

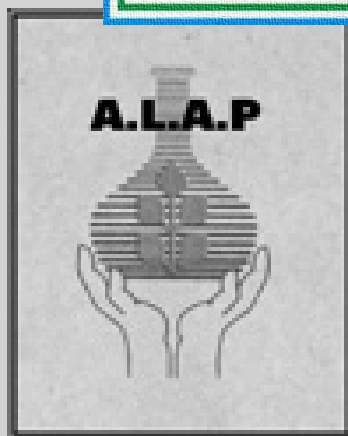


**María Luisa Galetto**  
LICENCIADA EN EDAFOLOGIA

Perú 624 - 2700 **PERGAMINO**  
Telefax 02477 - 429540  
E-mail: [mlgaletto@infovia.com.ar](mailto:mlgaletto@infovia.com.ar)

**LABORATORIO DE ANALISIS**

SUELOS  
AGUA  
VEGETALES  
ABONOS ORGANICOS  
COMPOSTAS  
LOMBRICOMPUESTOS



# Determinación de nitratos en suelos.

- Método colorimétrico, fenol disulfónico  
(Harper)

CONSTA DE DOS PARTES

- EXTRACCION
- CUANTIFICACION

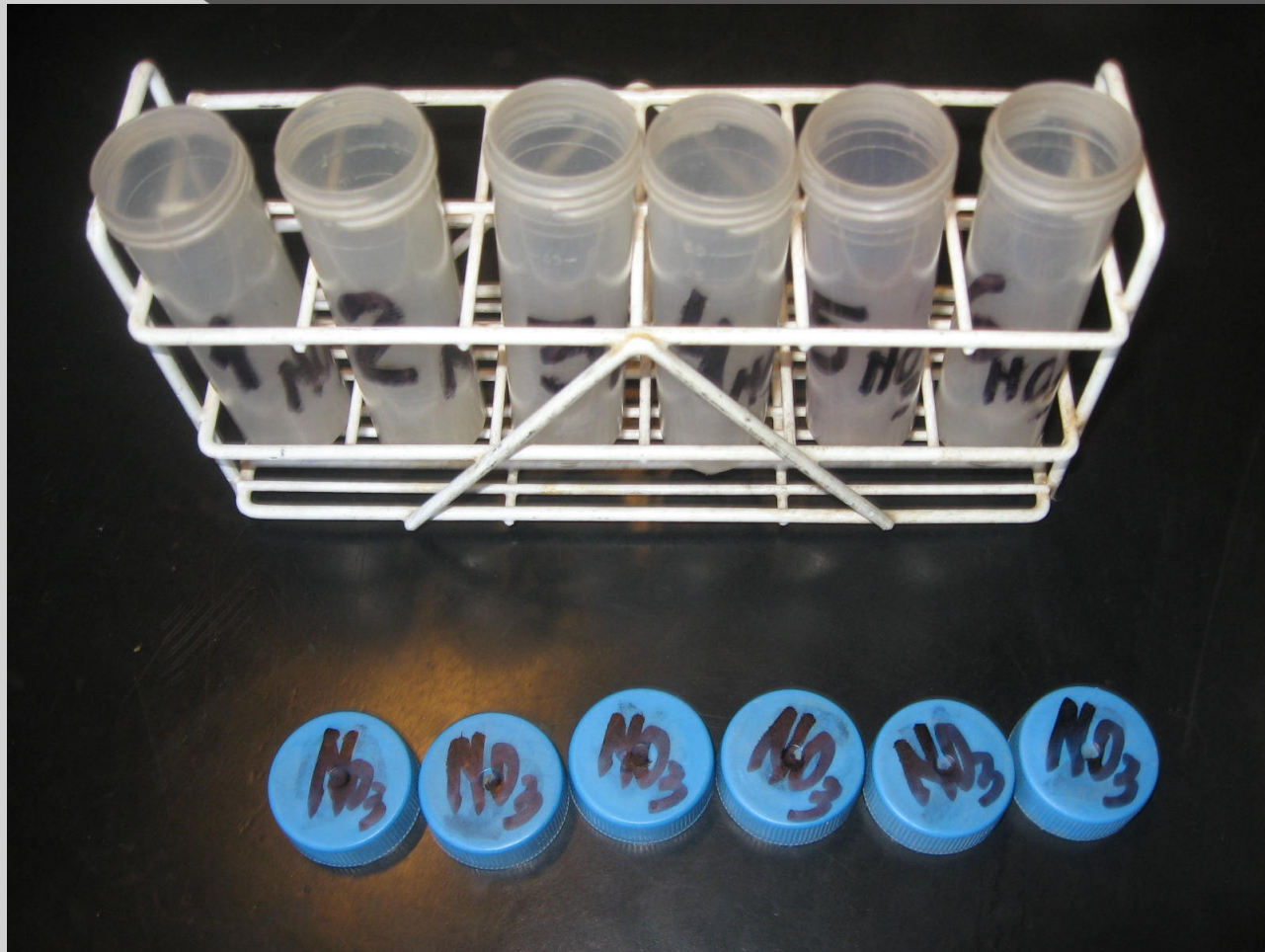
# Determinación de nitratos en suelos

- Se basa en la coloración amarilla del ácido
- nitro fenol disulfónico
- Depende de la nitración de la posición 6 del ácido 2.4-fenoldisulfónico en el seno de ácido sulfúrico .que se produce por el agregado del ácido sobre sobre sales de nitrato seco
- $C_6H_3OH(HSO_3)_2 + HNO_3 \rightarrow C_6H_3OH(HSO_3)_2 NO_2 + H_2O$
- EL PRODUCTO SE COMPORTA COMO UN INDICADOR DE TIPO NITROFENOLICO
- I-Am-Am

# Materiales y reactivos

- Muestra seca tamizada a 2 mm.
- Solución extractiva  
Disolver 8,7 g. de sulfato de potasio p.a. en 1000 ml. de agua destilada.
- Hidróxido de sodio 25 %
  - Por cada 100 ml colocar 25 g de hidróxido de sodio.

# Materiales



# Materiales Necesarios



# Procedimiento Extraccion

- Pesar 10 g. de suelo en un tubo de centrífuga de 50 ml. de capacidad.
- Agregar 25 ml. de  $\text{SO}_4\text{K}_2$  0,1 N.
- Agitar durante 30 minutos, colocar los tubos en forma horizontal.
- Centrifugar 15 minutos a 1500 r.p.m. el líquido sobrenadante debe ser incoloro.

# Procedimiento :pesar 10 g

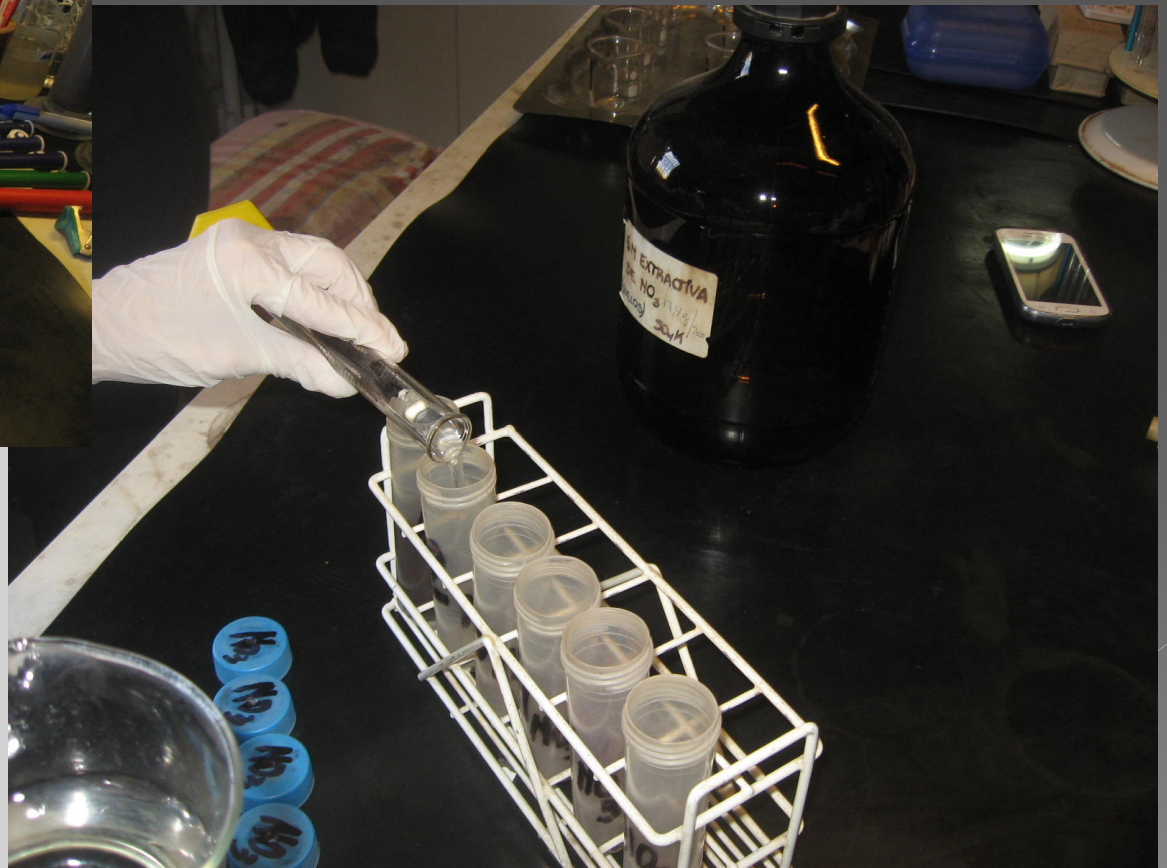
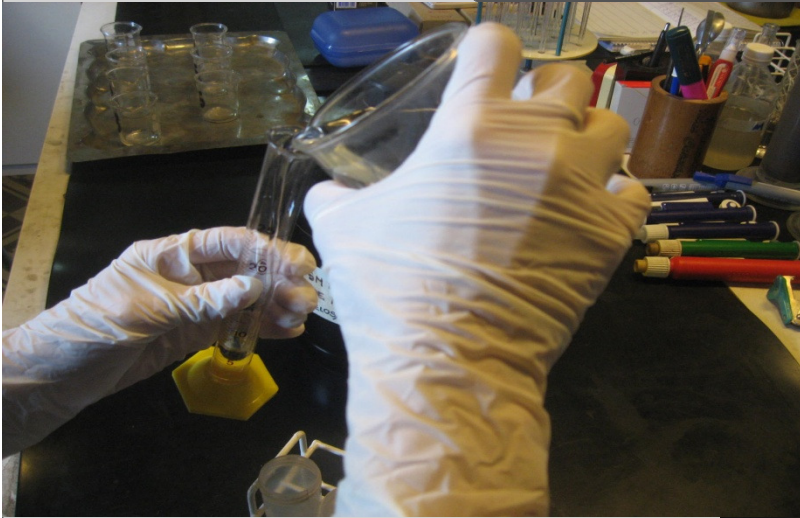




Colocar en tubos de 50 ml



AGREGAR 25 ml de solución extractiva



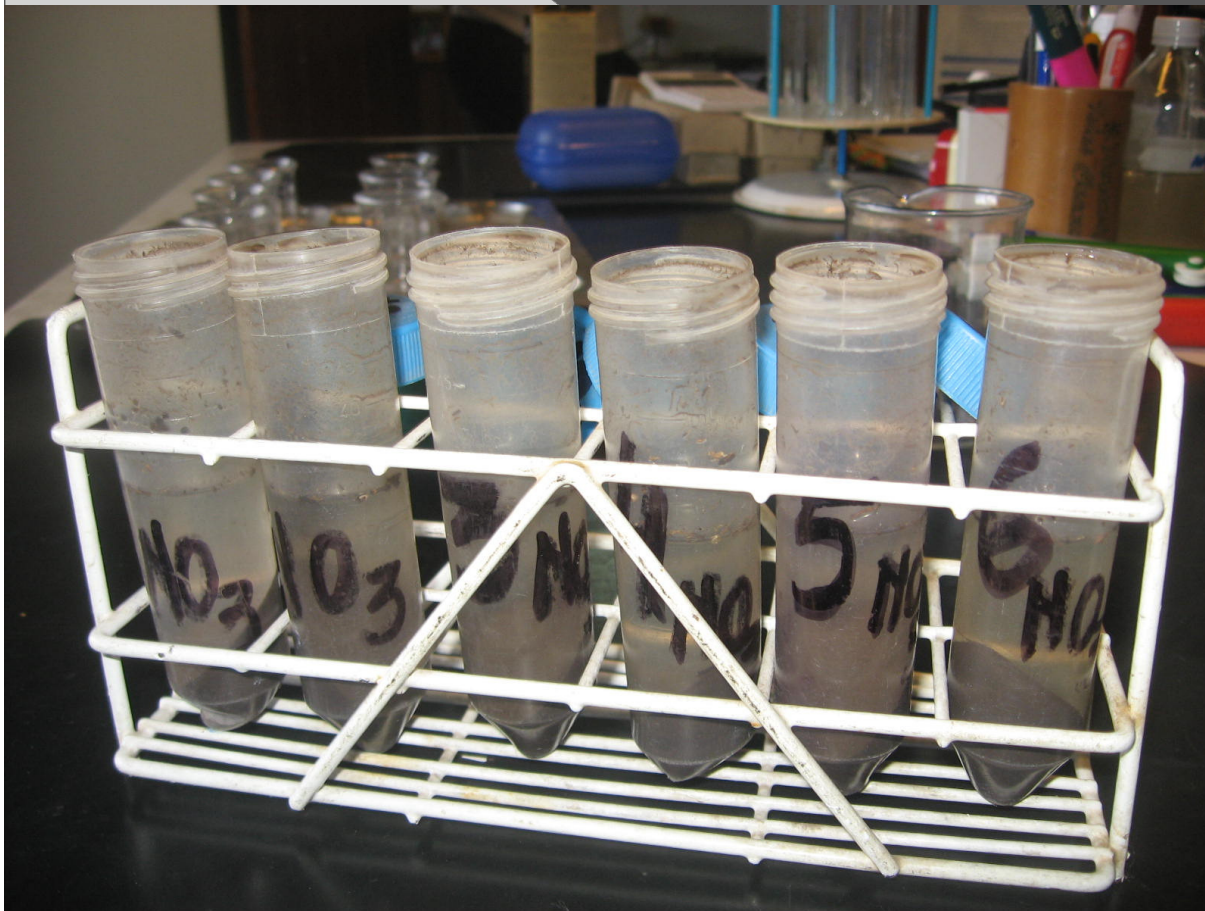
AGITAR 30 minutos



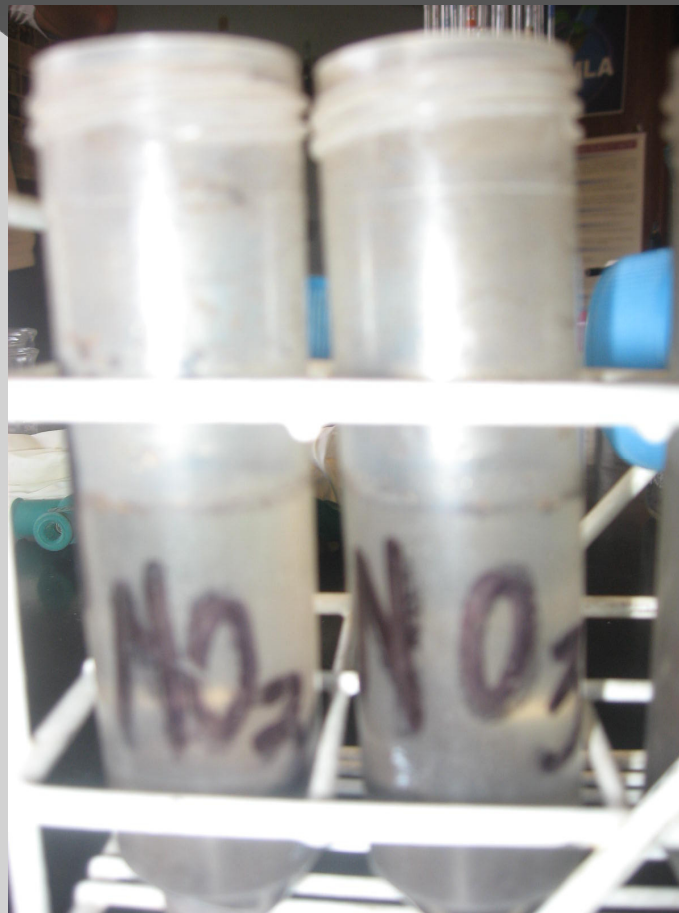
# Centrifugar



Retirar tubos con solución  
límpidas



Importante



# Interferencias

- Clarificar extracto
  - $\text{Ca(OH)}_2$ --- $\text{MgCO}_3$ —para Cu y Ag.
  - Suelos alcalinos carbon antes –
  - Suelos calcareos agregó sulfato de cobre +carbon.
- 
- ML JACKSON

# Colorimetría

- Del extracto
- pipetear 2 ml. con pipeta doble aforo
- colocar en vaso de precipitación de 100 ml.
- Evaporar a sequedad en estufa a 105°C.
- Este residuo se puede guardar en desecador .
- Al residuo bien seco y frío,



# Pipeteo tubos



# Pipetear desde tubos



No olvidar blanco



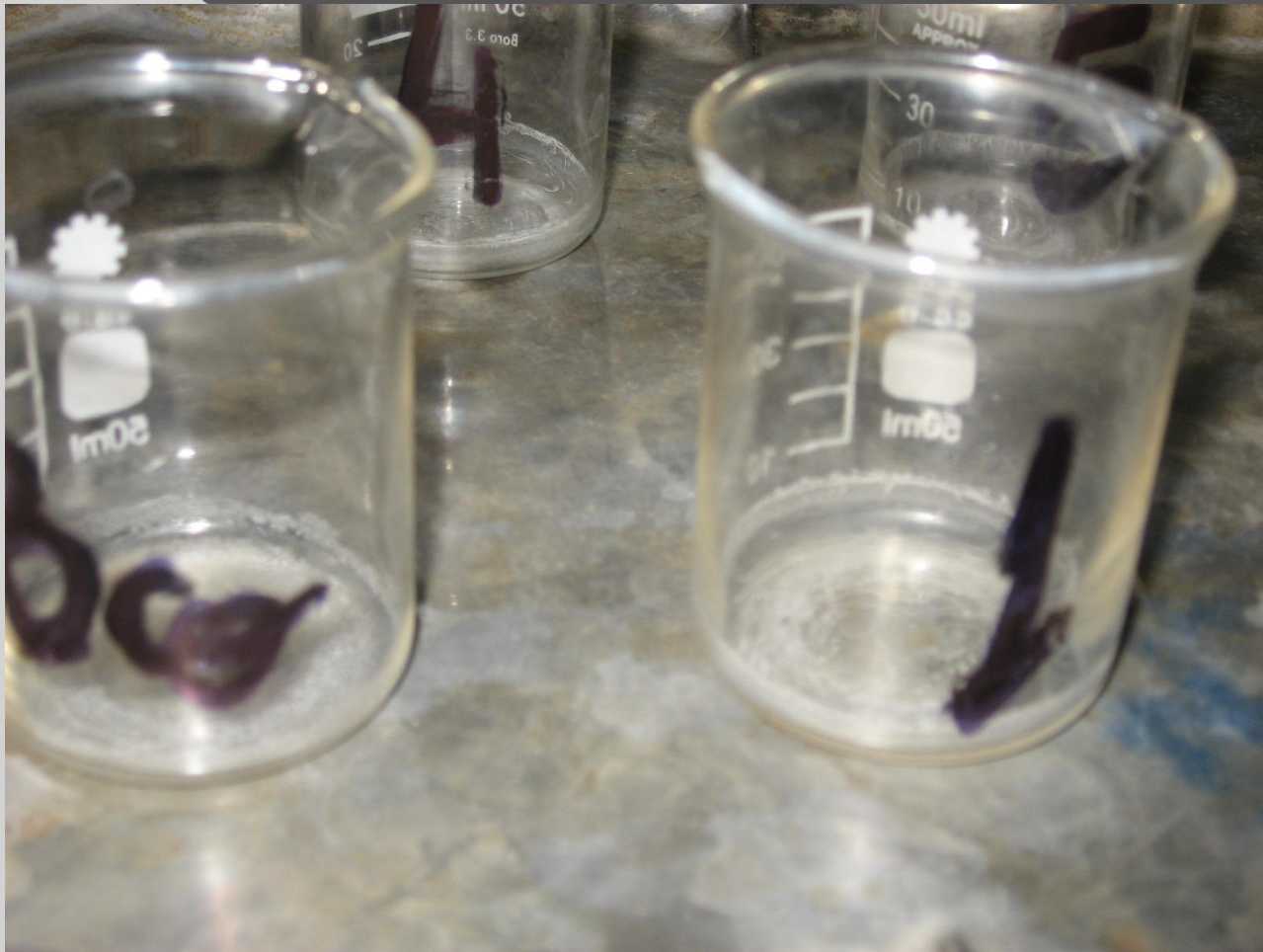
# Secado en estufa



Poner a secar en estufa



# Residuo bien seco



# Colorimetría

- agregar 1 ml. de ácido fenoldisulfónico . Rotar el vaso para mojar todo el residuo, dejar 10 minutos.
- Agregar 15 ml. de agua destilada.
- Neutralizar con 9 ml. de hidróxido de sodio al 25% , color amarillo persistente.

# Colocar fenol

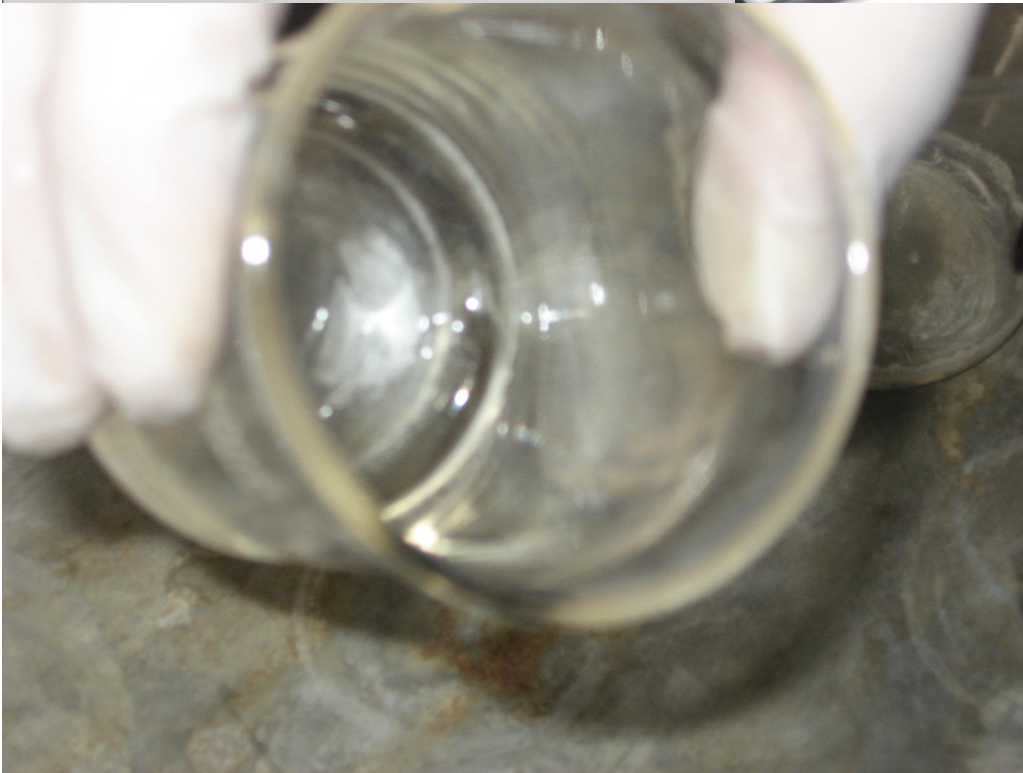
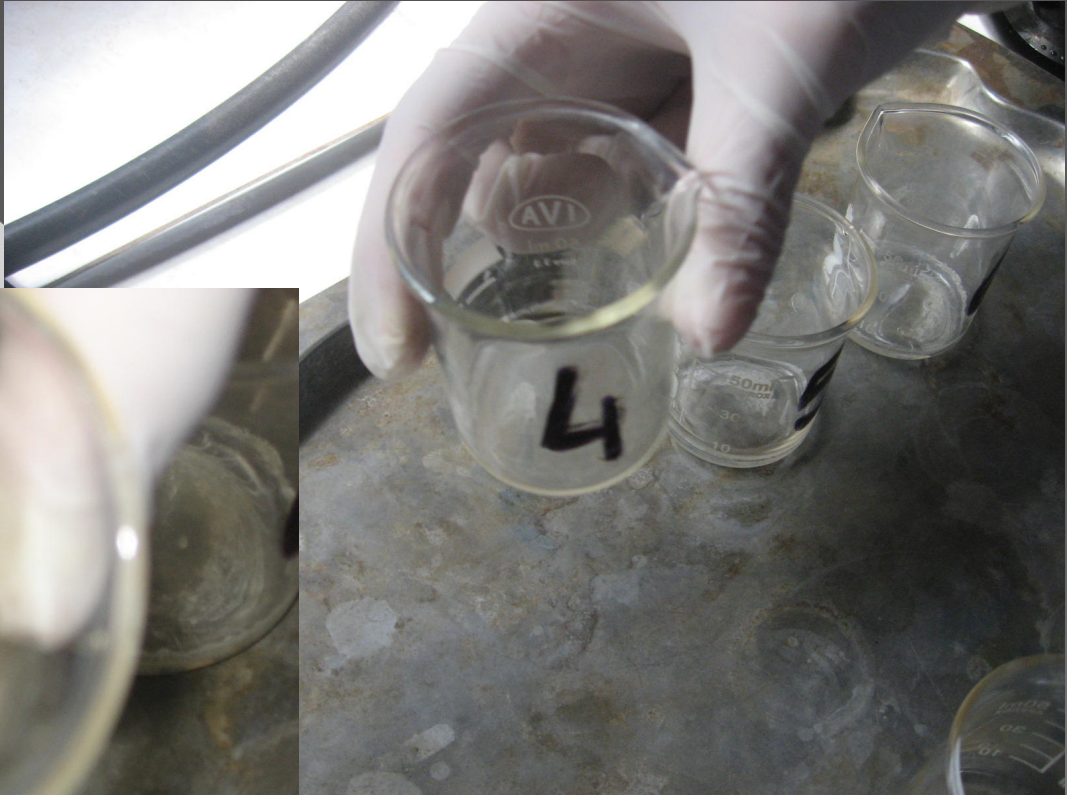




# Rotar vaso



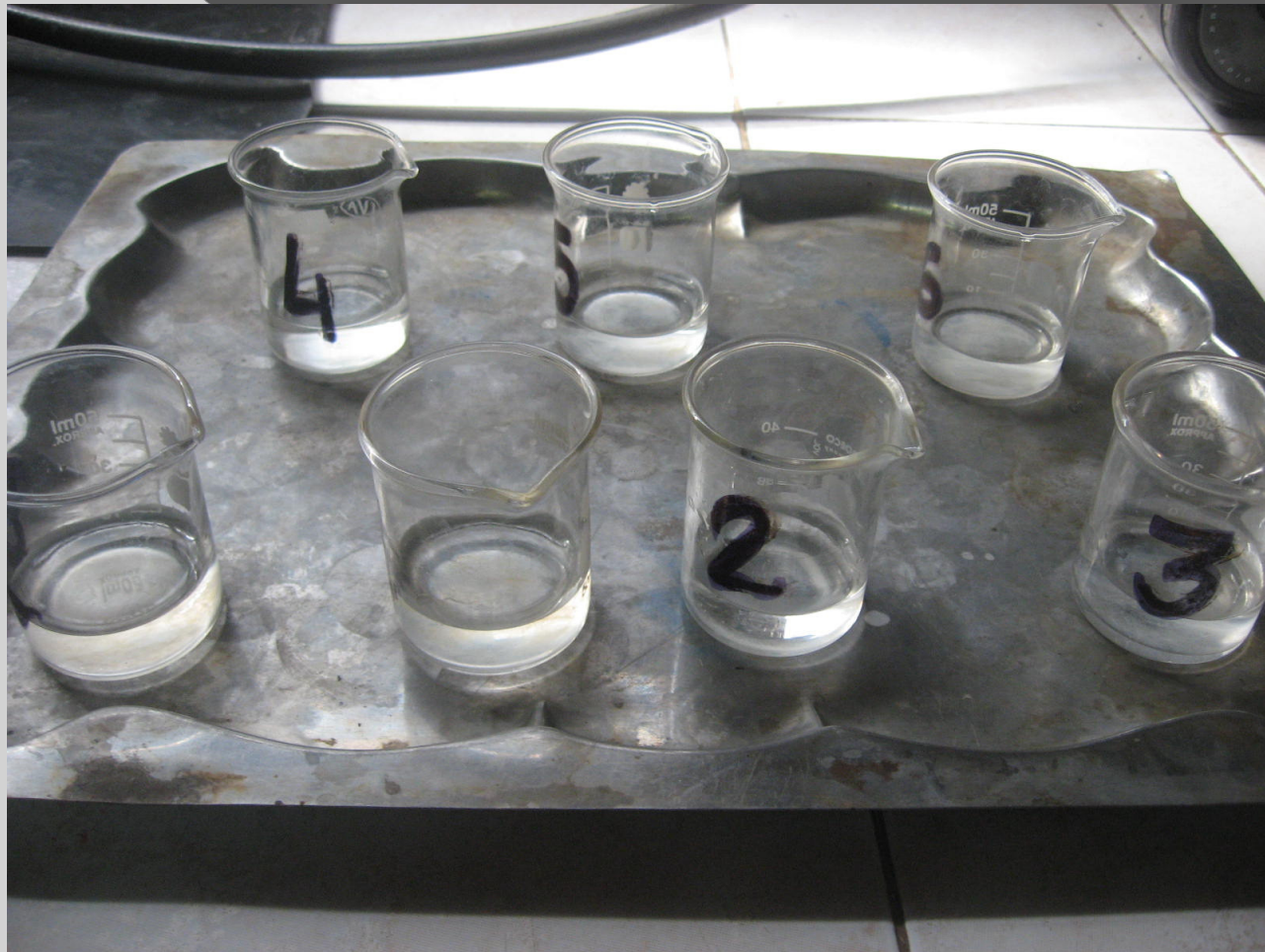
# Rotación de vasos



# Fenol al blanco



Agregar 15 ml de agua



# Agregar OHNa



# Color amarillo



# colorimetría

➤ 1ml. fenol + 15ml. H<sub>2</sub>O + 9ml OHNa = 25 ml.



# Colorimetría

- La colorimetría se realiza dentro del vaso de precipitación.
- 1 ml. fenol + 15 ml. H<sub>2</sub>O + 9 ml OHNa = 25 ml.
- Esperar 40 minutos.
- Leer a 420 milimicras.
- Color se puede guardar 24 hs



Leer



# Espectro fotómetro



# Muestra patrón



# Acido fenoldisulfónico

## Preparación

- Bajo campana, en un erlenmeyer que contenga 225 ml. de ácido sulfúrico concentrado
- Agregar lentamente 25 g. de fenol p.a., Agitar con cuidado hasta disolver totalmente el fenol. agitando siempre con mucho cuidado.
- Calentar sobre placa 6 horas a 80 -100° C .
- La solución debe ser incolora.

# Curva de calibración

- **A-Solución patrón 100 ppm N(NO<sub>3</sub>)K**
- *Disolver 0,7218 g. de NO<sub>3</sub>K p.a. en 1000 ml. de agua destilada*
- Se realiza con la colorimetría descrita anteriormente utilizando la solución de trabajo de 50 ppm de N(NO<sub>3</sub>)K.
- Tomo 250 ml de A llevo a 500 ml

# Soluciones para la curva

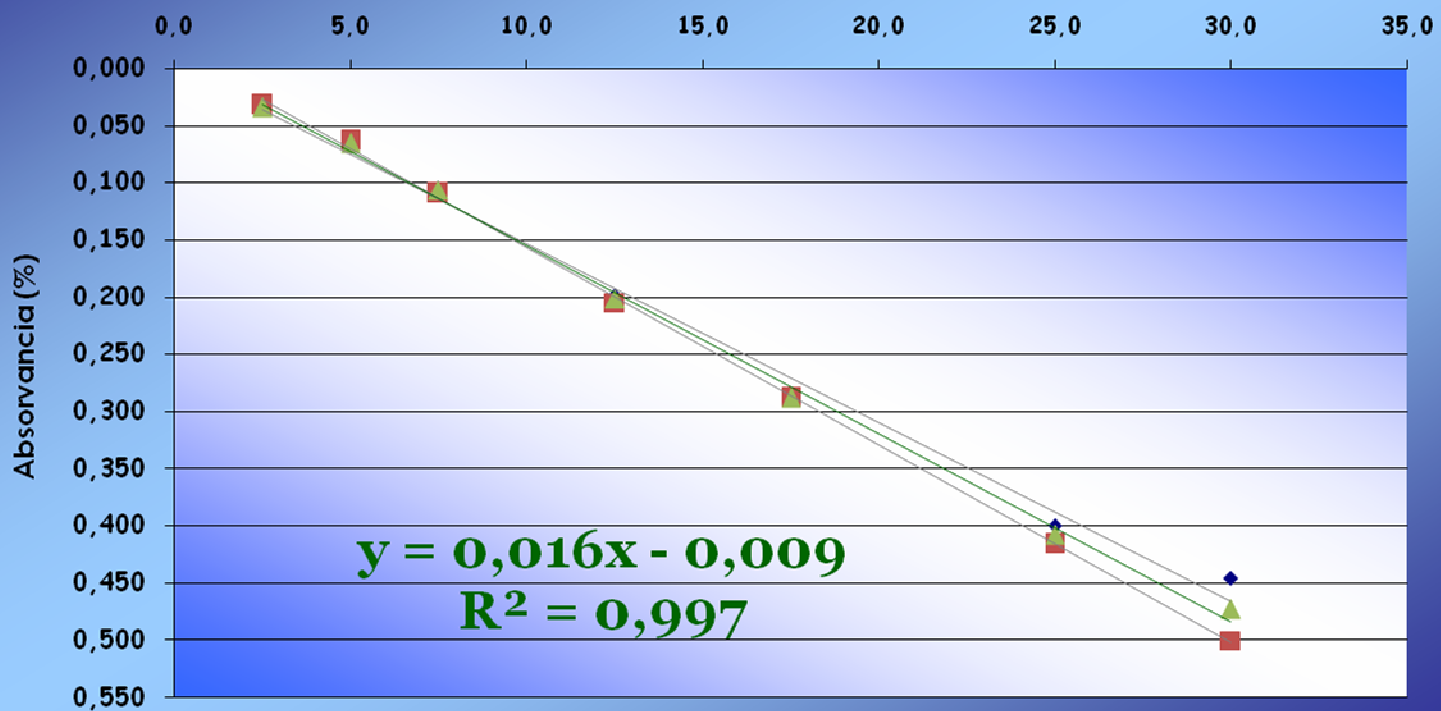
- Pipetear de la solución de trabajo 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 12 y 14 ml., colocar en matraces de 50 ml y enrasar con solución extractiva, resultando soluciones de 1, 2, 3, 4, 5, .... ppm de  $N(NO_3)$  respectivamente.
- De cada una de las soluciones obtenidas se toma 2 ml y se colorea.

# Curva de Calibración de Método Fenol-disulfónico

Sol Patrón (ml)	Dilución (ml)	Conc. Solución N(NO3) (ppm)	N(NO3) Suelo (ppm)	NO3 Suelo (ppm)
1	50	1 ppm	2,5	11,05
2	50	2 ppm	5,0	22,10
3	50	3 ppm	7,5	33,10
5	50	5 ppm	12,5	55,25
10	50	10 ppm	25,0	110,50

**METROLAB 420%Ab**

N(NO3) en Suelos (ppm)





## NITRATOS FENOL

### RECTA DE CALIBRACIÓN

N(NO3) solución ppm	Absorbancia
0	0,000
0	0,000
0	0,000
1	0,048
1	0,048
1	0,048
2	0,092
2	0,090
2	0,091
3	0,131
3	0,131
3	0,130
5	0,214
5	0,214
5	0,214
7	0,308
7	0,308
7	0,308

### MUESTRA

Muestra	Absorbancia
Rep 1	0,115
Rep 2	0,110
Rep 3	0,105

S x/y 0,00283

### RESULTADOS

Muestra	ppm N(NO3) suelo
Rep 1	6,54
Rep 2	6,25
Rep 3	5,96
<b>MEDIA</b>	<b>6,25</b>

Tolerancia 4,55% CV Máx: 10%

**INCERTIDUMBRE 0,21**

**LOD 0,37** Límite de detección

**LOQ 1,08** Límite de cuantificación

# Cálculos

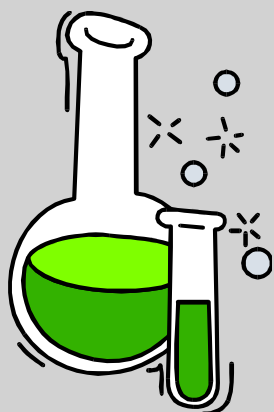
$$\begin{aligned} \text{N(NO}_3\text{)} \text{ mg / Kg. o ppm} &= \text{lectura (25 / P)} \\ &= \text{lectura (2,5)} \end{aligned}$$

P = peso de la muestra.

Si se desea expresar el resultado en NO<sub>3</sub>  
N(NO<sub>3</sub>) ppm \* 4,42

# ALAP 2014 NITRATOS

N° Lab	Nitratos (mg/Kg)			Media/Lab	Método utilizado
	R1	R2	R3		
1	53,90	55,60	55,60	55,03	fenol disulfonico
2	48,20	47,60	48,20	48,00	fenol disulfonico
3	44,52	42,98	44,10	43,87	fenol disulfonico
4	54,40	54,40	55,00	54,60	fenol disulfonico
5	51,00	51,00	53,00	51,67	Snedd
6	48,70	47,80	49,00	48,50	fenol disulfonico
7	49,10	49,00	48,80	48,97	
8	48,50	48,80	48,90	48,73	Snedd
9	50,50	51,10	50,90	50,83	
10	48,47	46,20	47,80	47,49	cromotropico
11	48,30	50,50	47,80	48,87	Snedd
12	51,78	52,59	53,67	52,68	fenol disulfonico
13	45,00	50,00	51,00	48,67	fenol disulfonico
14	48,40	46,10	46,70	47,07	fenol disulfonico
15	50,76	50,24	51,29	50,76	fenol disulfonico
Participantes	15				
		<b>Promedio</b>		<b>49,7</b>	
		Desvio estándar		2,9	
<b>RANGO</b>	Minimo valor			43,9	
	Máximo valor			55,0	
	CV%			5,9	



**Muchas gracias**

[consultorasuelos@gmail.com](mailto:consultorasuelos@gmail.com)