

Jornada de Cierre PROINSA 2014

Análisis de Resultados, desempeño y propuestas de Mejora

NITRATOS

Comparando métodos ...

CABA, 13 de abril de 2015



Ministerio de
Agricultura, Ganadería y Pesca
Presidencia de la Nación

Objetivo

Analizar los resultados obtenidos mediante distintas técnicas, evaluar la influencia de las mismas sobre la variabilidad en los resultados y las posibles acciones correctivas.

NITRATOS



Muy variable



Muy utilizado





Variabilidad



Muestreo

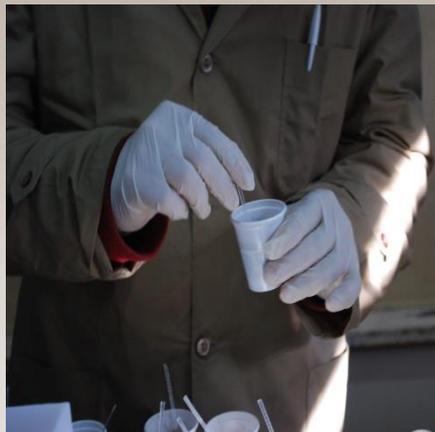


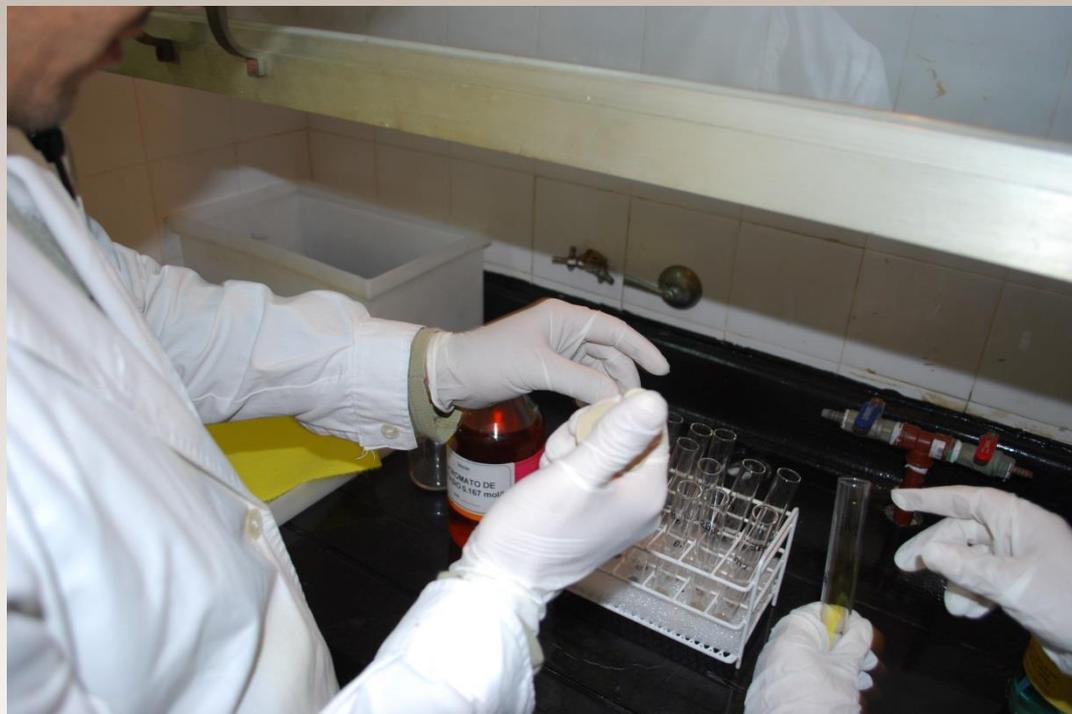
Conservación



Acondicionamiento de la Muestra

Comparaciones Interlaboratorios





Ensayos



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

NITRATOS

	2011	2012	2013		2014	
Estadísticos Descriptivos			Muestra A	Muestra B	Muestra A	Muestra B
Prom. interlab. - mg/kg	43,5	19,9	122,6	154,4	18,5	61,6
S (Desv. Est.)- mg/kg	12,7	12,2	65,5	87,7	10,9	14,7
Srel./CV (Desv. Est. Rel.) %	29,3	61,5	53,5	56,8	58,6	23,8
Incertidumbre	2,09	1,8	9,2	12,2	3,3	4,4

Tabla 1 A
Datos enviados por los participantes - Muestra A

Part. N°	Nitratos (muestra seca) (mg/kg)		
	Dato 1	Dato 2	Dato 3
1	92,77	86,12	81,34
2	16,35	16,35	19
3	72	70	71
4	4,3	4	4,3
5	16,1	15,65	17
6	12,9	12,4	14,6
7	36,48	28,16	29,86
8	32,6	22,15	21,56
9	18,48	19,74	20,3
10	60	63	59
11	9,82	9,36	10,82
12	3,95	3,52	3,63
13	39,84	39,84	40,78
14	13,39	13,17	11,96
15	39,844	38,513	38,513

27	np	np	np
28	np	np	np
29	np	np	np
30	np	np	np
31	15	15	14
32	0,7	0,7	0,7
33	11,87	11,92	11,75
34	np	np	np
35	13,68	13,98	14,24
36	17,9	15,9	18,3
37	15,53	15,35	14,48
38	np	np	np
39	10,3	10,4	10,4
40	11	11	11
41	71,60076	69,43104	73,77048
42	np	np	np
43	33,8	31	32,3
44	23,9	24,4	23,5
45	18	18	22
46	np	np	np

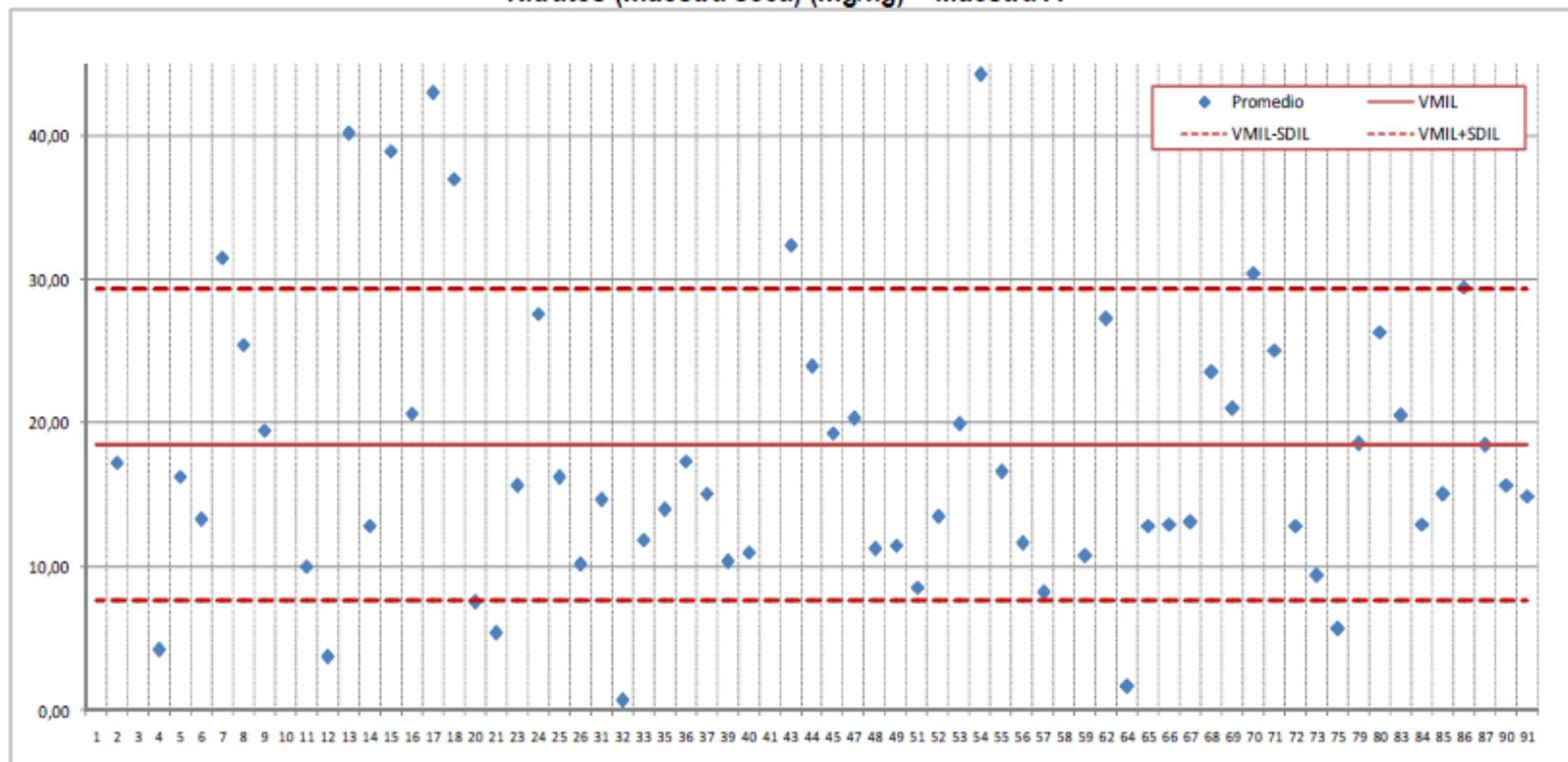
Tabla 1 E

Datos enviados por los participantes - Muestra B

Part. N°	Nitratos (muestra seca) (mg/kg)		
	Dato 1	Dato 2	Dato 3
1	61,99	69,96	64,21
2	68,06	65,41	68,06
3	76	74	74
4	48,9	47,6	52,6
5	68,98	70,59	71,58
6	56,2	55,1	54,5
7	105,55	106,92	108,21
8	56,09	64,01	66,02
9	48,18	47,56	45,05
10	72	77	75
11	48,27	53,88	51,79
12	41,24	44,22	44,16
13	50,79	61,17	53,44
14	51,25	55,02	51,92
15	99,159	99,602	100,93
16	66	66	68
17	76,7	110,6	98
18	104,3	99	101,2

30	np	np	np
31	67	70	69
32	1,4	1,4	1,6
33	58,77	58,25	58,1
34	np	np	np
35	59,75	60,26	61,23
36	64,8	63,1	63,2
37	58,9	58,12	57,96
38	np	np	np
39	62,8	66,8	66
40	45	36	38
41	75,940 2	80,27964	78,10992
42	np	np	np
43	54,9	57,1	60,3
44	77,5	80,2	79,7
45	44	44	49
46	np	np	np
47	65,42	65,42	65,42
48	53,7	59,56	52,6
49	64,860 085	65,68109 87	64,86008 5
50	np	np	np
51	59,767	60,932	66,672
52	10,25	10,5	10
53	73,7	78,2	77,9

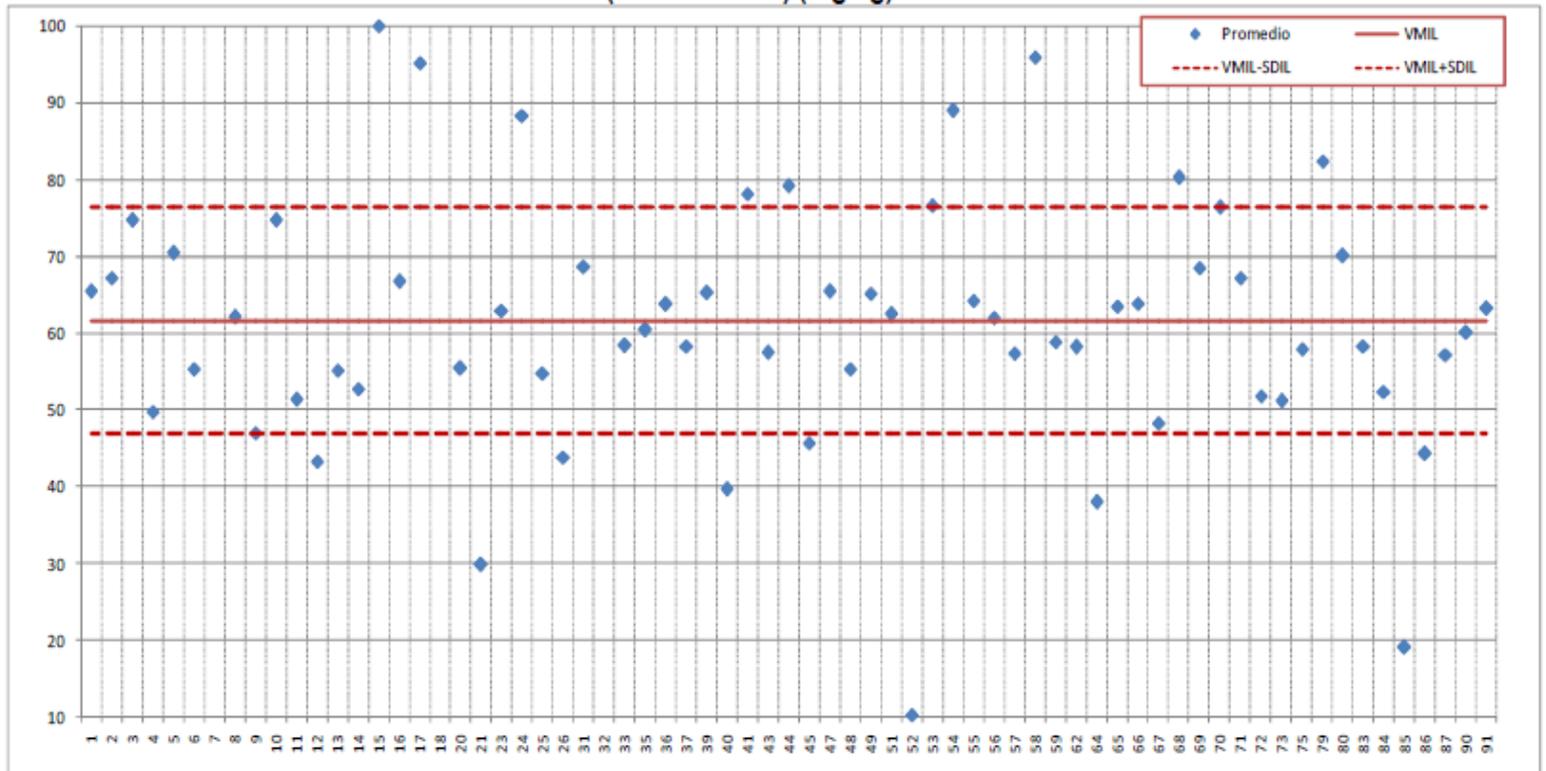
Gráfico 8
Datos enviados por los participantes
Nitratos (muestra seca) (mg/kg) – Muestra A



Datos que exceden los límites del gráfico

Part. N°	Promedio	Part. N°	Promedio
1	86,74	41	71,60
3	71,00	58	45,70
10	60,67		

Gráfico 18
Datos enviados por los participantes
Nitratos (muestra seca) (mg/kg) – Muestra B



Datos que exceden los límites del gráfico

Part. N°	Promedio
7	106,89
18	101,50
32	1,47

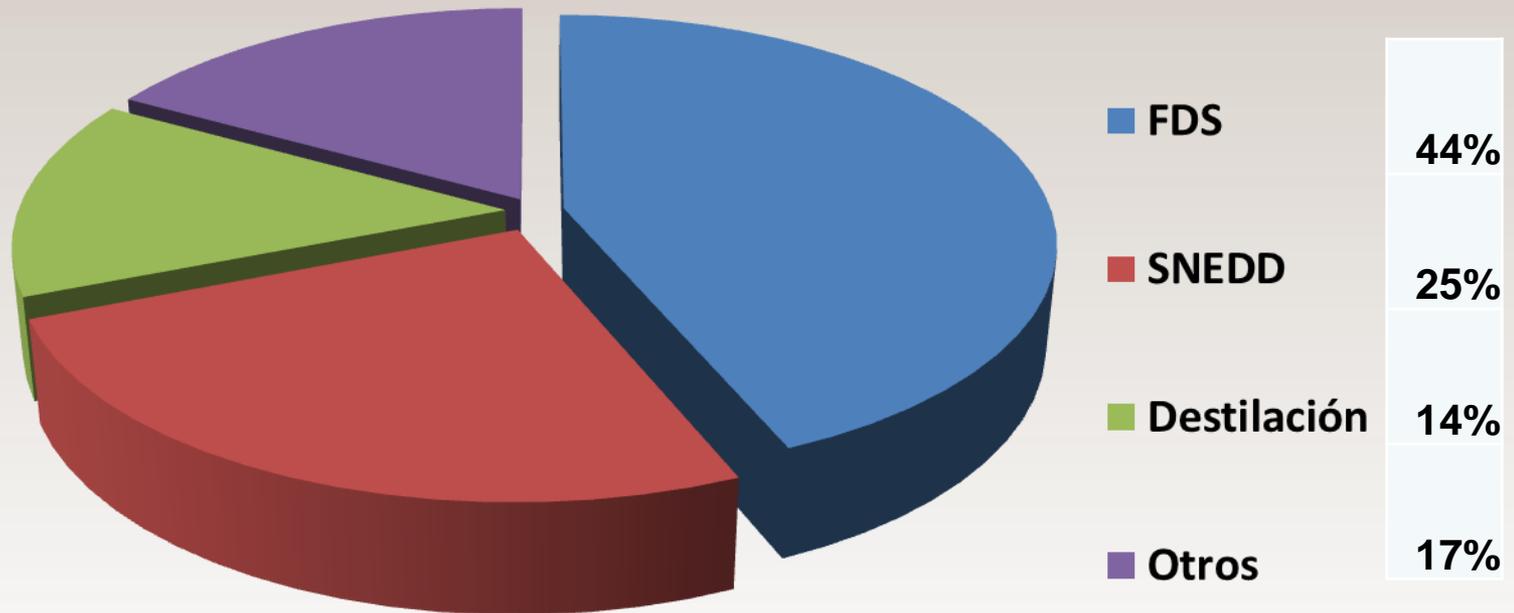
¿Dónde está el error?



...en el laboratorio

Ronda 2014

Métodos Utilizados



Concordancia

Método de Ensayo

Extracción



Cuantificación



Cálculos

Extracción

Exploración previa

Tamizado - Recipiente – Tiempo de agitación
Temperatura de agitación

Relación de Extracción

1 : 2.5 - 1 : 5 - 1 : 10

Extractantes

KCl 2M / KCl 1M / K₂SO₄ 0,05M / CuSO₄ – H₃BO₃

Destilación Bremner

Extracción

Suelos	Relación de extracción					
	1 : 5		1 : 2,5		1:10	
	X	S	X	S	X	S
	Nitrato (mg/Kg)					
Paraná	7,4	1,2	7,3	0,9	8,3	0,9
M. Juárez	138,5	2,7	147,7	8,5	151,4	3,2
Oliveros	166,6	1,5	173,0	2,7	174,1	7,8
Gral. Villegas	74,1	5,3	69,5	4,5	76,5	7,6
Balcarce	103,6	2,5	102,9	7,4	99,7	15,7
Pergamino	16,5	0,9	17,7	1,2	17,6	8,0
Bariloche	19,1	1,2	20,2	2,7	20,4	1,8
Castelar	29,5	2,1	33,1	3,2	32,4	3,9

Extracción

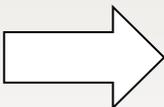
Suelos	Extractantes (relación 1:5)							
	KCl 2M		KCl 1 M		K ₂ SO ₄		SNEDD	
	X	S	X	S	X	S	X	S
Nitrato (mg/Kg)								
Paraná	7,4	1,2	8,9	0,6	20,2	1,6	17,5	1,0
M. Juárez	138,5	2,7	134,7	5,0	143,9	7,7	137,4	4,3
Oliveros	166,6	1,5	185,7	5,0	179,3	9,2	172,1	5,1
Gral. Villegas	74,1	5,3	68,5	0,4	75,5	6,3	72,1	4,8
Balcarce	103,6	2,5	99,3	4,0	105,4	3,6	104,1	1,2
Pergamino	16,5	0,9	19,9	3,2	23,3	1,6	17,8	1,5
Bariloche	19,1	1,2	19,1	0,4	25,6	1,3	15,0	1,2
Castelar	29,5	2,1	33,6	1,2	30,0	2,9	33,0	1,9
X	69,4		71,2		75,4		71,1	
S	61,2		63,9		61,8		60,9	

Cuantificación

Métodos (relación 1:5)						
Suelos	Bremner (KCl 2M)		FDS (K ₂ SO ₄)		SNEDD (CuSO ₄ - H ₃ BO ₃)	
	X	S	X	S	X	S
	Nitrato (mg/Kg)					
Paraná						
M. Juárez	138,5	2,7	141,5	1,5	154,2	9,9
Oliveros	166,6	1,5	162,0	4,6	196,4	5,9
Gral. Villegas	74,1	5,3	75,2	2,0	75,9	1,9
Balcarce	103,6	2,5	100,9	6,3	123,3	3,1
Pergamino	16,5	0,9	18,0	1,3	41,6	0,8
Bariloche	19,1	1,2	18,0	1,1	34,0	0,8
Castelar	29,5	2,1	31,5	2,4	55,3	4,2
X						
S						
X	78,3		78,2		97,3	
S	60,3		59,1		62,0	



Cálculos

- Fenol disulfónico  Colorimetría
- SNEDD  Colorimetría
- Bremner  Titulación

Errores

Condiciones analíticas

Extracción

Quantificación

Cálculos e informe

Condiciones Analíticas

Reactivos

Controles

Materiales de Referencia

Materiales y Equipos

Condiciones ambientales

Reactivos

Calidad

Condiciones de Conservación

Caducidad

BLANCO

Método de Ensayo

Extracción

Medidas seguras de masa y volumen

Métodos de Ensayo

Cuantificación

Colorimetría

Ácido Fenoldisulfónico

Alícuota del Extracto

Deseccación

Agregado del Ácido

Reacción con el residuo seco

Alcalinización

Reposo

Curva y Lectura en Espectrofotómetro

Colorimetría

SNEDD

Alícuota del Extracto

Agregado del catalizador y reductor (pH)

Incubación (t y T)

Formación del Azocompuesto

Reposo

Curva y Lectura en Espectrofotómetro

Destilación - Titulación

Destilación

Limpieza y condiciones del destilador

Blancos / Ácido bórico

Estándar

Alícuota del Extracto

Condición de los reactivos

Flujos (generación de vapor – agua fría)

Destilación - Titulación

Titulación

Título del ácido

Volumen titulado

Indicador

Punto final del viraje / Blanco

Recuperación

CÁLCULOS / INFORME

N-NO₃⁻ ó NO₃⁻

Unidades

Decimales

Software

**Tenemos que verificar nuestro
ensayo!!!!**

Muchas gracias!!!

Ing. Agr. Miriam Ostinelli

ostinelli.miriam@inta.gov.ar

Instituto de Suelos

CIRN – INTA



Ministerio de
Agricultura, Ganadería y Pesca
Presidencia de la Nación