

Proceso  
Prácticas Académicas  
Departamento de  
Ingeniería Química

UdeA

# Evaluación de método de análisis de nitratos (NO<sub>3</sub>) en suelos con analizador de flujo segmentado (SFA)

**Santiago Amaya Salcedo**  
**Ingeniería Bioquímica**

Asesoras: Laura Inés Pinilla - Jennifer Ortega Bilbao  
El Carmen de Viboral

## Introducción

La identificación de nutrientes es esencial en el análisis de fertilidad de suelos



Empleo de un método adecuado de análisis de nitratos en muestras de suelo



Comprobación y ajuste de las condiciones operativas del protocolo de análisis en SFA



## Planteamiento del problema

De 114 millones de hectáreas que tiene el país, 29% se usan inadecuadamente.

El 65.8% de la tierra apta para sembrar en Colombia no se aprovecha.



NITRATE ION  
MINI ISE



Existencia actual de métodos convencionales de baja confiabilidad y equipos poco tecnificados

# Objetivos

## ***A. General***

Estandarizar las condiciones operativas del protocolo de análisis de nitratos en suelos por medio del analizador de flujo segmentado SFA, para implementar adecuadamente una metodología en muestras de suelo.

## ***B. Específicos***

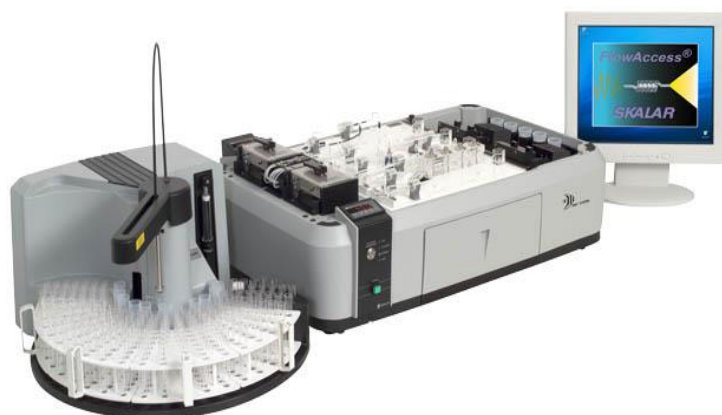
- Identificar un rango de tiempo apropiado para realizar los análisis de nitratos en muestras de suelo, observando si existen cambios en las cantidades de nitrato a lo largo del tiempo.
- Determinar la solución de extracción más adecuada para la cuantificación de nitratos en muestras de suelo, según los valores resultantes de las pruebas desarrolladas en SFA y los análisis estadísticos realizados.

# Metodología

MÉTODOS  
SELECCIONADOS  
A EVALUAR

NORMA INTERNACIONAL – ISO 14256 – 2  
Calidad del suelo – Determinación de nitrato, nitrito y amonio en suelos húmedos de campo por extracción con solución de **cloruro potásico (KCl)**

DIAGNÓSTICO Y MEJORA DE  
SUELOS SALINOS Y ALCALINOS  
L.A. RICHARDS (2014)





# Metodología

**ENSAYO N°1.** Evaluación de cantidades de nitratos en el tiempo

- Extracción para 6 tipos de suelo por duplicado en muestras frescas (tiempo 0) y luego de 15 días de tomada la muestra.
- Se evalúa el %RPD usando los valores de los diferentes tiempos.

**ENSAYO N°2.** Evaluación de metodologías de extracción

- Extracción para dos tipos de suelo con diferencias en sus propiedades fisicoquímicas haciendo 8 repeticiones por cada tipo.
- Análisis estadístico de varianzas con aplicativo validaR del INM

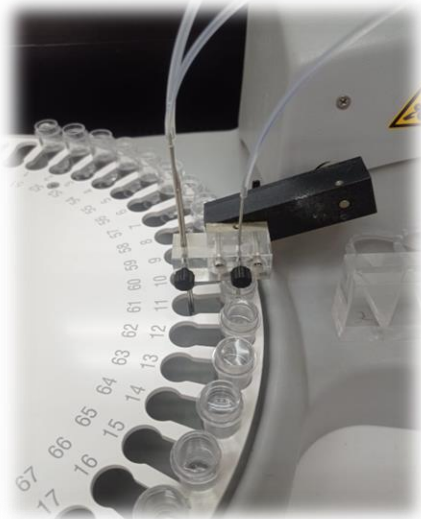
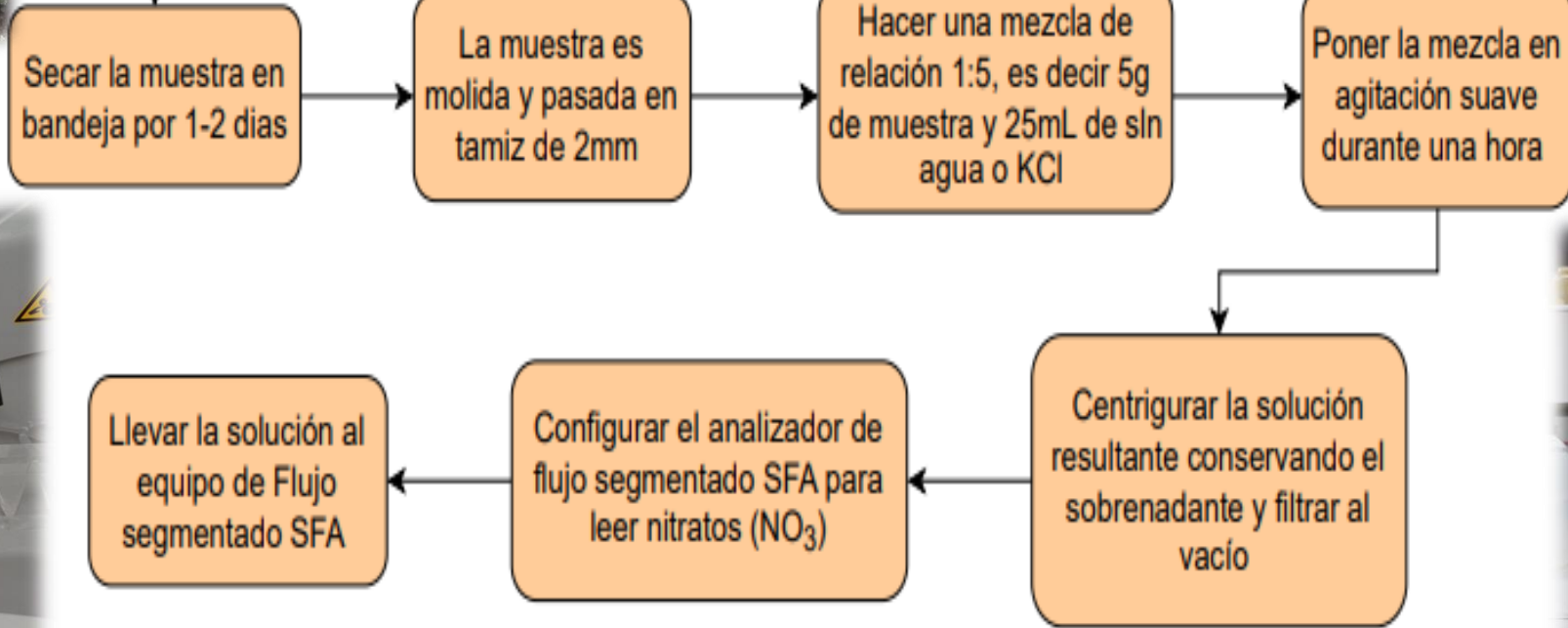
**ENSAYO N°3.** Evaluación de tiempo de almacenamiento de solución extraída

- Almacenamiento de solución extraída de una muestra de suelo por duplicado el mismo día de lectura y luego de 15 días de refrigeración.
- Se evalúa el %RPD usando los valores de los diferentes tiempos.

# Metodología

## METODOLOGÍA DE EXTRACCIÓN

ANÁLISIS DE NITRATOS (NO<sub>3</sub>) EN MUESTRAS DE SUELO POR SFA

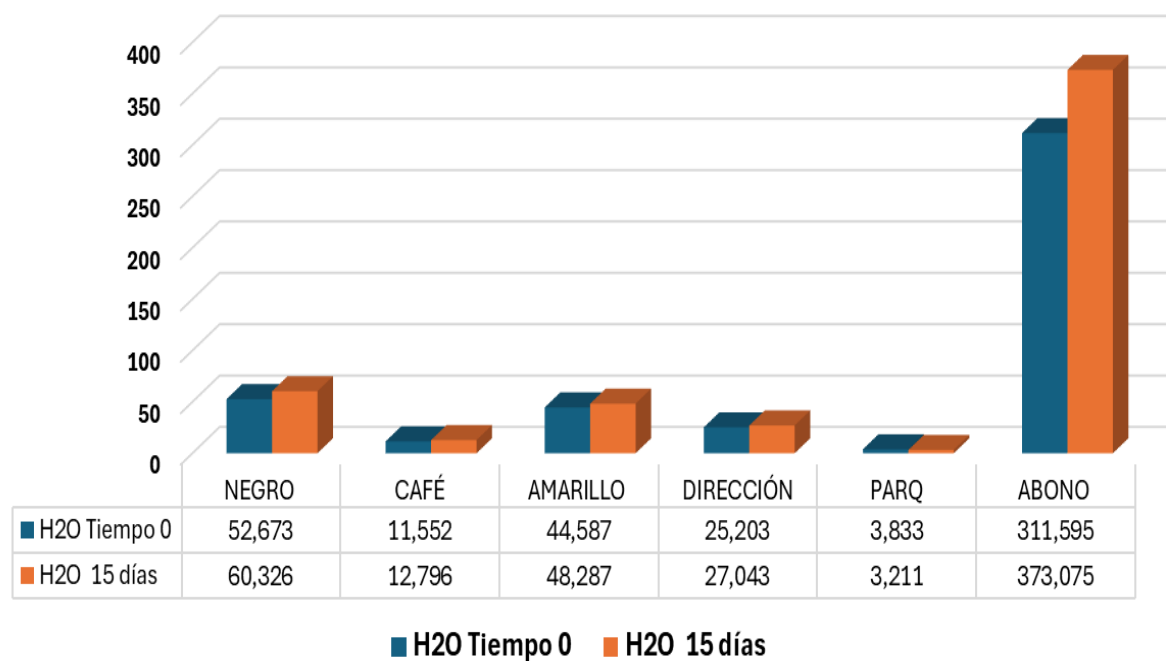




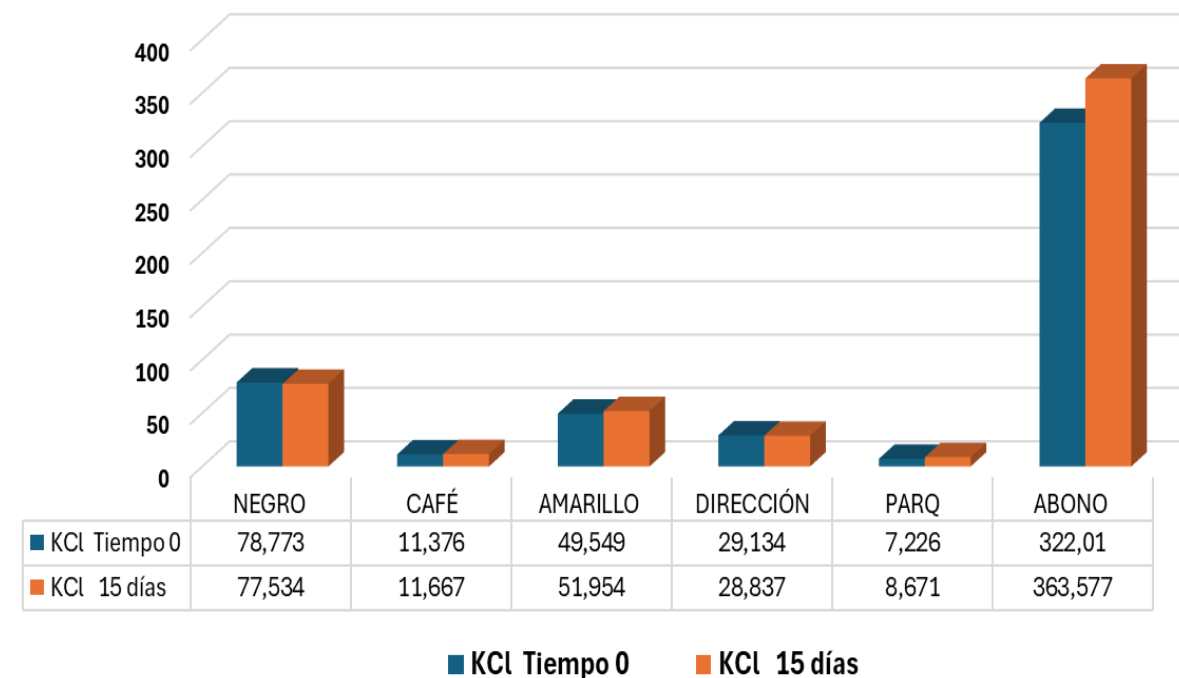
# Resultados

## ENSAYO N°1. Evaluación de cantidades de nitratos en el tiempo

FRACCIONES MASICAS (mg NO3/kg suelo)  
EXTRACCIÓN CON H2O



FRACCIONES MASICAS (mg NO3/kg suelo)  
EXTRACCIÓN CON KCl

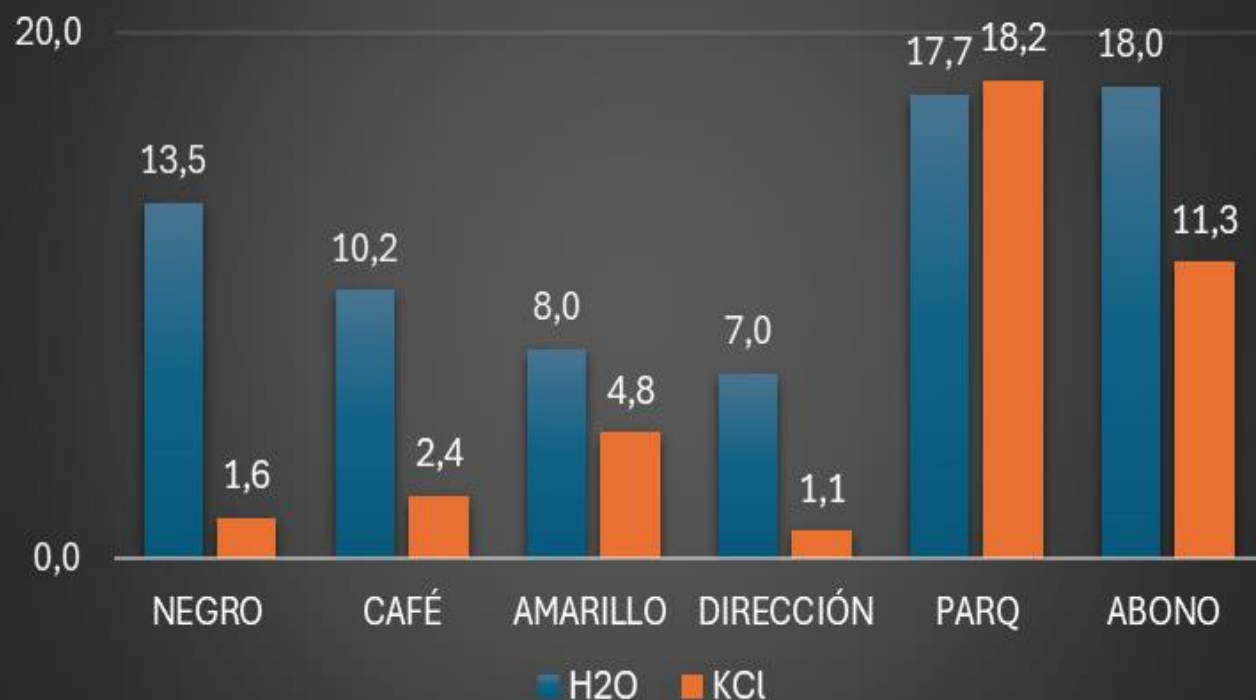


Porcentaje de diferencia relativa (%RPD) como criterio de aceptación (<20%)  
tomando los valores en t =0 y t =15 días.

# Resultados

## ENSAYO N°1. Evaluación de cantidades de nitratos en el tiempo

### DIFERENCIA RELATIVA (%RPD)



- Las diferencias relativas son menores al 20% en ambos métodos de extracción.
- Existe un menor promedio usando KCl como solución de extracción.

## ENSAYO N°2. Evaluación de metodologías de extracción

FRACCIONES MASICAS (mg NO <sub>3</sub> / kg de suelo)				
Replica	SUELO NEGRO		SUELO CAFÉ	
	<i>H<sub>2</sub>O</i>	<i>KCl</i>	<i>H<sub>2</sub>O</i>	<i>KCl</i>
1	68.240	79.724	14.897	13.565
2	71.613	87.922	19.443	10.084
3	73.682	79.693	11.139	10.201
4	72.258	77.494	9.921	9.084
5	70.602	83.439	10.217	10.359
6	68.403	84.129	10.063	10.594
7	69.360	82.678	9.693	11.281
8	70.837	90.511	10.366	11.087

Datos obtenidos en SFA empleados para un análisis estadístico, haciendo una comparación entre ambas soluciones de extracción

# Resultados

## ENSAYO N°2. Evaluación de metodologías de extracción

La varianza muestral del primer conjunto puede ser mayor de la del segundo grupo.

### Hipótesis alternativa

- $H_1: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$   
  $H_1: \sigma_1^2 < \sigma_2^2$   
  $H_1: \sigma_1^2 > \sigma_2^2$

### Nivel de confianza:

- 90%  
 95%  
 99%

Datos.prueba	Valor
Estadístico F	6.975
Grados de libertad	
~, numerador	7
~, denominador	7
Valor p	0.0101
Relación de varianzas	6.975
Intervalo de confianza:	
~, límite inferior	1.842
~, límite superior	Inf
Nivel de confianza (%)	95
Varianza grupo 1	11.97
Varianza grupo 2	1.716

Se presenta una diferencia significativa entre la varianza de datos en ambos métodos, siendo mayor la varianza N°1 que está relacionada con las fracciones obtenidas de una extracción con agua.

La diferencia entre las varianzas muestrales es estadísticamente significativa a un nivel de confianza del 95 %.

## Resultados

ENSAYO N°3. Evaluación de tiempo de almacenamiento de solución extraída

Muestra	Sin refrigerar, tiempo 0		Refrigerada 15 días		%RPD
	Concentración NO <sub>3</sub> (mg/L)	Frac. Másica (mg NO <sub>3</sub> /kg)	Concentración NO <sub>3</sub> (mg/L)	Frac. Másica (mg NO <sub>3</sub> /kg)	
<b>C KCl</b>	2.19	<b>10.96</b>	2.25	<b>11.25</b>	5.56
<b>C-r KCl</b>	2.48	<b>12.40</b>	2.68	<b>13.42</b>	

Luego de procesar las muestras en tiempos diferentes se determinó una diferencia relativa (%RPD) de 5.56, siendo un valor aceptable para el análisis de suelos.

## Conclusiones

- Ambas soluciones empleadas presentan un comportamiento aceptable en la extracción de nitratos, sin embargo, la solución de KCl presenta una mayor afinidad en el proceso de extracción y por tanto un alto grado de confiabilidad de los resultados.
- Los tiempos de tratamiento y almacenamiento de las muestras de suelo pueden adaptarse a los tiempos implementados en el laboratorio en muestras de agua, presentando ventajas en el análisis de nitratos.
- La curva de calibración sugerida para muestras de agua (0,4 – 2 mg/L) funcionó de manera correcta haciendo diluciones para las soluciones extraídas de muestras de suelo, lo cual permite leer muestras de agua y suelo en un mismo momento presentando un ahorro de tiempo considerable.



## Bibliografía

- SKALAR. *Brochure: San<sup>++</sup>. Analizador de Flujo Continuo*, 2016. <https://www.skalar.com/es/analizadores/san-analizador-de-flujo-continuo>
- International Standard ISO 14256-2. “*Soil Quality – Determination of nitrate, nitrite, and ammonium in field – moist soils by extraction with potassium chloride solution. Part 2: Automated method with segmented flow analysis*”, 2005. Disponible en: <https://cdn.standards.iteh.ai/samples/32399/f13ff92d6fce471499f820d48029a96b/ISO-14256-2-2005.pdf>
- N, Osorio. “*Manejo de nutrientes en suelos del trópico*”. Universidad Nacional de Colombia, Medellín, 2014, pp.179 – 185.
- E. Brambilla, N. Kloster, A. Bono y J. Camiña. “*Evaluación de Métodos para determinar nitrato en suelo*”. Asociación Argentina de Ciencia del Suelo, vol. 31, n°2, pp. 245-252, 2013. Extraído de: <http://www.scielo.org.ar/pdf/cds/v31n2/v31n2a10.pdf>

**MUCHAS  
GRACIAS**

# UdeA



@UdeA



@UdeA



@universidaddeantioquia