



Revista EIA

ISSN: 1794-1237

revista@eia.edu.co

Escuela de Ingeniería de Antioquia
Colombia

Ortiz Villa, Amilvia Yanett; Araque Marín, Pedronel; Pelaez Jaramillo, Carlos Alberto
CUANTIFICACIÓN DE MERCURIO EN PASTO TRATADO CON BIOSÓLIDOS POR
ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON GENERADOR DE
HIDRUROS.

Revista EIA, vol. 13, núm. 25, enero-junio, 2016, pp. 147-155
Escuela de Ingeniería de Antioquia
Envigado, Colombia

Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=149247787011>

- Cómo citar el artículo
- Número completo
- Más información del artículo
- Página de la revista en redalyc.org

redalyc.org

Sistema de Información Científica
Red de Revistas Científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal
Proyecto académico sin fines de lucro, desarrollado bajo la iniciativa de acceso abierto

CUANTIFICACIÓN DE MERCURIO EN PASTO TRATADO CON BIOSÓLIDOS POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON GENERADOR DE HIDRUROS.

AMILVIA YANETT ORTIZ VILLA



PEDRONEL ARAQUE MARÍN

CARLOS ALBERTO PELAEZ JARAMILLO

RESUMEN

Los subproductos sólidos de carácter orgánico generados por los procesos de tratamiento de aguas residuales municipales son utilizados comúnmente como fuente de nutrientes para tratamiento de suelos. Estos biosólidos contienen nutrientes contaminantes inorgánicos como el mercurio, el cual es empleado para el estudio, por el conocimiento ampliamente documentado de su toxicidad en sistemas vivos y sus efectos en seres humanos. En este mismo sentido y puesto que las plantas constituyen la base de la cadena trófica, se centra la atención sobre el pasto, debido a su fácil crecimiento y uso como pastura de ganadería. El mercurio en pasto fue cuantificado mediante espectrofotometría de absorción atómica utilizando la técnica de generador de hidruros con vapor frío. Se verificaron algunos parámetros de validación con criterios de aceptación deseables tales como linealidad ($r^2 = 0,999$), exactitud ($R = 93,14-96,12\%$), precisión ($CV = 1,11-1,69\%$), límites de detección y cuantificación ($0,001-0,003$ ppb). Se evidenció que las concentraciones de mercurio se encuentran por debajo de los valores máximos permitidos por la normatividad Internacional, presentando el biosólido como fuente confiable de nutrientes para el agro. De esta forma se establece una metodología que puede ser una buena herramienta para la determinación analítica de mercurio en pastos.

PALABRAS CLAVES: absorción atómica; cuantificación; validación; mercurio; toxicidad; generador de hidruros.

MERCURY CUANTIFICATION IN GRASS TREATED WITH BIOSOLIDS BY ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY WITH HYDRIDE GENERATOR.

ABSTRACT

Solid byproducts of organic nature generated by the processes of treatment of municipal wastewater are commonly used as a nutrient source for soil treatment. These biosolids contain nutrients inorganic contaminants such as

¹ Química y Magister en Enseñanza de las Ciencias Ortiz-Amilvia. Docente Investigadora grupo GIEM de la UdeA

² Químico, Magister en Ciencias Químicas y Candidato a doctor en Ciencias Químicas. Docente Universidad EIA.

³ Biólogo Magister en Ciencias Químicas, Doctor en Química y Posdoctor. Profesor UdeA.



Autor de correspondencia: Araque Marín, P. (Pedronel):
Kilómetro 2 Vía al Aeropuerto, Envigado, Colombia / Tel.:
(054) (4) 354 90 90
Correo electrónico: pedronel.araque@eia.edu.co

Historia del artículo:

Artículo recibido: 24-VII-2015/ Aprobado: 22-II-2016

Disponible online: 30 de octubre de 2016

Discusión abierta hasta octubre de 2017

mercury, which is used to study by his knowledge widely documented about the toxicity in living systems and their effects on human. In this sense and since plants are the basis of the food chain the focus is to the grass, due to its easy growth and use in animal husbandry. Mercury in grass was quantified by atomic absorption spectrophotometry technique using hydride generator cool mist. Some validation parameters were checked with desirable acceptance criteria such as linearity ($r^2 = 0,999$), accuracy ($R = 93,14-96,12\%$), precision ($CV = 1,11-1,69\%$), limits of detection and quantification ($0,001-0,003$ ppb). It became clear that the mercury concentrations are below the maximum values permitted by international standards, presenting the biosolids as a reliable source of nutrients for agriculture. This way establishes a methodology that can be a good tool for the analytical determination of mercury in grass.

KEYWORDS: atomic absorption, quantification, validation, mercury, toxicity, hydride generator.

QUANTIFICAÇÃO DE MERCÚRIO NA GRAMA TRATADO COM BIOSSÓLIDO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA COM GERADOR DE HIDRETOS.

RESUMO

Subprodutos sólidos de natureza orgânica gerado pela cidade de processos de tratamento de águas residuais municipais são geralmente usados como uma fonte de nutrientes para o tratamento do solo. Estes contêm nutrientes do resíduo de contaminantes inorgânicos tais como o mercúrio, o qual é usado para estudar o seu conhecimento amplamente documentado sobre a toxicidade em sistemas vivos e os seus efeitos na saúde humana. Neste sentido, e uma vez que as plantas constituem a base da cadeia alimentar o foco é a grama, devido ao seu fácil crescimento e usar na criação de animais. Mercury na grama foi quantificada por espectrofotometria de absorção atômica técnica usando gerador de hidreto de névoa fria. Alguns parâmetros de validação foram verificados com os critérios de aceitação desejáveis, tais como linearidade ($r^2 = 0,999$), exatidão ($R = 93,14-96,12\%$), precisão ($CV = 1,11-1,69\%$), limites de detecção e quantificação ($0,001-0,003$ ppb). Tornou-se claro que as concentrações de mercúrio estão abaixo dos valores máximos permitidos pelos padrões internacionais, apresentando os bio sólido como uma fonte confiável de nutrientes para a agricultura. Desta forma, estabelece uma metodologia que pode ser uma boa ferramenta para a determinação analítica de mercúrio na grama.

PALAVRAS-CHAVE: absorção atômica, quantificação, validação, mercúrio, toxicidade, gerador de hidretos.

1. INTRODUCCIÓN

El empleo de subproductos sólidos de carácter orgánico generados por los procesos de tratamiento de aguas residuales municipales como fuente de materia orgánica y nutrientes en cultivos, es una práctica que se utiliza comúnmente con el fin de mejorar las propiedades físicoquímicas del suelo y de esta forma reducir la necesidad de fertilizantes inorgánicos (Park, *et al.*, 2011; Bernal, *et al.*, 2009; Baldwin y Shelton, 1999). Se ha reportado que las enmiendas orgánicas con bajos niveles de metales pesados, se pueden utilizar como sumideros para

la reducción de la biodisponibilidad de los metales desde los suelos a las plantas debido a procesos tales como: adsorción, complejación, reacciones óxido-reducción y volatilización (Violante, *et al.*, 2010; Park, *et al.*, 2011; Roca-Perez, *et al.*, 2010; Yong-Kui, *et al.*, 2007).

Entre los metales pesados se encuentra el mercurio, contaminante inorgánico que juega un papel indispensable en procesos vitales, según las características y concentraciones en las que se encuentren en el ambiente, debido a que tiende a acumularse a lo largo de la cadena alimentaria, es una de las razones por la cual suele ser empleado en estudios de

captación dado el conocimiento ampliamente documentado de su toxicidad en sistemas vivos y sus efectos en seres humanos. En este mismo sentido y puesto que las plantas constituyen la base de la cadena trófica, se han planteado algunas implicaciones acerca de concentraciones tóxicas de mercurio y del transporte desde las plantas a los estratos superiores de la cadena (Peralta-Videa, *et al.*, 2009). La capacidad de captación del mercurio en vegetales, ha permitido establecer factores que estiman tanto la transferencia como la fitorremediación (Arroyave, *et al.*, 2010; De Temmerman, *et al.*, 2009).

Con frecuencia las plantas se utilizan sobre suelos mineros para realizar fitoextracción de mercurio, no obstante, en agroecosistemas los estudios son más escasos. Las concentraciones de mercurio en arroz y hortalizas cultivadas en suelos agrícolas cercanos a zonas industriales en China, al sur de Jiangsu, revelaron una transferencia de 0,006 y 0,002 mg/kg respectivamente, valores que estuvieron por debajo de la concentración máxima permitida en alimentos (Cao, *et al.*, 2010). En cultivos de maíz la acumulación de mercurio se evidenció principalmente en las raíces, indicando que el riesgo de bioacumulación en seres humanos es bajo (Peralta-Videa, *et al.*, 2009). La pared celular de la raíz juega un papel importante en la captura y retención de mercurio, de tal manera que el metal no ingresa a otros órganos de la planta (Cavallini, *et al.*, 1999). Éste fenómeno fue confirmado en plantas *Lavandula stoechas* (Sierra, *et al.*, 2012) y *Silene vulgaris* (Perez-Sanz, *et al.*, 2012), donde la concentración de mercurio encontrada fue mayor en la raíz que en la parte aérea de la planta, confirmando de esta forma la importancia de la raíz en los procesos de inmovilización de mercurio.

Estos resultados constituyen un elemento clave en estudios de tolerancia al mercurio; sin embargo concentraciones elevadas de mercurio puede generar transferencia desde la raíz hasta los demás órganos; por lo tanto también se ha demostrado la relación directa entre la concentración de mercurio en el suelo y el nivel de captación, como es el caso del pasto llanero (*Brachiaria dictyoneura*) cuyo me-

canismo de tolerancia fue relacionado con la acumulación y exclusión del mercurio (Arroyave, *et al.*, 2010). Finalmente sobre la absorción foliar en varias especies de plantas expuestas a la atmósferas contaminadas con mercurio han establecido efectos si se tienen dos puntos de entrada: Raíz y hoja (Cavallini, *et al.*, 1999; Ci, *et al.*, 2011).

El pasto Kikuyo (*Pennisetum clandestinum*) es una especie perenne tropical nativa de la región de África Central, pero ahora es común en muchas más áreas. La temperatura óptima para el crecimiento del Kikuyo es entre 6 y 24 °C, pero también responde en el rango de temperatura entre 2 y 8 °C. La atención sobre este pasto, por parte de los investigadores es debido a su fácil crecimiento, sistema de enraizamiento y contenido de proteínas de alta digestibilidad (Muscolo, 2003), además es usado como pastura de ganadería en el Municipio de Entrerrios del departamento de Antioquia y los predios son tratados con biosólido como fuente de nutrientes para suelos.

Cabe anotar que aún no existe una reglamentación en cuanto a los niveles máximos permitidos de elementos tóxicos en pastos, se tiene como referencia la carga máxima permitida de mercurio en suelos (mg/kg) establecida por diferentes regulaciones internacionales y se indica la concentración que representa una amenaza para el ambiente, a partir de la normatividad holandesa (McBride, 1995), como se indica en la tabla 1.

TABLA 1. CONCENTRACIÓN DE MERCURIO EN SUELOS SEGÚN LAS REGULACIONES INTERNACIONALES.

Carga máxima permitida de mercurio en suelos					Concentración de riesgo
Regulaciones Internacionales (mg/kg)					Holanda (mg/kg)
Elemento	EE.UU	Alemania	Holanda	Canadá	
Mercurio	-	8	8	1,6	40

Ahora, de acuerdo a la normatividad colombiana, los ministerios de Ambiente, Agricultura y Desarrollo rural y el de Protección Social actualmente se encuentran en la fase de reglamentación del decreto

1287: “por el cual se establecen criterios para el uso de los biosólidos generados en plantas de tratamiento de aguas residuales municipales”. Clasificando los biosólidos en las categorías A, B y C, como se indica en la **Tabla 2**.

TABLA 2. CONCENTRACIÓN DE MERCURIOS EN BIOSÓLIDOS SEGÚN LA NORMATIVIDAD COLOMBIANA.			
Carga máxima permitida de mercurio en biosólidos (mg/kg)			
Elemento	Categoría Biosólido		
	A	B	C
Mercurio	17	57	No cumplen con algún(o) de los parámetros definidos para A ó B

La validación de la metodología para la determinación cuantitativa de mercurio en pastos por absorción atómica con generador de hidruros no solo pretende documentar la calidad de los pastos, también pretende validar el método analítico como parte esencial del programa de aseguramiento de la calidad de cualquier laboratorio de servicios y de esta manera cumplir con los parámetros y criterios desde lo estadístico, operativo y económico.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Reactivos

El Ácido sulfúrico ($H_2SO_{4(ac)}$), Ácido nítrico ($HNO_{3(ac)}$), Ácido clorhídrico ($HCl_{(ac)}$), permanganato de potasio ($KMnO_{4(s)}$), persulfato de potasio ($K_2S_2O_{8(s)}$), cloruro de sodio ($NaCl_{(s)}$), sulfato de hidroxilamina ($NH_3OH)_2SO_{4(s)}$), borohidruro de sodio ($NaBH_{4(s)}$) e hidróxido de sodio ($NaOH_{(s)}$), fueron de grado analítico provenientes de Aldrich Chemical Co. Ltd., Proanalysis.

Preparación de soluciones

Solución permanganato de potasio $KMnO_{4(ac)}$

El permanganato de potasio se preparó en agua desionizada a 25°C. El contenido de perman-

ganato de potasio en solución acuosa corresponde al 5% g/mL.

Solución persulfato de potasio $K_2S_2O_{8(ac)}$

El persulfato de potasio se preparó en agua desionizada a 25°C. El contenido de persulfato de potasio en solución corresponde al 5% g/mL.

Solución cloruro de sodio y sulfato de hidroxilamina $[NaCl; (NH_3OH)_2SO_4]_{(ac)}$

El cloruro de sodio y sulfato de hidroxilamina se prepararon en agua desionizada a 25°C. El contenido de cloruro de sodio y sulfato de hidroxilamina en solución, corresponden al 12% g/mL y 12% g/mL respectivamente.

Solución borohidruro de sodio e hidróxido de sodio $[NaBH_4; NaOH]_{(ac)}$

El borohidruro de sodio e hidróxido de sodio se prepararon en agua desionizada a 25°C. El contenido de borohidruro de sodio e hidróxido de sodio en solución, corresponden al 0,6% g/mL y 0,6% g/mL respectivamente.

Estándares de mercurio Hg

La solución estándar de 100 mg/L de Hg fue preparada a partir de la solución patrón de 1000 mg/L de Hg, en ácido nítrico al 1%. La solución estándar de 10 mg/L de Hg se preparó a partir de la solución de 100mg/L de Hg en ácido nítrico al 1%. La solución estándar de 100 µg/L de Hg que se utilizó para la preparación de los estándares de la curva de calibración fue obtenida adicionando 1 mL de la solución estándar de 10 mg/L de Hg y se llevó a 100 mL con ácido nítrico al 1%.

Equipo y condiciones espectroscópicas

Espectrofotómetro de absorción atómica SensAA® de GBC Scientific Equipment (Dandenong, Australia), con bomba de aire peristáltica para la medición de mercurio por la técnica de generador de hidruros, lámpara de mercurio a una longitud

de onda de 253,7 nm, con lámpara de deuterio para corrección de radiación de fondo. Ancho de banda de 0,5 nm, una corriente de lámpara de 4,0 mA sin llama. Debido a que se utiliza la técnica de absorción atómica por vapor frío, el gas de arrastre fue argón.

Preparación del Suelo

Se midió entre 0,5g de suelo y se trató con 5 mL de $\text{H}_2\text{SO}_{4(\text{ac})}$ y 2,5 mL de $\text{HNO}_{3(\text{ac})}$ con agitación continua, después adicionaron 15 mL de $\text{KMnO}_{4(\text{ac})}$ hasta la permanencia por 15 min del color púrpura. Posteriormente se agregaron 8 mL de $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_{8(\text{ac})}$ seguido por un calentamiento durante 2 horas a 95°C. Se retiró el calentamiento y cuando solución alcanzó la temperatura ambiente se adicionó $\text{NaCl}(\text{NH}_3\text{OH})_2\text{SO}_{4(\text{ac})}$ con el fin de eliminar el exceso de $\text{KMnO}_{4(\text{ac})}$. Se dejó en reposo durante una hora y finalmente se procedió a cuantificar el mercurio.

Preparación de la muestra

Se midió entre 0,5 y 1,0 g de muestra (pasto seco) en un erlenmeyer de 250 ml y se trató con 5 mL de $\text{H}_2\text{SO}_{4(\text{ac})}$ y 2,5 mL de $\text{HNO}_{3(\text{ac})}$ con agitación continua, después adicionaron 15 mL de $\text{KMnO}_{4(\text{ac})}$ hasta la permanencia por 15 min del color púrpura. Posteriormente se agregaron 8 mL de $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_{8(\text{ac})}$ seguido por un calentamiento durante 2 horas a 95°C. Se retiró el calentamiento y cuando solución alcanzó la temperatura ambiente se adicionó $\text{NaCl}(\text{NH}_3\text{OH})_2\text{SO}_{4(\text{ac})}$ con el fin de eliminar el exceso de $\text{KMnO}_{4(\text{ac})}$. Se dejó en reposo durante una hora y finalmente se procedió a cuantificar el mercurio.

Análisis estadístico

Los resultados fueron comparados estadísticamente utilizando análisis de varianza de una vía (ANOVA), seguida por el test de comparación múltiple para las diferencias entre las medias, usando STATGRAPHICS Centurion XVI.II.

Sitio de muestreo

Se realizó el estudio en la finca la Pradera ubicada en la vereda Pío XII, Municipio de Entrerrios del departamento de Antioquia. Se recorrieron los

predios con el fin de seleccionar la parcela experimental (con biosólido) y la parcela testigo (sin biosólido), teniendo en cuenta que ambas parcelas tuvieran los mismos componentes fisiográficos en cuanto a pendiente, suelo y fuentes de agua (Peláez, *et al.*, 2011).

Selección de las parcelas

Los suelos de las parcelas se encontraron desarrollados sobre ceniza volcánica retrabada, con un horizonte Ap (con un grosor que varía entre 10 y 30 cm dependiendo del grado de erosión) y sembradas con pasto Kikuyo. La parcela experimental con un área de 1.4 hectáreas, tratada hace 8 años con biosólido (cada cuarenta y cinco días como única fuente de fertilización). La parcela testigo con un área de 0.5 hectáreas, tratada con Urea y fosfato diamónico (DAP) como fertilizantes con una frecuencia de mes y medio (100 kg de Urea más 50 kg de DAP), es importante tener en cuenta que al final de la fertilización las parcelas son usadas para pastoreo con una carga animal variable, por un periodo no mayor de 6 días, según el manejo que dispone el administrador de la finca (Peláez, *et al.*, 2011).

División de parcelas

Las parcelas se dividieron en cuatro lotes teniendo en cuenta la morfología de la vertiente: una en la parte superior, pendiente de 5% aproximadamente, dos parcelas en la parte media de la vertiente con pendientes entre 15 y 25% y un lote a la vaguada con pendiente entre 5 y 8%, al final de este lote se tiene una corriente de agua libre en superficie.

Aplicación de biosólidos

En la parcela experimental de forma manual mediante mangueras se aplicó el biosólido diluido proveniente de la planta de tratamiento de aguas residuales San Fernando (Medellín-Antioquia). Para la determinación de la cantidad de biosólidos a aplicar se instalaron mantas de 0,52 m² cada una (Peláez, *et al.*, 2011). Luego del tratamiento las mantas fueron empacadas en bolsas plásticas para posteriormente determinar el volumen y la masa de biosólido aplicado.

Diseño de muestreo

Se tomaron cuatro muestras de suelo en cada uno de los lotes. Las muestras estaban formadas por 10 submuestras por lote, con profundidad de 20 cm. 15 submuestras al azar de pasto Kikuyo a través de cada una de los lotes de las parcelas para análisis foliar. Los muestreos de suelo y foliares se hicieron una semana después de cada aplicación.

Método espectroscópico

Los parámetros analíticos validados e implementados para la cuantificación de mercurio fueron: linealidad, exactitud, precisión, límite de detección y límite de cuantificación.

Linealidad y rango lineal

Para evaluar la linealidad, cinco concentraciones fueron preparadas (1, 5, 10, 20, 30 ppb). Cada concentración se preparó a partir de una solución patrón de mercurio de 1000ppm. Las soluciones preparadas se sometieron al proceso de digestión y se inyectaron por triplicado.

Precisión

Dos analistas de manera independiente prepararon 6 réplicas de una solución patrón por día y las sometieron a digestión igual que a la muestra problema. Se determinó el coeficiente de variación como la razón entre la media de las réplicas de la solución (MRS) y la desviación estándar de las réplicas (DSR) para cada analista.

Exactitud

Para hallar la exactitud como el porcentaje de recuperación, se utilizó el método de adición del estándar, para lo cual se añadió sobre una o varias muestras reales cantidades conocidas de mercurio a tres niveles de concentración (bajo, medio y alto) dentro del intervalo de trabajo de linealidad. Los resultados fueron expresados como porcentaje de recuperación (% R), calculado como se muestra en la **Ecuación 1**.

$$\% R = \frac{C_{SA} - C_S}{C_A} * 100 \quad (1)$$

Donde C_S es la concentración de mercurio en la muestra, C_{SA} la concentración de mercurio en la muestra más la concentración de mercurio adicionada y C_A la concentración conocida de mercurio adicionada a la muestra.

Límite de detección y cuantificación

Para evaluar el límite de detección se prepararon como mínimo 10 blancos, y se sometieron al proceso usual de preparación de las muestras y lectura de la señal por el método seleccionado. Se determinó el límite de detección en el digerido (LDd) a partir de la señal promedio (y) y la desviación estándar de los blancos (s), por medio de la **Ecuación 2**.

$$LDd = y + 3,3 * s \quad (2)$$

El límite de detección del método en la pasto (LD), se determinó por medio de la relación del límite de detección en el digerido, volumen de digerido (Vd) y masa de la muestra (m) a partir de la **Ecuación 3**.

$$LD = LDd \left(\frac{mg}{L} \right) * \frac{Vd (mL)}{m (g)} \quad (3)$$

El límite de cuantificación del método (LC) fue calculado a partir del límite de detección del método como se representa en la **Ecuación 4**.

$$LC = 3 * LD \quad (4)$$

3. RESULTADOS

Linealidad y rango Lineal

Los resultados estadísticos del análisis de los estándares de mercurio y el área, se muestran en la **Tabla 3**, los valores obtenidos presentaron una correlación estadísticamente significativa (p -valor $< 0,05$), con un nivel de confianza del 95%, el coeficiente de correlación para el modelo fue de 0,999, indicando buena proporcionalidad entre la concentración y el área, los errores de la pendiente e intercepto presentan buen ajuste para el modelo lineal.

TABLA 3. PARÁMETROS ESPECTROSCÓPICOS PARA LA CUANTIFICACIÓN DE MERCURIO.

Rango Lineal	Ecuación de regresión	r ²	LD	LC
1 - 30	Y = (0,0152 ± 0,0004) *C - 0,0004 ± 0,0001	0,999	0,001	0,003

Y: área, C: concentración de mercurio y r²: coeficiente de determinación. El rango lineal y los límites de detección (LD) y cuantificación (LC) están expresados en ppb (µg/L).

Rango dinámico lineal

El Rango dinámico lineal se determinó a partir de la razón entre el área y la concentración de mercurio evaluada, el límite superior (pendiente + 10%) e inferior (pendiente -10%) fueron: 0,0165 y 0,0135 respectivamente. Se estableció de esta forma que las concentraciones de mercurio: 1,0, 5,0, 10, 20 y 30 ppb, se encuentran dentro del intervalo lineal definido.

Límite de detección y cuantificación

En la tabla 3, se presentan valores estimados para ambos, los límites de detección y cuantificación fueron 0,001 y 0,003 ppb, respectivamente. Indicando que el método analítico presenta buena sensibilidad.

Precisión

Los coeficientes de variación (CV) para los analistas 1 y 2 se resumen en la tabla 4. Se observa que los coeficientes de variación son menores o iguales a 2%. Para valores de coeficiente de variación inferiores al 10%, que es un valor de una medida de la dispersión aceptable dentro del conjunto de mediciones experimentales trabajadas a partir del modelo adoptado por la IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*), e puede inferir que el planteamiento analítico permite establecer condiciones de repetibilidad y reproducibilidad, aplicando la metodología a la misma muestra, bajo las condiciones instrumentales con distinto operador y en un periodo de tiempo diferente, dado que no hubo diferencia significativa entre el proceso realizado por los analistas en los días de cuantificación.

TABLA 4. PRECISIÓN DEL MÉTODO ESPECTROSCÓPICO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE MERCURIO.

	Analista 1	Analista 2
Día 1	9,933	10,092
	10,011	10,106
	10,279	10,112
	10,008	10,178
	10,459	10,187
	10,180	10,193
MRS ± DSR	10,1 ± 0,2	10,14 ± 0,05
CV	2,0	0,5
Día 2	10,016	10,105
	10,009	9,895
	10,040	10,056
	10,001	10,006
	9,886	9,893
	9,866	9,952
MRS ± DSR	10,0 ± 0,1	10,0 ± 0,1
CV	1,0	1,0

MRS: media de las réplicas de la solución, DSR: la desviación estándar de las réplicas.

Exactitud

El porcentaje de recuperación de mercurio en los tres niveles de concentración fueron: para el nivel bajo 93,14%-95,24, para el nivel medio: 94,35%-96,12% y para el nivel alto 92,59%-95,18%, indicando que el método no tiene pérdida de analito (< 93,14%) o interferencia en la matriz (> 96,12%), por lo tanto el método espectroscópico es considerado exacto.

Caracterización de biosólidos

Las cantidades de biosólidos y los contenidos de nitrógeno (N), fósforo (P) y potasio (K) aportados en cada aplicación se presentan en la **Tabla 5**.

TABLA 5. CANTIDADES DE BIOSÓLIDOS EN BASE SECA Y DE N, P₂O₅ Y K₂O APLICADOS (*) A LA PARCELA EXPERIMENTAL.

Aplicación (meses)	Biosólido	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
		(kg/ha)		
0	3012	54,2	28,0	9,0
2	3546	63,8	33,0	10,6
5	1895	34,1	17,6	5,7
7	2721	49,0	25,3	8,2

(*) Las cantidades de N, P y K se calcularon según el análisis de los biosólidos recolectados el día de la aplicación.

Determinación de mercurio

La cuantificación de mercurio en suelos se observa en la tabla 6. Al evaluar las posibles diferencias mediante test de comparación entre los dos tratamientos se tiene una estimación media del contenido de mercurio en función del tratamiento indica que la parcela testigo cuenta con una concentración basal de mercurio de $0,32 \pm 0,02$ mg/kg, lo que corresponde al 38% reportado para los dos casos. Por su parte, la parcela experimental cuanta con una concentración de mercurio de $0,52 \pm 0,05$ mg/kg, representando el 62% del total del mercurio observado presentaron una diferencia estadísticamente significativa (p -valor = 4.20×10^{-9}), con un nivel de confianza del 95%.

TABLA 6. CONTENIDO DE MERCURIO (MG/KG) EN SUELOS \pm (DESVIACIÓN ESTÁNDAR).

Lote	Parcela experimental	Parcela testigo
4	$0,570 \pm 0,004$	$0,280 \pm 0,004$
3	$0,437 \pm 0,002$	$0,327 \pm 0,003$
2	$0,570 \pm 0,010$	$0,313 \pm 0,004$
1	$0,487 \pm 0,006$	$0,334 \pm 0,006$

El contenido de mercurio en el pasto se muestra en la **Tabla 7**. No se presentó diferencias entre el pasto de la parcela testigo y el de la parcela experimental respecto al crecimiento y coloración. El contenido de mercurio en la parcela testigo no fue detectado comparado con la parcela experimental la cual presentó una concentración de mercurio pro-

medio de $0,065 \pm 0,001$ mg/kg. Aunque hubo transferencia de mercurio, el riesgo de bioacumulación en seres humanos es bajo (Peralta-Videa, *et al.*, 2009).

TABLA 7. CONTENIDO DE MERCURIO (MG/KG) EN PASTOS \pm (DESVIACIÓN ESTÁNDAR).

Lote	Parcela experimental	Parcela testigo
4	$0,0570 \pm 0,0010$	$<0,01$
3	$0,0637 \pm 0,0005$	$<0,01$
2	$0,0650 \pm 0,0020$	$<0,01$
1	$0,0740 \pm 0,0020$	$<0,01$

4. CONCLUSIONES

En este estudio la cuantificación de mercurio en pastos tratados con biosólidos por espectroscopia de absorción atómica con generador de hidruros fue alcanzado. El método es aceptable linealmente por su coeficiente de correlación de 0,999, preciso con CV menor o igual al 2% aceptado dentro modelo adoptado por la IUPAC, cumpliendo el parámetro de repetibilidad. Además, el método es considerado exacto por el porcentaje de recuperación entre 93,14% y 96,12%. Los resultados de este estudio sugieren que el método es seguro y la metodología puede ser aplicada para análisis de mercurio por espectroscopia de absorción atómica con generador de hidruros en sistemas tipo pasto.

Los suelos tratados con biosólidos no representan una amenaza para el ambiente dado que se encuentra por debajo de la norma internacional y la normatividad colombiana, además la calidad de los pastos analizados indican que los biosólidos son una alternativa para los agricultores, con respecto a los fertilizantes químicos y de esta forma se plantea la posibilidad de dar uso a un material considerado como residuo.

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan su agradecimiento a la convocatoria 508-2010 "Banco de proyectos de estandarización y acreditación de laboratorios" de Colciencias, por la financiación del proyecto 683-2011.

REFERENCIAS

- Arroyave, C.; Araque, P.; Peláez, C.A. (2010). Bioaccumulation and toxicity evaluation of cadmium and mercury in llanero grass (*brachiaria dictyoneura*), *Revista Vitae*, 17(1) enero, pp.45-49.
- Baldwin, K.R.; Shelton, J.E. (1999). Availability of heavy metals in compost-amended soil. *Bioresour Technol.* 39, septiembre, pp. 1-14.
- Bernal, M.P.; Albuquerque, J.A.; Moral, R. (2009). Composting of animal manures and chemical criteria for compost maturity assessment: a review. *Bioresour Technol*, 19 diciembre, pp. 3372-3380.
- Cao, H.; Chen, J.; Zhang, J.; Zhang, H.; Qiao, L.; Men Y. (2010). Heavy metals in rice and garden vegetables and their potential health risks to inhabitants in the vicinity of an industrial zone in Jiangsu, China. *Journal of Environmental Sciences*, 22(11) marzo, pp. 1792-1799.
- Cavallini. A.; Natali, L.; Durante, M.; Maserti, B. (1999). Mercury uptake, distribution and DNA affinity in durum wheat (*Triticum durum* Desf.) plants. *The Science of the Total Environment*, 243/244 septiembre, pp. 119-127.
- Ci, Z.; Zhang, X.; Wang, Z.; Niu, Z. (2011). Atmospheric gaseous elemental mercury (GEM) over a coastal/rural site downwind of East China: Temporal variation and long-range transport. *Atmospheric Environment*, 45 febrero, pp. 2480-2487.
- De Temmerman, L.; Waegeneers, N.; Claeys, N.; Roekens, E. (2009). Comparison of concentrations of mercury in ambient air to its accumulation by leafy vegetables: An important step in terrestrial food chain analysis. *Environmental Pollution*, 157 enero, pp. 1337-1341.
- McBride M.B. (1995). Toxic metal accumulation from agricultural use of sludge: Are USEPA regulations protective?. *Journal of Environmental Quality*, 24(1), pp. 5-18.
- Muscolo, A.; Panuccio, M.R.; Sidari, M. (2003). Effects of salinity on growth, carbohydrate metabolism and nutritive properties of kikuyu grass (*Pennisetum clandestinum* Hochst). *Plant Science*, 164 febrero, pp. 1103-1110.
- Park, J.H.; Lamba, D.; Paneerselvama, P.; Choppalaa, G.; Bolana, N.; Chungd, J.W. (2011). Role of organic amendments on enhanced bioremediation of heavy metal (loid) contaminated soils. *Journal of Hazardous Materials*, 185 septiembre, pp. 549-574.
- Peláez, C.; Acevedo, L.; Hurtado, A.; Ortiz, A.; Vélez, G.; Campos, C.; Fuentes, N.; Medina, L.K.; Zapata, R.; Osorio, N.; Berrío, C.; Sotelo, A. (2011). Evaluación de los riesgos agronómico, ambiental y sanitario derivados de la aplicación directa de biosólidos para el cultivo de pastos en un agroecosistema de vocación lechera del Norte de Antioquia. *Revista epm*, 4 enero, pp. 8-37.
- Peralta-Videa, J.R.; Lopez, M.L.; Narayan, M.; Saupe, G.; Gardea-Torresdey, J. (2009). The biochemistry of environmental heavy metal uptake by plants: Implications for the food chain. *The International Journal of Biochemistry & Cell Biology*, 41 marzo, pp. 1665-1677.
- Pérez-Sanz, A.; Millán, R.; Sierra, M.J.; Alarcón, R.; García, P.; Gil-Díaz, M.; Vazquez, S.; Lobo, M.C. (2012). Mercury uptake by *Silene vulgaris* grown on contaminated spiked soils. *Journal of Environmental Management*, 95, pp. S233-S237.
- Sierra, M.J.; Rodríguez-Alonso, J.; Millán, R. (2012). Impact of the lavender rhizosphere on the mercury uptake in field conditions. *Chemosphere*, 89 julio, pp. 1457-1466.
- Roca-Perez, L.; Gil, C.; Cervera, M.L.; González, A.; Ramos-Miras, J.; Pons, V.; Bech, J.; Boluda, R. (2010). Selenium and heavy metals content in some Mediterranean soils. *Journal of Geochemical Exploration*, 107 agosto, pp. 110-116.
- Violante, A.; Cozzolino, V.; Perelomov, L.; Caporale, A.G.; Pigna, M. (2010). Mobility and bioavailability of heavy metals and metalloids in soil environments. *Journal of Soil Science and Plant Nutrition*. 10(3), pp. 268-292.
- Yong-Kui, Y.; Cheng, Z.; Xiao-Jun, S.; Tao, L.; Ding-Yong, W. (2007). Effect of organic matter and pH on mercury release from soils. *Journal of Environmental Sciences*, 19 mayo, pp. 1349-1354.

**PARA CITAR ESTE ARTÍCULO /
TO REFERENCE THIS ARTICLE /
PARA CITAR ESTE ARTIGO /**

Ortiz Villa, A.Y., Araque Marín, P., Peláez Jaramillo, C.A. (2016). Cuantificación de mercurio en pasto tratado con biosólidos por espectrofotometría de absorción atómica con generador de hidruros. *Revista ELA*, 13(25), enero-junio, pp. 147-155. [Online]. Disponible en: DOI: <http://dx.doi.org/10.14508/reia.2016.13.25.147-155>