



IV Jornada Anual de Actualización – SAMPLA 2014

Gestión Ambiental y Metodologías Analíticas en Laboratorios de Análisis de Suelos Agropecuarios

Panel

Determinación de nitratos en suelo

Zavalla, 24 de octubre de 2014



Ministerio de
Agricultura, Ganadería y Pesca
Presidencia de la Nación



Objetivo

Reflexionar sobre las causas probables de la elevada variabilidad en los resultados de nitratos y las posibles acciones correctivas.

NITRATO

**Mínima interacción con
la matriz del suelo**

**Requerido por todos
los seres vivos.**

Muy variable

**Buen estimador del crecimiento
y desarrollo de los cultivos**

Muy utilizado

Fuentes de Variabilidad





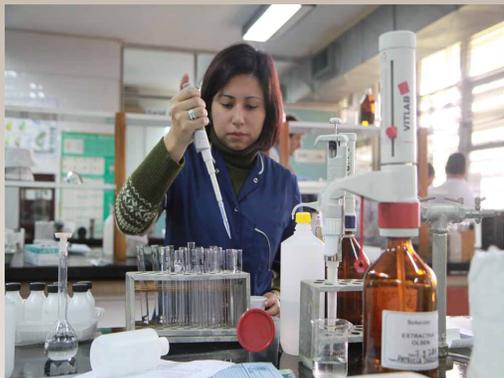
Muestreo



Conservación y Acondicionamiento de la Muestra



Comparaciones Interlaboratorios





INFORME FINAL

RONDA INTERLABORATORIO PARA ANÁLISIS DE SUELOS AGROPECUARIOS

SEPTIEMBRE 2013

Fecha de emisión: 30 de septiembre de 2013



Página 1 de 76

Resultados



Ministerio de
Agricultura, Ganadería y Pesca
Presidencia de la Nación



PROINSA - Ronda 2013

NITRATOS		
Estadísticos Descriptivos	Muestra A	Muestra B
Promedio interlab. - mg/kg	122,6	154,4
S (Desvío Estándar)- mg/kg	65,5	87,7
Srel. (Desv. Est. Relativo) - %	53,5	56,8
Incertidumbre	9,2	12,2

NITRATOS

Desviación Estándar Interlaboratorio relativa porcentual (%)

Ronda 2011	Ronda 2012	Ronda 2013	
		Muestra A	Muestra B
29,3	61,5	53,5	56,8

Tabla 1 (cont)
Datos enviados por los participantes – MUESTRA A

N° part	Na ⁺ (cmolc/kg)			K ⁺ (cmolc/kg)			Nitratos (mg/kg)			Sulfatos (mg/kg)		
	Dato 1	Dato 2	Dato 3	Dato 1	Dato 2	Dato 3	Dato 1	Dato 2	Dato 3	Dato 1	Dato 2	Dato 3
1a	0,2	0,21	0,19	2,07	2,18	2,14	132,99	130,21	131,05	np	np	np
1b	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np
2	2,33	2,432	2,43	1,7903	1,8542	1,8542	195,85	191,65	185	704,95	656,29	688,73
3	0,8	0,7	0,75	1,85	2	1,7	176,87	175,21	177,57	38,56	46,46	40,26
4	np	np	np	np	np	np	5	5	5	np	np	np
5	0,18	0,18	0,2	1,93	2,27	2,44	np	np	np	np	np	np
6	0,42	0,42	0,42	1,8	1,8	1,8	np	np	np	np	np	np
7	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np
8	0,03	0,03	0,03	1,22	1,21	1,23	32	34	32	np	np	np
9	0,6	0,6	0,6	1,81	1,81	1,79	182	164	151	np	np	np
10	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np
11	0,3	0,3	0,3	1,98	1,96	1,92	162,8	163,1	164,3	22,05	21,70	21,41
12	0,8	0,8	0,9	1,9	1,8	1,8	45,8	44,5	50,2	47,1	25,8	18,6
13	0,04	0,06	0,05	1,68	1,7	1,71	126,5	123,8	127,7	18,3	17,8	17,5
14	0,27	0,27	0,27	2,4	2,45	2,35	69	73	65	16,0	16,0	16,0
15	0,041	0,038	0,036	1,94	1,87	1,89	175	177	177	26,7	26,4	27,0
16	0,05	0,05	0,04	1,98	2,09	2,08	147,8	155,1	143,6	36,9	37,5	37,5
17	0,28	0,3	0,28	2,1	2,04	2,1	83,5	84,7	82,9	15,8	16,0	15,6
18	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np
19	np	np	np	np	np	np	141,68	139,05	148	np	np	np
20	0,37	0,38	0,4	2,19	2,2	2,18	125	130	128	26	26	26
21	np	np	np	1,9	1,7	1,9	33,5	32,2	32,8	np	np	np
22	np	np	np	np	np	np	162,1	162,1	160,9	22,3	20,6	21,4
23	0,1	0,1	0,3	1,5	1,4	1,3	100	95	99	33	27	29
24	0,16	0,16	0,2	1,75	1,75	1,75	121,4	125,3	122,5	np	np	np
25	0,33	0,38	0,27	2,44	2,50	2,37	203,08	206,24	193,05	20,0	20,3	20,5

Tabla 1 (cont)
Datos enviados por los participantes – MUESTRA B

N°part	Na ⁺ (cmolc/kg)			K ⁺ (cmolc/kg)			Nitratos (mg/kg)			Sulfatos (mg/kg)		
	Dato 1	Dato 2	Dato 3	Dato 1	Dato 2	Dato 3	Dato 1	Dato 2	Dato 3	Dato 1	Dato 2	Dato 3
1a	0,18	0,21	0,2	1,06	1,06	1,06	176,58	181,3	196,57	np	np	np
1b	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np
2	2,173	2,173	21,73	0,991	0,991	1,023	210	219,8	216,65	704,95	672,51	704,95
3	0,75	0,65	0,7	0,97	0,94	1	156,49	156,6	158,72	21,13	20,15	22,18
4	np	np	np	np	np	np	9	10	8	np	np	np
5	0,08	0,1	0,1	1,43	1,6	1,43	np	np	np	np	np	np
6	0,5	0,42	0,42	0,8	0,8	0,8	np	np	np	np	np	np
7	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np
8	0,02	0,02	0,01	0,79	0,77	0,78	44	44	43	np	np	np
9	0,6	0,6	0,6	1,05	1,03	1,05	222	217	213	np	np	np
10	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np
11	0,18	0,22	0,22	1,22	1,22	1,2	212	211,7	208,6	15,84	15,52	15,52
12	1,1	0,9	0,9	1,7	1,6	1,8	43,9	46,7	48,0	45,6	21,9	16,5
13	0,04	0,04	0,03	0,97	0,95	0,95	171,5	168,5	167	19,7	19,1	19,4
14	0,26	0,27	0,25	1,7	1,65	1,75	81	83	79	14	16	15,0
15	0,028	0,024	0,024	0,99	1,04	1,04	227	226	231	24,9	22,1	22,7
16	0,03	0,03	0,03	1,16	1,17	1,17	146,3	146,9	145	30,7	29	29,8
17	0,19	0,19	0,16	1,25	1,26	1,24	83,8	86,2	85,3	13,9	14,3	14,4
18	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np	np
19	np	np	np	np	np	np	184,84	192,74	180,11	np	np	np
20	0,18	0,2	0,18	1,28	1,29	1,28	160	165	168	22	22	22
21	np	np	np	1,1	0,6	0,7	43,6	43,9	43	np	np	np
22	np	np	np	np	np	np	198,3	225,3	210,3	14,2	17,1	15,0
23	0,1	0,2	0,1	0,8	0,9	0,8	141	129	134	18	22	22
24	0,12	0,12	0,12	0,95	0,95	1,1	178,7	174,2	175,4	np	np	np
25	0,22	0,27	0,27	1,51	1,47	1,47	226,99	224,01	226,25	9,6	12,1	12,5
26	no	no	no	no	no	no	183,1	180,6	185	no	no	no

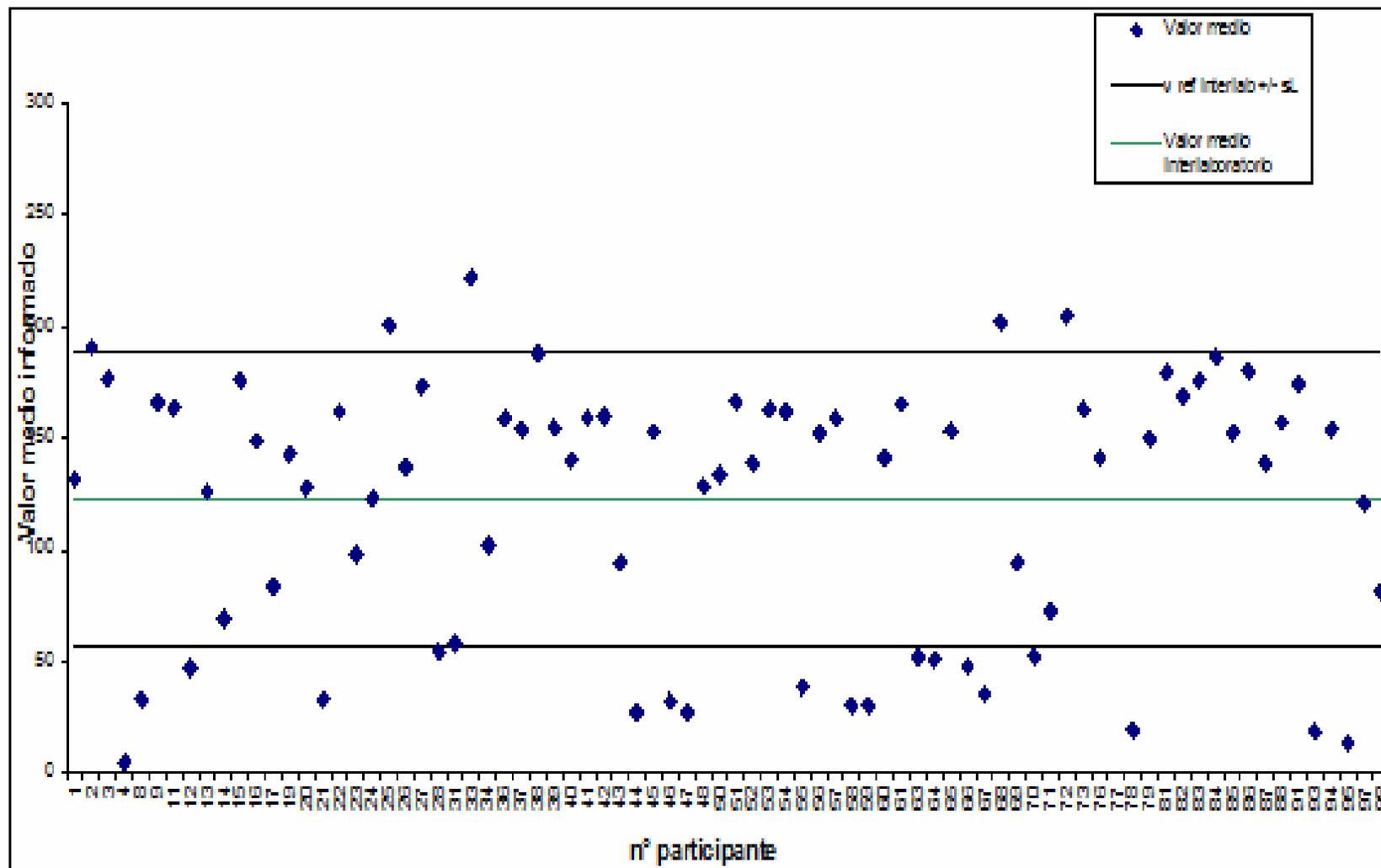
PROINSA - Ronda 2013

NITRATOS

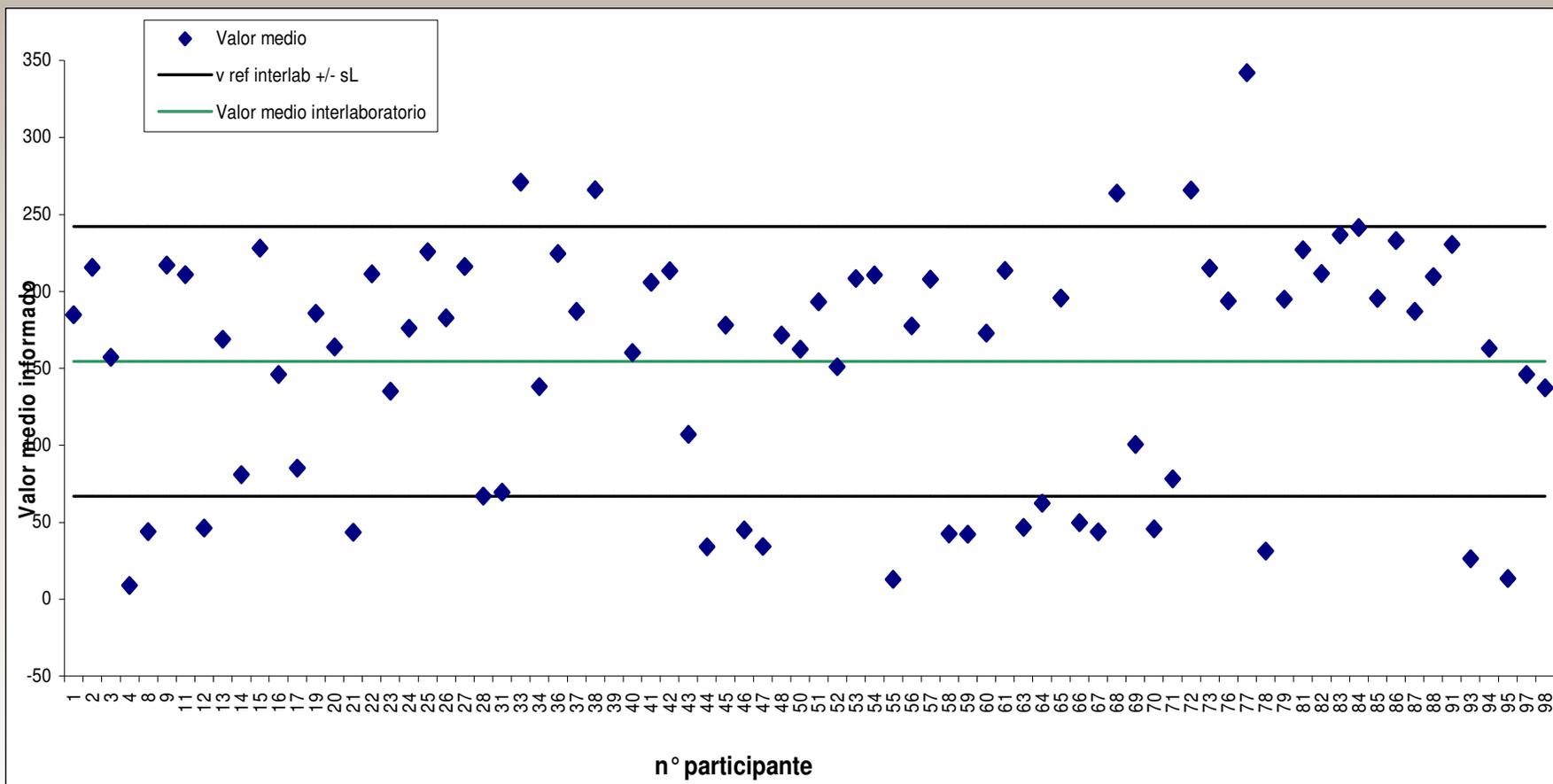
Estadísticos Descriptivos

Estadístico	Muestra A	Muestra B
Mínimo	5	8
Máximo	230	279

Datos enviados por los participantes – Nitratos (Muestra A)

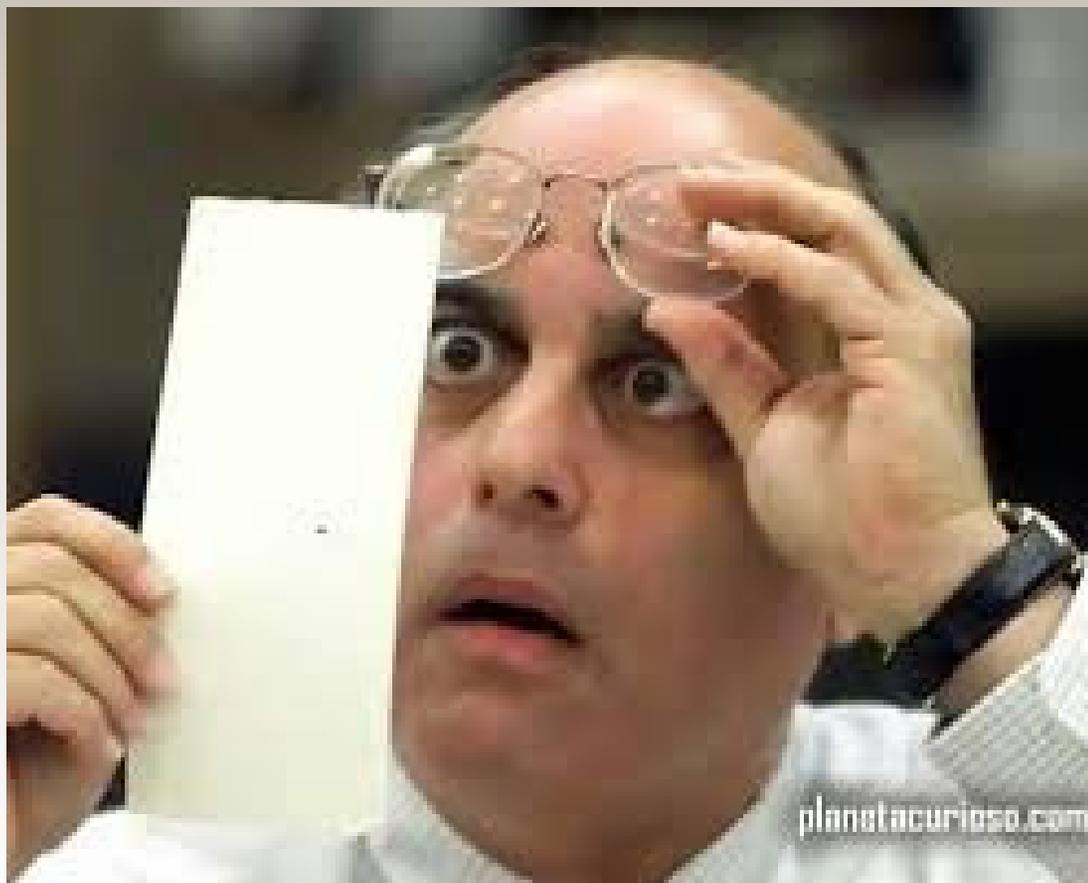


Datos enviados por los participantes – Nitratos (Muestra B)



Dato que excede los límites del gráfico

Lab	Valor medio
39	770,3



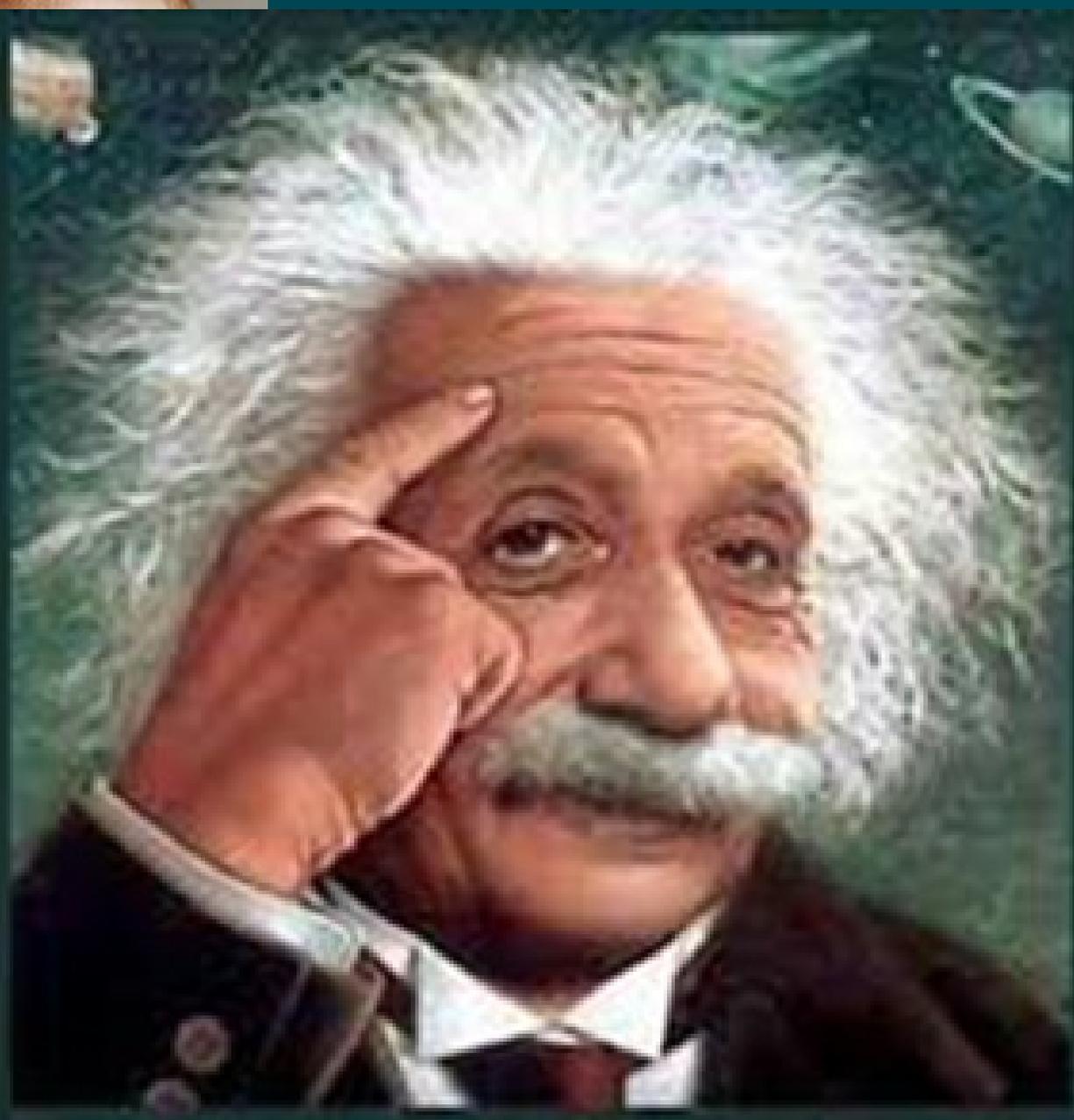
Ministerio de
Agricultura, Ganadería y Pesca
Presidencia de la Nación



¿Cómo lo resolvemos?



Ministerio de
Agricultura, Ganadería y Pesca
Presidencia de la Nación



Ministerio de
Agricultura, Ganadería y Pesca
Presidencia de la Nación



INFORME

"Debido a la gran dispersión que mostraron los valores de Nitratos en la ronda actual, se decidió que no era posible calificar el desempeño de los laboratorios en este analito para la concentración que poseía la muestra de suelo."



Tabla 2 (cont)
Métodos utilizados por los participantes

n° part.	K ⁺	Nitratos	Sulfatos
	Método	Método	Método
1	Espectrometría AA	colorimetria FD	np
2	ni	red a nitritos	Turbidimetría
3	Fotometría de llama	snedd	Turbidimetría
4	np	snedd	np
5	Fotometría de llama	np	np
6	Fotometría de llama	np	np
7	np	np	np
8	Espectrometría AA	Bremner	np
9	ni	Bremner	np
10	np	np	np
11	Fotometría de llama	Microtécnica. FD	np
12	Fotometría de llama	UV	Turbidimetría
13	Fotometría de llama	FD	Turbidimetría
14	Electrodo Ión Selectivo	REDUCCION CON CADMIO	Turbidimetría
15	Fotometría de llama	FD	Turbidimetría
16	Espectrometría AA	FD	Turbidimetría
17	Volumetría EDTA	ESPECTROFOTOMETRÍA	Turbidimetría
18	np	FD	Turbidimetría
19	Fotometría de llama	FD	np
20	Fotometría de llama	FD	Turbidimetría
21	Fotometría de llama	FD	np
22	Fotometría de llama	FD	Turbidimetría
23	Fotometría de llama	Bremner	Turbidimetría

PROINSA

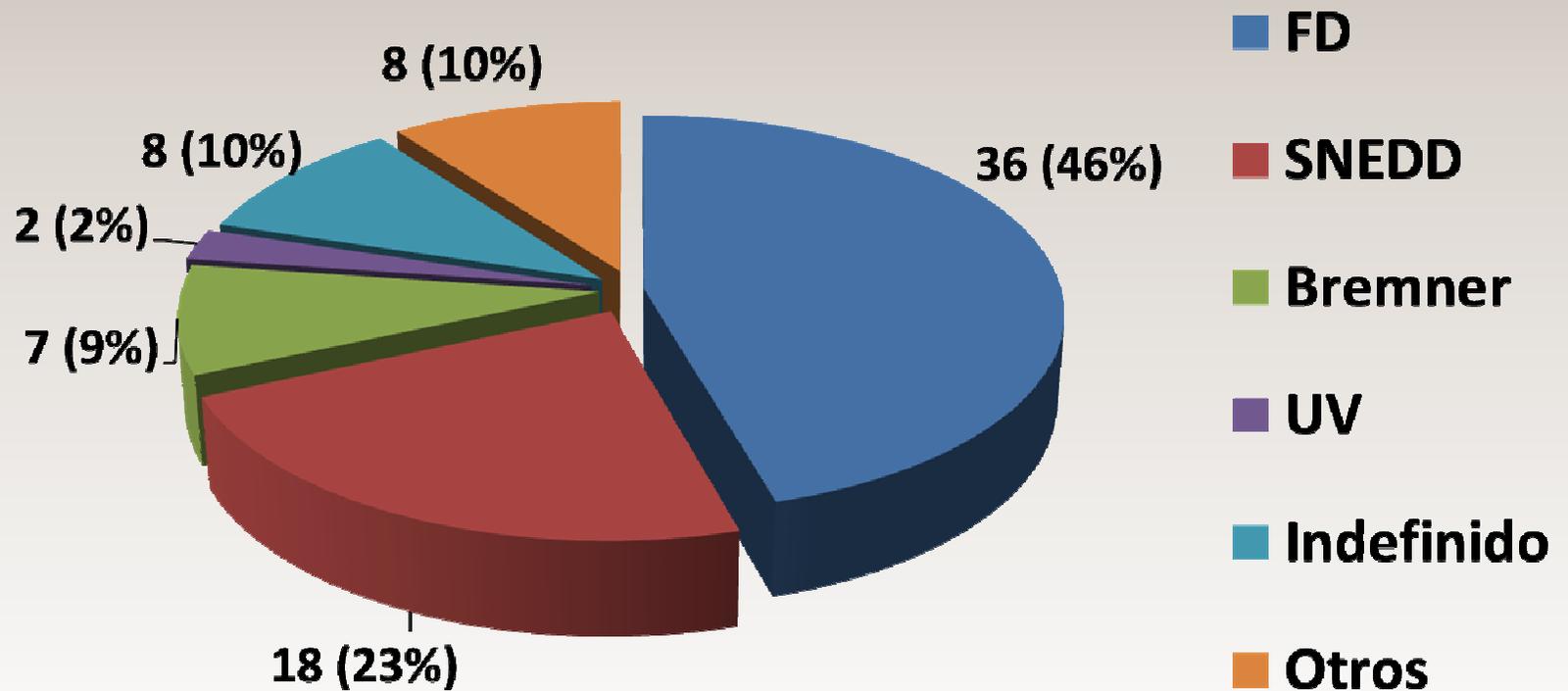
Ronda 2013

Resultados



Ronda 2013

Métodos Utilizados



INFORME

*"Se analizaron los resultados separándolos según el método empleado a fin de verificar si existía alguna tendencia asociada al mismo. Para esto se tuvieron en cuenta las dos metodologías más utilizadas: **Snedd** (S_R porcentual **45 y 48%** para las muestras A y B respectivamente) y **FD** (S_R porcentual **40 y 48%** para las muestras A y B respectivamente). Si bien agrupándolos de esta forma la dispersión disminuyó en cada grupo, aun siguió siendo elevada como para establecer un consenso válido entre los participantes."*

Métodos de Ensayo

Extracción



Cuantificación



Cálculos

Reactivos

Calidad / Conservación

Masa

Volumen



BLANCO de REACTIVOS

Microdestilación Bremner

Extracción



Ministerio de
Agricultura, Ganadería y Pesca
Presidencia de la Nación



Extracción

Extractante

KCI

(1M – 2M)



Interferencias – Constituyentes del suelo

Extracción

Relación de Extracción

1 : 2.5 a 1 : 5

Pobre interacción con la matriz del suelo



Medida de masas y volúmenes

Alta concentración de Nitratos

Humedad

Métodos de Ensayo

Cuantificación



Ministerio de
Agricultura, Ganadería y Pesca
Presidencia de la Nación



Destilación - Titulación

Destilación

Limpieza del destilador

Blancos

Alícuota del Extracto

Condición de los reactivos

Flujos

(generación de vapor – agua fría)



Destilación - Titulación

Titulación

Valoración del ácido

Volumen titulado

Indicador

Punto final del viraje / Blanco

Recuperación de un estándar



Controles

Blanco de Reactivos

Recuperación de un Estándar

Muestra Patrón



Ministerio de
Agricultura, Ganadería y Pesca
Presidencia de la Nación



CÁLCULOS / INFORME

N-NO₃⁻ ó NO₃⁻

Unidades

Decimales



Muchas gracias!!!
Muchas gracias!!!

Ing. Agr. Miriam Ostinelli
mostinelli@cni.inta.gov.ar
Instituto de Suelos
CIRN – INTA



Ministerio de
Agricultura, Ganadería y Pesca
Presidencia de la Nación

