



“GIUMA”: GRUPO INTERINSTITUCIONAL PARA UNIFORMAR METODOLOGÍAS ANALÍTICAS



CURSO: FERTILIZANTES. OBTENCIÓN. PRODUCCIÓN EN VENEZUELA. MÉTODOS DE ANÁLISIS.

Maracay, 11 y 12 de julio de 2013

OBJETIVOS DEL GIUMA



OBJETIVO GENERAL

“Establecer métodos únicos para analizar suelos, aguas, fertilizantes, enmiendas y otros, para proponerlos ante los organismos pertinentes a fin de que sean adoptados como métodos oficiales”.

Origen del GIUMA

- **El GIUMA viene realizando actividades ininterrumpidas desde 1993.**
- **Se origina del grupo que venía trabajando con la estandarización de métodos para analizar suelos, al surgir la necesidad de abordar métodos para analizar fertilizantes.**
- **Luego se fueron incorporando otras instituciones**

INSTITUCIONES QUE INTEGRAN EL GIUMA Y SUS REPRESENTANTES



| | |
|--|---|
| EDAFOFINCA | Luis Castillo, José García |
| INIA-Yaracuy | Isabel Elena Arrieche, Carmen Silva, Marianela León |
| INIA- Guárico | Ayuramy Martínez, Mercedes Reveron |
| INIA- Maracay | Betsaida Ortega |
| UCLA-Agronomía | Shirley Fernández, Rómulo Noguera, Carlos Gómez |
| UCV-Agronomía • Instituto Edafología ❖ Departamento de Química | • Carmen Ester Carrillo de Cori, Linda Marilyn Aular, Rosalba Mora ❖ Francisca Sosa, José Peña. |
| UNERG-CIESA | Magaly Ruiz, María Rosario Tovar |















EVALUACIÓN DE UN MÉTODO PARA DETERMINAR CALCIO EN FERTILIZANTES. ESTUDIO INTERLABORATORIO



Carillo de Carl, C.E.¹; Ruiz, M.¹; Arriacho, I.E.¹; Azar, L.M.¹; Bora, R.¹; Castillo, L.¹; Negrete, R.¹; Lazo R., M.¹; Siles, C.²; Torres, M.R.³; Morales, A.⁴; Revorón, A.M.⁴; Ortega, E.⁵; Saldaña, M.⁶; Fernández, S.⁷

¹Universidad Central de Venezuela, Facultad de Agronomía, Universidad Páez, Callejón CEVA, "CASA PÁEZ", Universidad Central, Ciudad Bolívar, Estado Agrupados, "Escuela Nacional de Investigaciones Agrícolas Páez", "Escuela Nacional de Investigaciones Agrícolas Páez", "Escuela Nacional de Investigaciones Agrícolas Páez"

INTRODUCCIÓN

Para determinar calcio en fertilizantes, la norma venezolana COVENIN contempla un método espectrofotométrico por absorción atómica (AA) y otro volumétrico. Este último consume importantes cantidades de reactivos y tiempo e implica el uso de un material prohibido (fibra de asbestos) por la OMS. Se plantea la necesidad de establecer como método único, la metodología por absorción atómica y recomendar la eliminación del método volumétrico por los riesgos que comporta para el analista y para el ambiente.

El objetivo de este trabajo es evaluar, mediante un estudio interlaboratorio, la metodología espectrofotométrica (AA) para determinar calcio en fertilizantes, previo a la recomendación de su inclusión como método único en la norma oficial.

METODOLOGÍA

Se analizaron por el método evaluado, muestras de cuatro fertilizantes y un estándar (CaCO₃), con la participación de siete laboratorios.

LABORATORIOS PARTICIPANTES



FERTILIZANTES



Se determinó la precisión a través de la exactitud (E) y la Reproducibilidad (R), según la Norma COVENIN N° 2072-82 (2003-82-86). La exactitud se evaluó a través de la recuperación del elemento analizado en un estándar.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN



Figura 1. Contenido de calcio en cuatro fertilizantes y un estándar determinado por el método evaluado.

Tabla 1. Coeficientes de exactitud (E) y reproducibilidad (R) en cuatro fertilizantes y un estándar.

| Fertilizante | Exactitud (E) | Reproducibilidad (R) |
|-------------------|---------------|----------------------|
| CaCO ₃ | 0,04 | 0,04 |
| Fosforado | 0,04 | 0,04 |
| Multiusos | 0,04 | 0,04 |
| CaCO ₃ | 0,04 | 0,04 |



Figura 2. Porcentaje de recuperación del calcio en el análisis.

CONCLUSIONES

El método evaluado es exacto, rápido y consume pocos reactivos. Se sugiere incluirlo para el análisis de calcio, siempre se garantice cierta recuperación al compararse los resultados de los laboratorios, lo cual podría disminuir a las diferencias en los instrumentos y equipos de medición utilizados.

18:41 AM



19 11:15AM

Los estudios de comparación de datos experimentales tienen como propósito:

- Validar métodos
- Evaluar el desempeño técnico de los laboratorios
- Unificar procedimientos de análisis que permitan asegurar la calidad analítica de resultados



Estudios de comparación. Objetivos:

- Mejorar la calidad de los análisis de laboratorio con el fin de hacer los resultados confiables y comparables entre sí.
- Unificar criterios para la expresión e interpretación de resultados analíticos.
- Normalizar técnicas para las distintas determinaciones.

Muestra única

Protocolo común

Lab 1

Lab 2

Lab 3

Lab 4

Lab 5

Lab 6

Lab n

Resultados



Análisis Estadístico



Conclusión de la Evaluación

Exactitud del método

Se evalúa a través de la recuperación del elemento analizado en un reactivo estándar:

$$\text{Rec} = (E \times 100)/T$$

Donde:

Rec = % de Recuperación del E en el estándar

E = Porcentaje del elemento obtenido en el análisis

T = porcentaje de E total teórico en el reactivo estándar

Según criterio de Buresh (1991), empleado en estudios donde se requiere alta precisión, el porcentaje de recuperación se considera aceptable si varía entre $100 \pm 3 \%$



Precisión del método

Se calcula aplicando la **norma COVENIN 2972-92 (ISO 5725-86)** para evaluar los resultados en términos de repetibilidad (**r**) y reproducibilidad (**R**)

La **repetibilidad** permite conocer la variabilidad del ensayo en cada laboratorio bajo condiciones constantes (el mismo laboratorio, el mismo operador y el mismo equipo) a intervalos reducidos de tiempo.

La **reproducibilidad** mide la variabilidad entre laboratorios, ensayos realizados en condiciones ampliamente variables (laboratorios diferentes con operadores y equipos distintos)

Análisis estadístico

Datos del mismo laboratorio → Coeficiente de variación $\leq 6\%$

Datos de todos los laboratorios

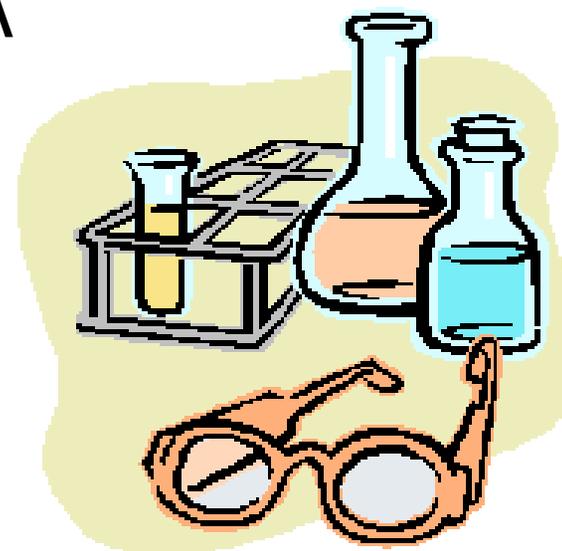
- análisis de varianza
 - prueba de medias,
- con el objeto de determinar si existen diferencias significativas entre las modalidades analíticas comparadas o entre laboratorios



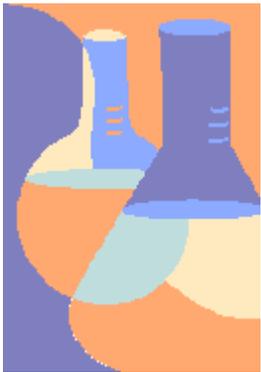
Correlaciones entre métodos evaluados

Criterio en la escogencia de los Métodos sugeridos por el GIUMA

En lo posible, se trata de seleccionar técnicas de análisis que no impliquen el uso de reactivos y/o materiales de alto riesgo tanto para la salud humana como para el ambiente.



Disponer de métodos adecuados para analizar suelos, fertilizantes, enmiendas, plantas y otros insumos relacionados con la agricultura, nos asegura:



- **Resultados confiables**
- **Tomar decisiones acertadas**
- **Aumentar la eficiencia de los recursos disponibles**
- **Contribuir al desarrollo de una agricultura sustentable.**

Algunos Programas de estudios interlaboratorio en suelos, aguas, foliares y fertilizantes en el mundo

| PAIS | AÑOS | NUMERO DE LABORATORIOS |
|---|------|------------------------|
| Holanda (WEPAL: Wageningen Evaluating Programmes for Analytical Laboratories) | 50 | > 500 |
| Costa Rica | 14 | 16 |
| Brasil (EMBRAPA) | 15 | 84 |
| Argentina | 7 | 80 |
| Chile | 12 | 14 |
| Venezuela (GIUMA) | 20 | 8 |

Participación en el Sub-Comité de Fertilizantes Inorgánicos

Objetivos:

“Revisar las Normas COVENIN sobre fertilizantes para actualizarlas, ... elaborar las normas que se consideren necesarias para complementar la normativa... y adaptarlas al esquema de las Normas ISO” internacionales

Se revisaron 11 normas COVENIN sobre fertilizantes, se hicieron cambios, actualizaciones y adaptaciones. Seis de ellas contienen modificaciones basadas en métodos estudiados, estandarizados y sugeridos por el GIUMA para el análisis de nitrógeno y fósforo en fertilizantes.

Participación en el “2º Taller sobre Abonos Orgánicos. Hacia La Normalización”

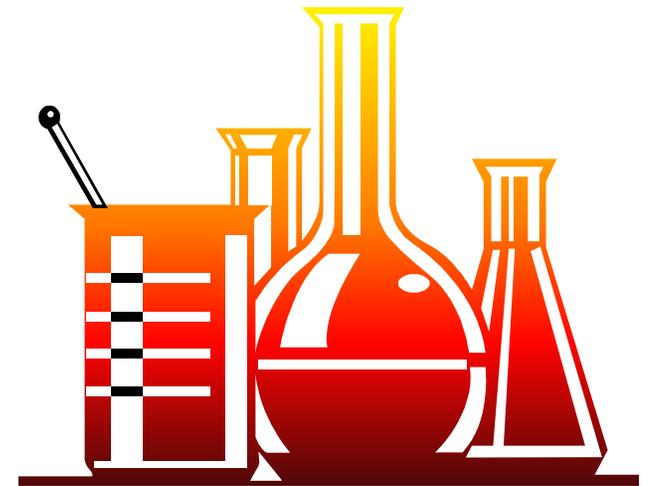
Objetivo:

Seleccionar métodos únicos para evaluar desde el punto de vista químico, físico y biológico, los compost, materias primas para su preparación y otros materiales orgánicos relacionados

Cuatro integrantes del GIUMA: Marianela León (INIA-Yaracuy), Carlos Gómez (UCLA), Carmen E. de Cori (UCV) y Magaly Ruiz (UNERG), trabajaron en relación a los métodos para evaluar los parámetros químicos en los compost y elaboraron el informe correspondiente.

Difusión de los resultados

- Talleres abiertos al público
- Ponencias en congresos
- Artículos publicados
- Cursos



Fertilizantes. Obtención. Producción en Venezuela. Métodos de análisis.



- Tema N° 1: Fertilizantes. Definiciones. Obtención.
(**Carmen Ester de Cori, UCV**)
- Tema N° 2: Fertilizantes Mixtos, Mezclas Físicas.
(**José Raúl Trujillo, FERBASA**)
- Tema N° 3: La industria de los fertilizantes en Venezuela
(**Heman Espinoza, PEQUIVEN**)
- Tema N° 4: Métodos de análisis de fertilizantes.
(**Carmen Ester de Cori, UCV**)



Visita guiada a los laboratorios

Análisis de N, P, K, Ca, Mg, S, y
microelementos en fertilizantes.

Facilitadores: L.M. Aular, R. Mora, Y. Torres,
J. Peña, F. Sosa, J.G. Escalona





Gracias