,17	0,076	0,052

$$U = k \times up$$

donde: k = factor de cobertura de 2, correspondiente a un nivel de confianza de 95%

up = incertidumbre estándar de la precisión intermedia (desviación estándar total, st)

Un cálculo de la incertidumbre dentro del rango del método puede ser calculado utilizando el RSDiR según la fórmula:

$$U = 2 \times RSDiR \times result$$

Tabla VIII: Cálculo del factor de corrección (Rm) y su incertidumbre estándar, u (Rm)

Mensurando	Rm	Cobs	Ccorr	tcalc	t0.05	Signif.	u(Rm)
NITROGENO AMONIACAL	0,91	27,38	30,00	4,55	2,26	Yes	0,019

Incertidumbre en la medición (incluye la incertidumbre del factor de recuperación, Rm)

si $Ccorr = (Cobs/Rm)$

$$(u(Ccorr)/Ccorr)^2 = (u(Cobs)/Cobs)^2 + (u(Rm)/Rm)^2$$

Tabla IX: Valores de las Incertidumbres up, u(Rm) y U

up	=	2,09
u(Rm)	=	0,02
uc	=	2,09
U	=	4,17

up = incertidumbre estándar calculada de los datos de validación (ver spreadsheet: Validacion)

uc = Incertidumbres estándar combinadas, $up^2 + u(Rm)^2$

$$U = k \times uc$$

donde: k = factor de cobertura de 2, correspondiente a un nivel de confianza de 95%

Anexo 11.HOJA DE TRABAJO: ANOVA II VERIFICACIÓN DE VALIDACIÓN

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICION Análisis de Varianza (ANOVA)

Mensurando	NITROGENO AMONICAL	Procedimiento	PE 1,34
		Equipo (s):	

RESULTADOS EXPERIMENTALES

Tabla I: Matriz: Agua residual

	Grupos									
	I Lab 1	II Lab 1	III lab 2	IV Lab 2			VII	VIII	IX	X
Test 1	18,48	18,48								
Test 2	17,36	18,48								
Test 3	17,92	19,60								
Test 4	19,06	19,04								
Test 5	19,04	18,48								
Test 6										

Tabla II: Concentración medida de la Muestra Enriquecida

	50,0 mg/L									
	Grupos									
	I Lab 1	II Lab 1	III lab 2	IV Lab 2		VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	61,60	63,84								
Test 2	62,72	61,60								
Test 3	62,72	62,72								
Test 4	63,84	62,72								
Test 5	63,84	63,84								
Test 6										
Spike (surrogate) =		50,0	mg/L							
Spike recovery=		44,350	mg/L							

Donde x = el resultado experimental	
p	2
n	5

Tabla III: Factor de Recuperación

	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	0,862	0,907								
Test 2	0,907	0,862								
Test 3	0,896	0,862								
Test 4	0,896	0,874								
Test 5	0,896	0,907								
Test 6										

Tabla IV: Concentración Recuperada de la Muestra Enriquecida

	50,0 mg/L									
	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	43,120	45,360								
Test 2	45,360	43,120								
Test 3	44,800	43,120								
Test 4	44,780	43,680								
Test 5	44,800	45,360								
Test 6										
x	44,572	44,128								
s	0,848	1,148								
s²	0,719	1,317								
n	4	4								
ns²	2,88	5,27								

Tabla V: Cálculo de los cuadrados medios entre-grupos y dentro-grupos

Fuente de variación	Suma de cuadrados (SS)	Grados de libertad (ν)	Cuadrado medio (MS)
Entre-grupos SSe	$SSe = SSt - SSd$	$ne = p-1$	$MSe = SSe / ne$
Dentro-grupos SSd	$SSd = S nisi^2$	$nd = p(n-1)$	$MSd = SSd / nd$
Total SSt	$SSt = nt st^2$	$nt = pn-1$	-

Mensurando	Fuente de varianza	Suma de cuadrados (SS)	Grados de libertad (ν)	Cuadrado medio (MS)
NITROGENO AMONICAL	Entre-grupos SSe	0,4928	1	MSe = 0,493
	Dentro-grupos SSd	8,1450	8	MSd = 1,018
	Total SSt	8,6378	9	

El cuadrado medio, MSe y MSd, son comparados para determinar si MSe es significativamente mayor que MSd, Es decir, si hay una diferencia estadísticamente significativa entre-grupos. Para esto, se usa la prueba-F. Siendo sd, se y st las desviaciones estándares entre-grupos, dentro-grupos y total respectivamente, se tiene que:

$sd^2 = MSd$	$se^2 = (MSe - MSd) / n$	$st^2 = se^2 + sd^2$
--------------	--------------------------	----------------------

Tabla VI: Prueba de Significación y cálculo de Varianzas

Mensurando	F=MSe/MSd Fcalculado	F0.05 Fcritico	p-value a = 0.05	Significación estadística?	s ² d	se ²	s ² t
NITROGENO AMONICAL	0,48	5,32	5,06E-01	No	1,018	0,000	1,018

If $F > F_{0.05}$, existe una razonable evidencia de una real variación entre-grupos

If $F < F_{0.05}$, es usual considerar que la variación entre-grupos no es significativa

Incertidumbre expandida (U) de la medición basada en la precisión intermedia

Tabla VII: Cálculo de la Incertidumbre estándar (up), media e incertidumbre expandida (U)

	sd	se	up	media(x)	U	RSDil	RSDir
NITROGENO AMONICAL	1,009	0,000	1,009	44,35	2,02	0,023	0,023

$$U = k \times up$$

donde: k = factor de cobertura de 2, correspondiente a un nivel de confianza de 95%

up = incertidumbre estándar de la precisión intermedia (desviación estándar total, st)

Un cálculo de la incertidumbre dentro del rango del método puede ser calculado utilizando el RSDiR

según la fórmula:

$$U = 2 \times RSDiI \times result$$

Tabla VIII: Cálculo del factor de corrección (Rm) y su incertidumbre estándar, u (Rm)

Mensurando	Rm	Cobs	Ccorr	tcalc	t0.05	Signif.	u(Rm)
NITROGENO AMONICAL	0,89	44,35	50,00	18,24	2,26	Yes	0,006

Incertidumbre en la medición (incluye la incertidumbre del factor de recuperación, Rm)

si $Ccorr = (Cobs/Rm)$

$$(u(Ccorr)/Ccorr)^2 = (u(Cobs)/Cobs)^2 + (u(Rm)/Rm)^2$$

Tabla IX: Valores de las Incertidumbres up, u(Rm) y U

up	=	1,01
u(Rm)	=	0,01
uc	=	1,01
U	=	2,02

up = incertidumbre estándar calculada de los datos de validación (ver spreadsheet: Validacion)

uc = Incertidumbres estándar combinadas, $up^2 + u(Rm)^2$

$$U = k \times uc$$

donde: k = factor de cobertura de 2, correspondiente a un nivel de confianza de 95%

ANEXO 12. HOJA DE TRABAJO: ANOVA II VERIFICACIÓN DE VALIDACIÓN

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICION Análisis de Varianza (ANOVA)

Mensurando	NITROGENO AMONICAL	Procedimiento	PE 1,34
		Equipo (s):	

RESULTADOS EXPERIMENTALES

Tabla I: Matriz: Agua Superficial

	Grupos									
	I Lab 1	II Lab 1	III lab 2	IV Lab 2			VII	VIII	IX	X
Test 1	1,68	1,68								
Test 2	1,12	1,12								
Test 3	1,12	1,68								
Test 4	1,12	1,68								
Test 5	1,68	1,12								
Test 6										

Tabla II: Concentración medida de la Muestra Enriquecida

	1,0 mg/L										
	Grupos										
	I Lab 1	II Lab 1	III lab 2	IV Lab 2			VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	2,24	2,24									
Test 2	2,24	2,24									
Test 3	1,68	2,80									
Test 4	1,68	2,80									
Test 5	2,80	1,68									
Test 6											
Spike (surrogate) =		1,000	mg/L								
Spike recovery=		0,840	mg/L								

Donde x = el resultado experimental	
p	2
n	5

Tabla III: Factor de Recuperación

	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	0,560	0,560								
Test 2	1,120	1,120								
Test 3	0,560	1,120								
Test 4	0,560	1,120								
Test 5	1,120	0,560								
Test 6										

Tabla IV: Concentración Recuperada de la Muestra Enriquecida

	1,0 mg/L Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	0,560	0,560								
Test 2	1,120	1,120								
Test 3	0,560	1,120								
Test 4	0,560	1,120								
Test 5	1,120	0,560								
Test 6										
x	0,784	0,896								
s	0,307	0,307								
s²	0,094	0,094								
n	4	4								
ns²	0,38	0,38								

Tabla V: Cálculo de los cuadrados medios entre-grupos y dentro-grupos

Fuente de variación	Suma de cudrados (SS)	Grados de libertad (ν)	Cuadrado medio (MS)
Entre-grupos SSe	$SSE = SSt - SSd$	$ne = p-1$	$MSe = SSE / ne$
Dentro-grupos SSd	$SSd = S nisi^2$	$nd = p(n-1)$	$MSd = SSd / nd$
Total SSt	$SSt = nt st^2$	$nt = pn-1$	-

Mensurando	Fuente de varianza	Suma de cuadrados (SS)	Grados de libertad (ν)	Cuadrado medio (MS)
NITROGENO AMONICAL	Entre-grupos SSe	0,0314	1	MSe = 0,031
	Dentro-grupos SSd	0,7526	8	MSd = 0,094
	Total SSt	0,7840	9	

El cuadrado medio, MSe y MSd, son comparados para determinar si MSe es significativamente mayor que MSd, Es decir, si hay una diferencia estadísticamente significativa entre-grupos. Para esto, se usa la prueba-F. Siendo s_d , s_e y s_t las desviaciones estándares entre-grupos, dentro-grupos y total respectivamente, se tiene que:

$sd^2 = MSd$	$se^2 = (MSe - MSd) / n$	$st^2 = se^2 + sd^2$
--------------	--------------------------	----------------------

Tabla VI: Prueba de Significación y cálculo de Varianzas

Mensurando	F=MSe/MSd Fcalculado	F0.05 Fcritico	p-value a = 0.05	Significación estadística?	s ² d	se ²	s ² t
NITROGENO AMONICAL	0,33	5,32	5,80E-01	No	0,094	0,000	0,094

If $F > F_{0.05}$, existe una razonable evidencia de una real variación entre-grupos

If $F < F_{0.05}$, es usual considerar que la variación entre-grupos no es significativa

Incertidumbre expandida (U) de la medición basada en la precisión intermedia

Tabla VII: Cálculo de la Incertidumbre estándar (up), media e incertidumbre expandida (U)

	sd	se	up	media(x)	U	RSDil	RSDir
NITROGENO AMONICAL	0,307	0,000	0,307	0,84	0,61	0,365	0,365

$$U = k \times up$$

donde: k = factor de cobertura de 2, correspondiente a un nivel de confianza de 95%

up = incertidumbre estándar de la precisión intermedia (desviación estándar total, st)

Un cálculo de la incertidumbre dentro del rango del método puede ser calculado utilizando el RSDiR

según la fórmula:

$$U = 2 \times RSDiR \times result$$

Tabla VIII: Cálculo del factor de corrección (Rm) y su incertidumbre estándar, u (Rm)

Mensurando	Rm	Cobs	Ccorr	tcalc	t0.05	Signif.	u(Rm)
NITROGENO AMONICAL	0,84	0,84	1,00	1,71	2,26	No	0,093

Incertidumbre en la medición (incluye la incertidumbre del factor de recuperación, Rm)

si $Ccorr = (Cobs/Rm)$

$$(u(Ccorr)/Ccorr)^2 = (u(Cobs)/Cobs)^2 + (u(Rm)/Rm)^2$$

Tabla IX: Valores de las Incertidumbres up, u(Rm) y U

up	=	0,31
u(Rm)	=	0,09
uc	=	0,32
U	=	0,64

up = incertidumbre estándar calculada de los datos de validación (ver spreadsheet: Validacion)

uc = Incertidumbres estándar combinadas, $up^2 + u(Rm)^2$

$$U = k \times uc$$

donde: k = factor de cobertura de 2, correspondiente a un nivel de confianza de 95%

ANEXO 13.HOJA DE TRABAJO: ANOVA II VERIFICACIÓN DE VALIDACIÓN

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICION Análisis de Varianza (ANOVA)

Mensurando **NITROGENO AMONIACAL**

Procedimiento
Equipo (s):

PE 1,34

RESULTADOS EXPERIMENTALES

Tabla I: Matriz: Agua Superficial

	Grupos									
	I Lab 1	II Lab 1	III lab 2	IV Lab 2	VI	VII	VIII	IX	X	
Test 1	1,68	1,68								
Test 2	1,12	1,12								
Test 3	1,12	1,68								
Test 4	1,12	1,68								
Test 5	1,68	1,12								
Test 6										

Tabla II: Concentración medida de la Muestra Enriquecida

	12,0 mg/L Grupos									
	I Lab 1	II Lab 1	III lab 2	IV Lab 2	VI	VII	VIII	IX	X	
Test 1	12,32	12,32								
Test 2	12,32	12,32								
Test 3	13,44	13,44								
Test 4	12,88	12,32								
Test 5	12,32	12,32								
Test 6										
Spike (surrogate) =		12,000	mg/L							
Spike recovery=		11,200	mg/L							

Donde x = el resultado experimental

p	2
n	5

Tabla III: Factor de Recuperación

	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	0,887	0,887								
Test 2	0,933	0,933								
Test 3	1,027	0,980								
Test 4	0,980	0,887								
Test 5	0,887	0,933								
Test 6										

Tabla IV: Concentración Recuperada de la Muestra Enriquecida

	12,0 mg/L									
	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	10,6	10,6								
Test 2	11,2	11,2								
Test 3	12,3	11,8								
Test 4	11,8	10,6								
Test 5	10,6	11,2								
Test 6										
x	11,312	11,088								
s	0,730	0,469								
s²	0,533	0,220								
n	4	4								
ns²	2,13	0,88								

Tabla V: Cálculo de los cuadrados medios entre-grupos y dentro-grupos

Fuente de variación	Suma de cuadrados (SS)	Grados de libertad (y)	Cuadrado medio (MS)
Entre-grupos SSe	$SSe = SSt - SSd$	$ne = p-1$	$MSe = \frac{SSe}{ne}$
Dentro-grupos SSd	$SSd = S nisi^2$	$nd = p(n-1)$	$MSd = \frac{SSd}{nd}$
Total SSt	$SSt = nt st^2$	$nt = pn-1$	-

Mensurando	Fuente de varianza	Suma de cuadrados (SS)	Grados de libertad (ν)	Cuadrado medio (MS)
NITROGENO AMONICAL	Entre-grupos SSe	0,1254	1	MSe = 0,125
	Dentro-grupos SSd	3,0106	8	MSd = 0,376
	Total SSt	3,1360	9	

El cuadrado medio, MSe y MSd, son comparados para determinar si MSe es significativamente mayor que MSd, Es decir, si hay una diferencia estadísticamente significativa entre-grupos. Para esto, se usa la prueba-F. Siendo sd, se y st las desviaciones estándares entre-grupos, dentro-grupos y total respectivamente, se tiene que:

$sd^2 = MSd$	$se^2 = (MSe - MSd) / n$	$st^2 = se^2 + sd^2$
--------------	--------------------------	----------------------

Tabla VI: Prueba de Significación y cálculo de Varianzas

Mensurando	F=MSe/MSd Fcalculado	F0.05 Fcritico	p-value a = 0.05	Significación estadística?	s ² d	se ²	s ² t
NITROGENO AMONICAL	0,33	5,32	5,80E-01	No	0,376	0,000	0,376

If $F > F_{0.05}$, existe una razonable evidencia de una real variación entre-grupos

If $F < F_{0.05}$, es usual considerar que la variación entre-grupos no es significativa

Incertidumbre expandida (U) de la medición basada en la precisión intermedia

Tabla VII: Cálculo de la Incertidumbre estándar (up), media e incertidumbre expandida (U)

	sd	se	up	media(x)	U	RSDil	RSDir
NITROGENO AMONICAL	0,613	0,000	0,613	11,2	1,2	0,055	0,055

$$U = k \times up$$

donde: k = factor de cobertura de 2, correspondiente a un nivel de confianza de 95%
 up = incertidumbre estándar de la precisión intermedia (desviación estándar total, st)

Un cálculo de la incertidumbre dentro del rango del método puede ser calculado utilizando el RSDiR según la fórmula:

$$U = 2 \times RSDiR \times result$$

Tabla VIII: Cálculo del factor de corrección (Rm) y su incertidumbre estándar, u (Rm)

Mensurando	Rm	Cobs	Ccorr	tcalc	t0.05	Signif.	u(Rm)
NITROGENO AMONICAL	0,93	11,20	12,00	4,29	2,26	Yes	0,016

Incertidumbre en la medición (incluye la incertidumbre del factor de recuperación, Rm)

si $Ccorr = (Cobs/Rm)$

$$(u(Ccorr)/Ccorr)^2 = (u(Cobs)/Cobs)^2 + (u(Rm)/Rm)^2$$

Tabla IX: Valores de las Incertidumbres up, u(Rm) y U

up	=	0,61
u(Rm)	=	0,02
uc	=	0,61
U	=	1,23

up = incertidumbre estándar calculada de los datos de validación (ver spreadsheet: Validacion)

uc = Incertidumbres estándar combinadas, $up^2 + u(Rm)^2$

$$U = k \times uc$$

donde: k = factor de cobertura de 2, correspondiente a un nivel de confianza de 95%

ANEXO 14.HOJA DE TRABAJO: ANOVA II VERIFICACIÓN DE VALIDACIÓN

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICION Análisis de Varianza (ANOVA)

Mensurando **NITROGENO AMONICAL**

Procedimiento
Equipo (s):

PE 1,34

RESULTADOS EXPERIMENTALES

Tabla I: Matriz: Agua Superficial

	Grupos									
	I Lab 1	II Lab 1	III lab 2	IV Lab 2	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	1,68	1,68								
Test 2	1,12	1,12								
Test 3	1,12	1,68								
Test 4	1,12	1,68								
Test 5	1,68	1,12								
Test 6										

Tabla II: Concentración medida de la Muestra Enriquecida

	30,0 mg/L									
	Grupos									
	I Lab 1	II Lab 1	III lab 2	IV Lab 2	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	32,48	28,56								
Test 2	30,24	30,24								
Test 3	29,12	28,56								
Test 4	28,56	29,12								
Test 5	29,12	28,00								
Test 6										
Spike (surrogate) =		30,000	mg/L							
Spike recovery=		28,000	mg/L							

Donde x = el resultado experimental	
p	2
n	5

Tabla III: Factor de Recuperación

	Grupos									
	I Lab 1	II Lab 1	III lab 2	IV Lab 2	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	1,027	0,896								
Test 2	0,971	0,971								
Test 3	0,933	0,896								
Test 4	0,915	0,915								
Test 5	0,915	0,896								
Test 6										

Tabla IV: Concentración Recuperada de la Muestra Enriquecida

	30,0 mg/l									
	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	30,800	26,880								
Test 2	29,120	29,120								
Test 3	28,000	26,880								
Test 4	27,440	27,440								
Test 5	27,440	26,880								
Test 6										
x	28,560	27,440								
s	1,428	0,970								
s²	2,038	0,941								
n	4	4								
ns²	8,15	3,76								

Tabla V: Cálculo de los cuadrados medios entre-grupos y dentro-grupos

Fuente de variación	Suma de cudrados (SS)	Grados de libertad (y)	Cuadrado medio (MS)
Entre-grupos SSe	$SSE = SSt - SSe$	$ne = p-1$	$MSe = SSe / ne$
Dentro-grupos SSd	$SSd = S nisi^2$	$nd = p(n-1)$	$MSd = SSd / nd$
Total SSt	$SSt = nt st^2$	$nt = pn-1$	-

Mensurando	Fuente de varianza	Suma de cuadrados (SS)	Grados de libertad (ν)	Cuadrado medio (MS)
NITROGENO AMONIACAL	Entre-grupos SSe	3,1360	1	MSe = 3,136
	Dentro-grupos SSd	11,9168	8	MSd = 1,490
	Total SS _t	15,0528	9	

El cuadrado medio, MSe y MSd, son comparados para determinar si MSe es significativamente mayor que MSd, Es decir, si hay una diferencia estadísticamente significativa entre-grupos. Para esto, se usa la prueba-F. Siendo sd, se y st las desviaciones estándares entre-grupos, dentro-grupos y total respectivamente, se tiene que:

$sd^2 = MSd$	$se^2 = (MSe - MSd) / n$	$st^2 = se^2 + sd^2$
--------------	--------------------------	----------------------

Tabla VI: Prueba de Significación y cálculo de Varianzas

Mensurando	F=MSe/MSd Fcalculado	F0.05 Fcritico	p-value a = 0.05	Significación estadística?	s ² d	se ²	s ² t
NITROGENO AMONIACAL	2,11	5,32	1,85E-01	No	1,490	0,329	1,819

If $F > F_{0.05}$, existe una razonable evidencia de una real variación entre-grupos

If $F < F_{0.05}$, es usual considerar que la variación entre-grupos no es significativa

Incertidumbre expandida (U) de la medición basada en la precisión intermedia

Tabla VII: Cálculo de la Incertidumbre estándar (up), media e incertidumbre expandida (U)

	sd	se	up	media(x)	U	RSDil	RSDir
NITROGENO AMONIACAL	1,220	0,574	1,349	28,00	2,70	0,048	0,044

$$U = k \times up$$

donde: k = factor de cobertura de 2, correspondiente a un nivel de confianza de 95%
 up = incertidumbre estándar de la precisión intermedia (desviación estándar total, st)

Un cálculo de la incertidumbre dentro del rango del método puede ser calculado utilizando el RSDiR según la fórmula:

$$U = 2 \times RSDiR \times result$$

Tabla VIII: Cálculo del factor de corrección (Rm) y su incertidumbre estándar, u (Rm)

Mensurando	Rm	Cobs	Ccorr	tcalc	t0.05	Signif.	u(Rm)
NITROGENO AMONIACAL	0,93	28,00	30,00	4,89	2,26	Yes	0,014

Incertidumbre en la medición (incluye la incertidumbre del factor de recuperación, Rm)

si $Ccorr = (Cobs/Rm)$

$$(u(Ccorr)/Ccorr)^2 = (u(Cobs)/Cobs)^2 + (u(Rm)/Rm)^2$$

Tabla IX: Valores de las Incertidumbres up, u(Rm) y U

up	=	1,35
u(Rm)	=	0,01
uc	=	1,35
U	=	2,70

up = incertidumbre estándar calculada de los datos de validación (ver spreadsheet: Validacion)

uc = Incertidumbres estándar combinadas, $up^2 + u(Rm)^2$

$$U = k \times uc$$

donde: k = factor de cobertura de 2, correspondiente a un nivel de confianza de 95%

ANEXO 15.HOJA DE TRABAJO: ANOVA II VERIFICACIÓN DE VALIDACIÓN

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICION Análisis de Varianza (ANOVA)

Mensurando **NITROGENO AMONICAL**

Procedimiento
Equipo (s):

PE 1,34

RESULTADOS EXPERIMENTALES

Tabla I: Matriz: Agua superficial

	Grupos									
	I Lab 1	II Lab 1	III lab 2	IV Lab 2	V Lab 1	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	1,68	1,68								
Test 2	1,12	1,12								
Test 3	1,12	1,68								
Test 4	1,12	1,68								
Test 5	1,68	1,12								
Test 6										

Tabla II: Concentración medida de la Muestra Enriquecida

	50,0 mg/L									
	I Lab 1	II Lab 1	III lab 2	IV Lab 2	V Lab 1	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	49,28	48,72								
Test 2	51,52	48,72								
Test 3	51,52	49,28								
Test 4	49,28	49,28								
Test 5	49,28	51,52								
Test 6										
Spike (surrogate) =		50,000	mg/L							
Spike recovery=		48,440	mg/L							

Donde x = el resultado experimental	
p	2
n	5

Tabla III: Factor de Recuperación

	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	0,952	0,941								
Test 2	1,008	0,952								
Test 3	1,008	0,952								
Test 4	0,963	0,952								
Test 5	0,952	1,008								
Test 6										

Tabla IV: Concentración Recuperada de la Muestra Enriquecida

	50,0 mg/L Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	47,600	47,040								
Test 2	50,400	47,600								
Test 3	50,400	47,600								
Test 4	48,160	47,600								
Test 5	47,600	50,400								
Test 6										
x	48,832	48,048								
s	1,450	1,337								
s²	2,101	1,788								
n	4	4								
ns²	8,40	7,15								

Tabla V: Cálculo de los cuadrados medios entre-grupos y dentro-grupos

Fuente de variación	Suma de cuadrados (SS)	Grados de libertad (v)	Cuadrado medio (MS)
Entre-grupos SSe	$SSe = SSt - SSd$	$ne = p-1$	$MSe = SSe / ne$
Dentro-grupos SSd	$SSd = \sum n_i s_i^2$	$nd = p(n-1)$	$MSd = SSd / nd$
Total SSt	$SSt = \sum n t^2$	$nt = pn-1$	-

Mensurando	Fuente de varianza	Suma de cuadrados (SS)	Grados de libertad (y)	Cuadrado medio (MS)
NITROGENO AMONICAL	Entre-grupos SSe	1,5366	1	MSe = 1,537
	Dentro-grupos SSd	15,5546	8	MSd = 1,944
	Total SSt	17,0912	9	

El cuadrado medio, MSe y MSd, son comparados para determinar si MSe es significativamente mayor que MSd, Es decir, si hay una diferencia estadísticamente significativa entre-grupos. Para esto, se usa la prueba-F. Siendo sd, se y st las desviaciones estándares entre-grupos, dentro-grupos y total respectivamente, se tiene que:

$sd^2 = MSd$	$se^2 = (MSe - MSd) / n$	$st^2 = se^2 + sd^2$
--------------	--------------------------	----------------------

Tabla VI: Prueba de Significación y cálculo de Varianzas

Mensurando	F=MSe/MSd Fcalculado	F0.05 Fcritico	p-value a = 0.05	Significación estadística?	s ² d	se ²	s ² t
NITROGENO AMONICAL	0,79	5,32	4,00E-01	No	1,944	0,000	1,944

If $F > F_{0.05}$, existe una razonable evidencia de una real variación entre-grupos
 If $F < F_{0.05}$, es usual considerar que la variación entre-grupos no es significativa

Incertidumbre expandida (U) de la medición basada en la precisión intermedia

Tabla VII: Cálculo de la Incertidumbre estándar (up), media e incertidumbre expandida (U)

	sd	se	up	media(x)	U	RSDil	RSDir
NITROGENO AMONICAL	1,394	0,000	1,394	48,4	2,8	0,029	0,029

$$U = k \times up$$

donde: k = factor de cobertura de 2, correspondiente a un nivel de confianza de 95%

up = incertidumbre estándar de la precisión intermedia (desviación estándar total, st)

Un cálculo de la incertidumbre dentro del rango del método puede ser calculado utilizando el RSDiR

según la fórmula:

$$U = 2 \times RSDiI \times result$$

Tabla VIII: Cálculo del factor de corrección (Rm) y su incertidumbre estándar, u (Rm)

Mensurando	Rm	Cobs	Ccorr	tcalc	t0.05	Signif.	u(Rm)
NITROGENO AMONICAL	0,97	48,44	50,00	3,58	2,26	Yes	0,009

Incertidumbre en la medición (incluye la incertidumbre del factor de recuperación, Rm)

si $Ccorr = (Cobs/Rm)$

$$(u(Ccorr)/Ccorr)^2 = (u(Cobs)/Cobs)^2 + (u(Rm)/Rm)^2$$

Tabla IX: Valores de las Incertidumbres up, u(Rm) y U

up	=	1,39
u(Rm)	=	0,01
uc	=	1,39
U	=	2,79

up = incertidumbre estándar calculada de los datos de validación (ver spreadsheet: Validacion)

uc = Incertidumbres estándar combinadas, $up^2 + u(Rm)^2$

$$U = k \times uc$$

donde: k = factor de cobertura de 2, correspondiente a un nivel de confianza de 95%