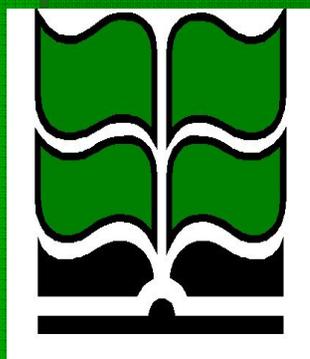


# **Determinación de nitratos en suelo por SNEDD - SAMLA**

**CD Rom. ISBN 987-918440-8**

Liliana Marbán – Eduardo Vella



**FACULTAD DE AGRONOMIA**  
Universidad de Buenos Aires  
Cátedra de Edafología

# Etapas

- 1) Extracción de nitratos
- 2) Reducción a nitritos
- 3) Colorimetría por reacción Griess -Ilosvay

# Extracción de nitratos

- $\text{Cu SO}_4 + \text{H}_3\text{BO}_3$  (muy diluídos)
- Relación 1:5
  - 20 g suelo Húmedo : 100 ml extractante
  - 4 g suelo Seco : 20 ml extractante
- Agitación rotativa 30 min
- $\text{Ca}(\text{OH})_2$  sólido (400mg - 100 mg aprox)
- Resuspender
- Decantar (4 a 5 horas) hasta sobrenadante límpido

# Reducción a nitritos 1

- La reducción puede realizarse con
  - reductores metálicos sólidos (Cd; Cd-amalgamado; Cd-Cu, Zn granulado, Cd-Zn)
  - reductores en solución (hidrazina, Ti(III)Cl)
- Factores que generan coeficientes de variación inaceptable e inconvenientes en la etapa de reducción están asociados con
  - el extractante (p ej: KCl)
  - condición del reductor (sólido – líquido)

# Reducción a nitritos 2

- Alícuota del Extracto, Bco y Curva patrones N
- Agregado del mezcla catalítica e hidrazina
  - regular pH del medio ( $\text{OH}^-$ )
  - catalizar la reacción ( Cu)
  - reducir  $\text{NO}_3^-$  a  $\text{NO}_2^-$
- Incubación baño maría (30 min a  $50^\circ\text{C}$ )

# Colorimetría

- Extracto reducido
- SNEDD diluído
- Agitar y esperar 15 min desarrollo color
- Lectura espectrofotométrica a 540 nm.

# Cálculo

- Ajuste mínimos cuadrados curva de patrones de N.
- Concentración de N de la muestra
- Corrección por % H<sub>2</sub>O si se trabaja con muestra húmeda.
- Aseguramiento de la calidad de los resultados.

# Correlación con FDS\* - SAMLA

CD Rom. ISBN 987-918440-8

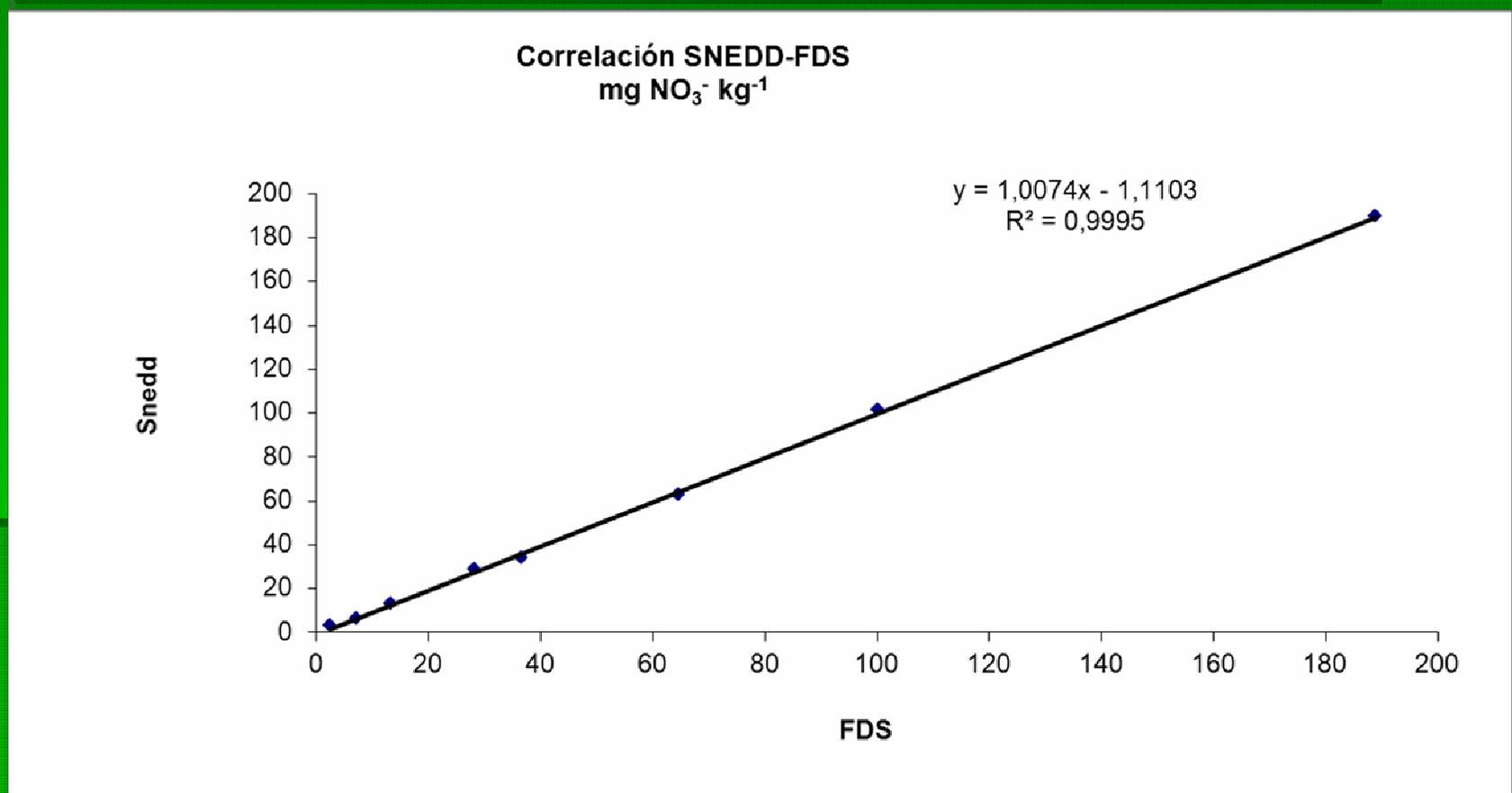
- FDS\* utilizado como referencia:
  - $\text{Cu SO}_4 + \text{H}_3\text{BO}_3 + \text{Ag}_2\text{SO}_4$
  - Agregado de  $\text{MgCO}_3 - \text{Ca(OH)}_2 - \text{Carbón}$
  - Filtrar banda azul
  - Alícuota +  $\text{Ca(OH)}_2$  a sequedad
- FDS
- Desarrollo de color en medio alcalino

# Comparación resultados FDS\* - SNEDD

AACS Boletín N° 58. 1989

Muestra	FDS*	SNEDD
1	2.6	2.5
2	6.2	7.3
3	13.0	13.5
4	28.4	28.3
5	33.6	36.7
6	62.2	64.7
7	101.1	100.2
8	189.4	188.9

# Comparación resultados FDS\* - SNEDD



# PROINSA 2013

## Muestra A

	<b>Fenol Disulfonico A</b>	<b><math> Z  \leq 2</math> satisfactorio</b>	<b><math>2 &lt;  Z  &lt; 3</math> cuestionable</b>	<b><math> Z  \geq 3</math> no satisfactorio</b>
p	29	24	5	0

	<b>Snedd A</b>	<b><math> Z  \leq 2</math> satisfactorio</b>	<b><math>2 &lt;  Z  &lt; 3</math> cuestionable</b>	<b><math> Z  \geq 3</math> no satisfactorio</b>
p	15	13	2	0

# PROINSA 2013

## Muestra B

	<b>Fenol Disulfonico B</b>	<b><math> Z  \leq 2</math> satisfactorio</b>	<b><math>2 &lt;  Z  &lt; 3</math> cuestionable</b>	<b><math> Z  \geq 3</math> no satisfactorio</b>
p	29	25	4	0

	<b>Snedd B</b>	<b><math> Z  \leq 2</math> satisfactorio</b>	<b><math>2 &lt;  Z  &lt; 3</math> cuestionable</b>	<b><math> Z  \geq 3</math> no satisfactorio</b>
p	15	14	1	0

# Comparación Promedio Gral con los valores medios de FDS Y SNEDD

PROINSA 2013	valor medio interlaboratorio	desviación estandar interlab. (s*)	desviación estandar interlab. relativa porcentual (%)	incertidumbre del valor medio
Gral A	122,6	65,5	53,5	9,2
Gral B	154,4	87,7	56,8	12,2
Fenol Disulfonico muestra A	142.77	32.62	29.70	9.84
Fenol Disulfonico muestra B	184.16	36.58	31.55	13.48
Snedd muestra A	133.43	30.71	40.87	20.58
Snedd muestra B	153.70	49.44	48.26	23.93

El FDS utilizado por la mayoría de los laboratorios es ≠ FDS\*-SAMLA tomado como referencia al calibrar el SNEDD

# CONCLUSIONES: SNEDD

- Método rápido
- Procesar muchas muestras por día
- Estudiar las causas del alto CV%

■ **Muchas gracias .....!**

