

 CENTRAL ANALÍTICA	ITFE 51 – MANUAL DE COLETAS FERTILIZANTES	Página	1/8
		Revisão	07

HISTÓRICO DAS REVISÕES

REV.	DATA	ALTERAÇÕES
00	06/10/2016	<input type="checkbox"/> Emissão Inicial
01	09/01/2016	<input type="checkbox"/> Alteração do logo no cabeçalho; <input type="checkbox"/> Inclusão no item Análises terceirizadas (metais) e Alteração em análise em múltiplas áreas do volume de amostra de 800 gramas para 1000 gramas
02	23/06/2017	<input type="checkbox"/> Alteração no item “informações importantes” de mL para g em amostras líquidas.
03	02/08/2017	<input type="checkbox"/> Alteração na quantidade mínima para realização das análises.
04	18/10/18	<input type="checkbox"/> Alteração na quantidade mínima para realização de análises físico-químicas em fertilizantes.
05	22/08/19	<input type="checkbox"/> Inclusão da quantidade de amostra necessária para terceirização da análise de capacidade de retenção de água (CRA).
06	11/09/19	<input type="checkbox"/> Inclusão da observação sobre a quantidade de amostras líquidas.
07	23/08/2021	<input type="checkbox"/> Correção ortográfica do documento.

ELABORAÇÃO	VERIFICAÇÃO	APROVAÇÃO
Patrícia Fernanda Frank Responsável pela unidade Data: 23/08/21	Ezequiel Bavaresco Cremonese Supervisor Técnico Data: 23/08/21	Paulo Theisen Coordenador Data: 01/09/21

INFORMAÇÕES IMPORTANTES

Realização da coleta das amostras	- O processo de coleta das amostras é uma etapa de grande importância, principalmente em função da representatividade, pois é a base para a expressão de resultados analíticos confiáveis.
Quantidade mínima para realização das análises	<ul style="list-style-type: none"> - Análises Físico-Químicas em Fertilizante: 200 gramas (g) para amostras sólidas e 40 mililitros (mL) para amostras líquidas. OBS: se for menos de 5 parâmetros para análise, pode-se considerar 100 gramas (g) a quantidade mínima para amostras sólidas. Análises Microbiológicas: 100 gramas (g) para amostras sólidas e 30 mililitros (mL) para amostras líquidas. Análises Fitopatológicas: 400 gramas (g) para amostras sólidas e 30 mililitros (mL) para amostras líquidas. Análises terceirizadas (metais): 500 gramas (g) para amostras sólidas e 500 mililitros (mL) para amostras líquidas.

 CENTRAL ANALÍTICA	ITFE 51 – MANUAL DE COLETAS FERTILIZANTES	Página	2/8
		Revisão	07

Análises terceirizadas (CRA):

1 kilo (kg) para amostras sólidas

Análises em múltiplas áreas na Central Analítica:

730 gramas (g) para amostras sólidas e

100 mililitros (mL) para amostras líquidas.

OBS: para amostras líquidas, por exemplo, 30 mL correspondem a 30 g (aproximadamente, pelo fato de não estar sendo considerado a densidade de cada amostra).

Recipiente indicado para a coleta	- As amostras deverão ser acondicionadas e enviadas para análise em embalagem que mantenham sua integralidade. A embalagem deve estar isenta de contaminantes (ex. calcário, fertilizante, agrotóxicos, etc.) que possam gerar interferentes no processo de análise e, conseqüente, expressão dos resultados.
Data e horário para recebimento	- Segunda à sexta-feira , das 8h 00min às 12h 00min e das 13h 30min às 17h 30min .
Prazo para emissão dos resultados (Relatório de Ensaios)	- O prazo para recebimento do Relatório de Ensaio (resultado(s) da(s) análise(s)) dependerá dos parâmetros solicitados. Desta forma, o cliente deverá entrar em contato com o Setor de Atendimento da Central Analítica para maiores informações.
Garantia dos parâmetros a serem analisados	- O cliente deverá, preferencialmente, informar a garantia dos parâmetros a serem analisados na amostra ou a faixa que esta se encontra para os ensaios físico-químicos. Isso em função das técnicas analíticas usadas pela Central Analítica – UNISC basearem-se nas Normativas do MAPA (IN SAD nº 03/2015), a qual considera, como critério de qualidade analítica, o conhecimento das garantias no processo técnico de análise. A não informação das garantias, pela necessidade de estudo da amostra antes da análise, resultará em cobrança diferenciada dos parâmetros analisados.
Tipo (especificidade) das amostras	O cliente deverá informar a especificidade (característica) da amostra, ou seja, se esta é mineral, foliar, corretivo ou orgânica, pois a metodologia analítica adotada é diferenciada para cada grupo.
Observação	No momento do recebimento das amostras para análise é fundamental que as mesmas estejam acompanhadas das seguintes informações: identificação da amostra, garantias e parâmetros da análise, local de coleta, nome do cliente, cidade e localidade.

COLETA DE AMOSTRAS DE FERTILIZANTES SÓLIDOS

A coleta de produtos sólidos deve ser feita com sonda dupla perfurada de ponta cônica (Figura 1) tomando-se frações retiradas que serão reunidas, homogeneizadas e quarteadas.

Figura 1 – Sonda



Sonda (de PVC ou aço inox), de tubo duplo perfurado com ponta cônica para coleta de produto ensacados.

a) Coleta de amostras estocadas a granel, para lote ou partidas de até 100 toneladas:

Serão coletadas 10 porções em pontos diferentes, escolhidos ao acaso. Em lotes ou partida superiores a 100 toneladas deverão ser retiradas 10 porções mais 1 para cada 100 toneladas ou fração no caso de fertilizantes

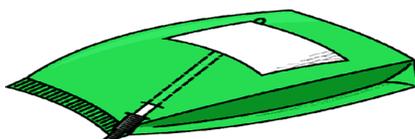
simples, complexos, mistura granulada e corretivos de acidez, alcalinidade e sodicidade; ou 10 porções mais 3 para cada 100 toneladas ou fração no caso de fertilizantes minerais mistos, quando em mistura de grânulos, pó e farelados, no caso de fertilizantes orgânicos, dos substratos para plantas e dos condicionadores de solo.

I – Para quantidades superiores a 500 toneladas deve ser adotada a seguinte tabela para definição do tamanho do lote a ser considerado pela fiscalização:

Tamanho do lote ou partida (número de embalagens)	Número de embalagens à serem amostradas
Até 500	500 ton
Ácima de 500 até 1500	500 ton + 50% diferença entre o total existente e 500ton
Ácima 1500	500 ton + 30% diferença entre o total existente e 500ton

II – Como alternativa ao método de amostragem de produtos estocados a granel, a fiscalização poderá adotar metodologia utilizada pela empresa fiscalizada para o controle de qualidade de seus produtos. No caso de coleta de amostras em equipamentos de carga ou descarga (correias, roscas, calhas e bicas) e de comum acordo com a empresa fiscalizada, as porções poderão ser coletadas com amostrador (Figura 2), extraindo-se no mínimo 10 porções e intervalos regulares, após o estabelecimento de fluxo contínuo e uniforme do produto.

Figura 2 - Processo



Processo de amostragem de fertilizantes ensacados em embalagens de até 50 kg

b) Coleta de amostras para produtos em embalagens maiores de 60 kg – BIG BAG:

Deve ser executada inserindo a sonda verticalmente em três pontos diferentes em cada embalagem. Quando o lote ou partida do produto for superior a 200 (duzentas) unidades, este deverá ser subdividida em lotes ou partida de 200 (duzentas) embalagens ou fração.

O número de embalagem deverá ser: (Tabela 1).

Tabela 1

Tamanho do lote ou partida (número de embalagens)	Número de embalagens à serem amostradas
Até 50	5
51 a 100	10
101 a 150	15
151 a 200	20

c) Produtos em embalagens até 60 kg:

Deve se tomar a embalagem pelo menos 4 (quatro) vezes, a fim de permitir a perfeita homogeneização do produto. Posteriormente deve-se introduzir totalmente a sonda, fechada, através da válvula no saco, seguindo o sentido diagonal e oblíquo (de cima para baixo) – conforme a Figura 2, de modo que a amostra coletada seja representativa do conteúdo existente. O saco deverá estar na posição horizontal, sobre uma superfície plana. Dentro do saco, a sonda deve ser aberta, procedendo-se uma pequena movimentação para que o produto caia pelas aberturas existentes. Em seguida, fechada e retirada, despejando-se o conteúdo amostrado num recipiente limpo e seco (balde). O mesmo procedimento deverá ser realizado em todos os sacos a serem amostrados com os seguintes cuidados:

I – O produto a ser amostrado deverá ser coletado de sacos escolhidos ao acaso, para que a amostra seja representativa do lote:

II – Quando o lote ou partida de produto for superior a 4.000 (quatro mil) unidades, este deverá ser subdividido em lote ou partidas de 4.000 (quatro mil) embalagens ou fração; e

III – O número de embalagens a ser amostrado deverá obedecer: (Tabela 2)

Tabela 2

Tamanho do lote ou partida (número de embalagens)	Número de embalagens a serem amostradas
Até 50	7
Até 51a 100	10
Superior a 100 até 4000	10 + 2% da totalidade

IV – No caso de produto armazenado em pilhas, os sacos deverão ser escolhidos em diversos níveis e posições, os quais serão tombados antes da retirada da porção, devendo o detentor do produto disponibilizar mão-de-obra suficiente para a realização da operação.

d) Produtos em embalagens até 10 kg:

A amostra deverá ser executada, retirando embalagens de diferentes posições do lote ou partida, aleatoriamente, conforme a Tabela 3.

Tabela 3

Tamanho do lote ou partida (número de embalagens)	Número de embalagens a serem amostradas
Até 20	5
21 a 50	7
51 a 100	10
Superior a 100 até 1000	10 + 0,5% da totalidade

I – No caso de embalagens maiores que 1 (um) quilograma, reduzi-las por quarteação a porções de aproximadamente 1 (um) quilograma, sendo que as porções serão misturadas, homogeneizadas e quarteadas; e

II – No caso de embalagens de até 1 (um) quilograma, o conteúdo total das embalagens colhidas será misturado, homogeneizado e quarteado.

e) Para fertilizantes orgânicos, para os quais a coleta da amostra por meio de sonda não seja possível, aconselha-se coletar aleatoriamente em diferentes pontos e profundidades do lote, de modo que um conjunto de subamostras faça a tradução ideal da representatividade e reprodutividade da amostra.

REDUÇÃO DA AMOSTRA DE FERTILIZANTES SÓLIDOS

 CENTRAL ANALÍTICA	ITFE 51 – MANUAL DE COLETAS FERTILIZANTES	Página	5/8
		Revisão	07

POR QUARTEAÇÃO MANUAL

No processo manual, deposita-se o conteúdo amostrado em uma superfície lisa e limpa e, com o auxílio de uma régua, divide-se o produto em quatro partes iguais (ângulos retos: +). Escolhem-se duas partes opostas A e D, descartando-se as outras duas B e C.

Homogeneizam-se as partes escolhidas repetindo-se a operação o número de vezes suficientes para se obter uma amostra em torno de 1 a 1,2 kg. Este volume será quarterado em 4(quatro) partes homogêneas de aproximadamente 250 g cada uma. (Figura 3).

Figura 3 - Processo Manual



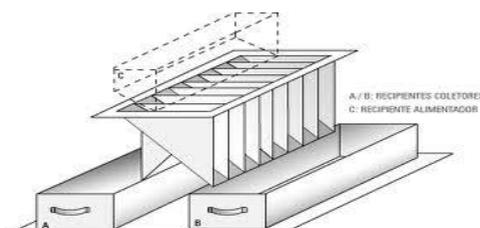
POR QUARTEADOR

Homogeneizar, por mistura, as frações coletadas e distribuir todo o material em uma ou mais bandejas (Figura 4), de modo que o material fique nivelado. Encher cerca de 2/3 da bandeja. Acondicionar o material sobre o quarterador, virando as bandejas segundo o seu eixo maior, mantido paralelo ao eixo maior do quarterador, recebendo o material nas bandejas coletoras. Desprezar o material de uma em cada duas bandejas.

Repetir a operação de quarteração, caso necessário, até reduzir o material a quantidade mínima necessária (300 gramas).

Caso seja necessário se obter duas ou mais amostras representativas do lote, cada uma delas deve ser constituída pela totalidade do material recolhido na bandeja coletora.

Figura 4 - Quarterador Tipo Jones



COLETA DE AMOSTRAS DE FERTILIZANTES LÍQUIDOS

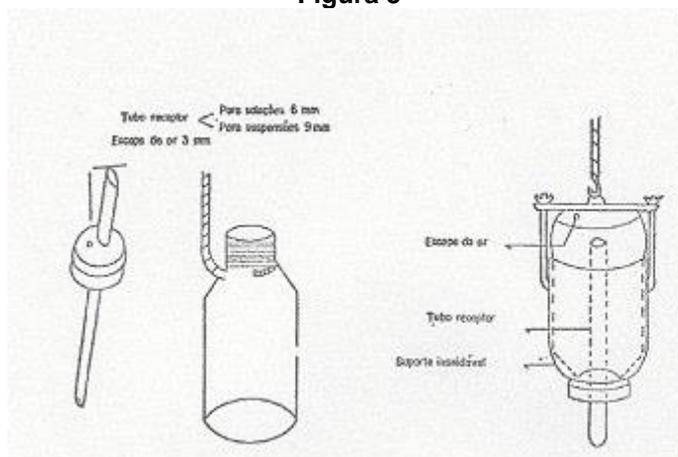
Produtos a granel estocados em tanques ou depósitos:

I – Soluções límpidas e isentas de amônia anidra:

Retirar a amostra da linha de descarga do depósito com o produto já homogeneizado. Desprezar o primeiro litro e recolher a amostra em embalagens que mantenham a sua integralidade. Neste caso se indica frasco de polietileno ou vidro. A embalagem deve estar isenta de contaminantes (ex: calcário, fertilizante, agrotóxicos, etc.) que possam gerar interferentes no processo de análise e, conseqüentemente, expressão dos resultados.

O uso do amostrador (Figura 5) é necessário quando não houver condições de homogeneização do líquido no depósito.

Figura 5



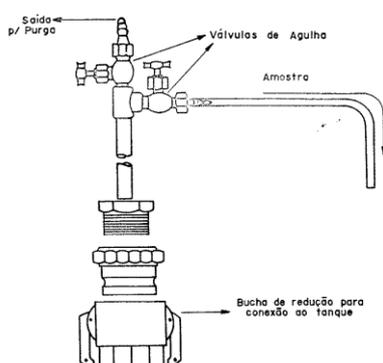
II – Suspensões e soluções com materiais em suspensão:

Agitar o produto armazenado até completa homogeneização, aproximadamente 15 minutos, introduzindo um dos tipos de frascos amostradores (Tabela 6) pelo alto do depósito até o fundo, erguendo-o lentamente durante o seu enchimento, transferindo o produto para embalagens que mantenham a sua integralidade. Neste caso se indica frasco de polietileno ou vidro. A embalagem deve estar isenta de contaminantes (ex: calcário, fertilizante, agrotóxicos, etc.) que possam gerar interferentes no processo de análise e, conseqüentemente, expressão dos resultados.

III – Soluções amoniacais:

A amostragem baseia-se na purga contínua da solução armazenada, colhendo-se a amostra como parte do fluxo da purga e diluindo-a imediatamente em água, preparando os frascos de amostra no laboratório, juntando cerca de 500 (quinhentos) ml de água destilada, tampar e pesar (+0,1g). Conectar o aparelho (Figura 6) à saída do tanque e, com a válvula de amostra fechada, purgar o encanamento abrindo a respectiva válvula, adaptando e arrolhando firmemente no tubo do amostrador o frasco de polietileno, parcialmente pressionado e com o seu volume diminuído, devendo com o tubo de amostragem imerso na água reduzir a purga até um filete, abrindo então a válvula de amostragem até completar cerca de 100 (cem)ml de amostra, sendo que o frasco não deve expandir até sua forma original, durante a operação, fechando as válvula e com o frasco parcialmente pressionado desconectar o conjunto fechando-o hermeticamente, pesando novamente o frasco e calcular o peso da amostra, esfriando a 20°C (vinte graus Celsius) e transferir para balão volumétrico de um a dois litros, completar o volume, misturar e tomar alíquotas para análise; e

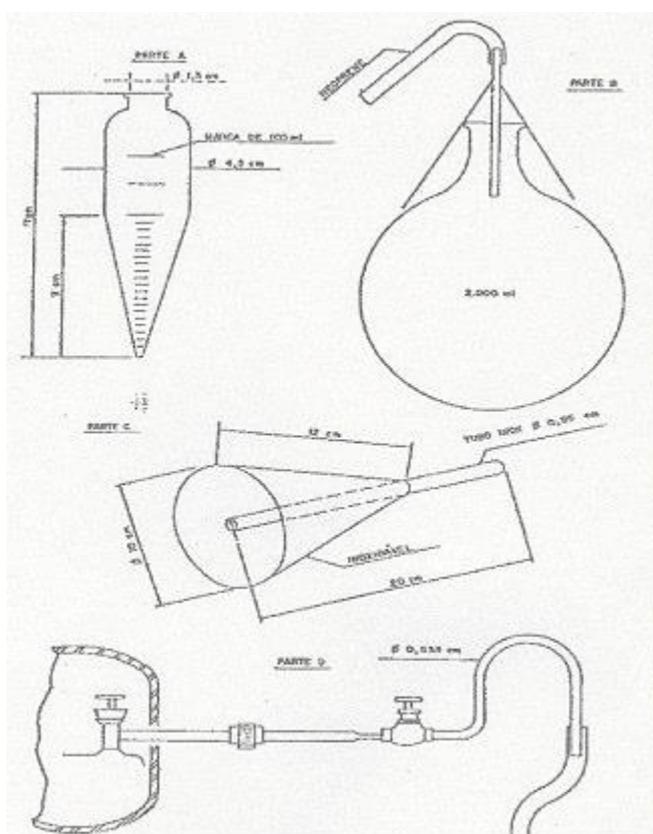
Figura 6



IV – Amônia anidra:

Abrir as válvulas do ponto de amostragem (Figura 7-parte D); purgar um a dois litros de amônia e fechar a válvula da ponta; colocar o dispositivo de amostragem adaptando o funil (Figura 7 –parte C) à boca do primeiro frasco calibrado de 2.000 ml resistente a choques térmicos (Figura 7-parte B); abrir a válvula deixando a amônia fluir de modo a se obter os 2.000 ml necessários, em aproximadamente 15 (quinze) minutos; fechar novamente a válvula e repetir as operações anteriores a fim de se encher o segundo frasco de amostragem; após fechar novamente a válvula, repetir a operação para os frascos pequenos, com capacidade de 100 ml e graduados em subdivisões de 0,05 ml até 0,5 ml, coletando exatamente 100 ml (Figura 7-parte A) de amônia nos mesmos; fechar as duas válvulas e retirar o dispositivo de amostragem; identificar as amostras.

Figura 7



Produtos fluidos embalados:

As porções que comporão a amostra deverão ser retiradas do lote ou partidas em unidades ao acaso e devidamente homogêneas nas seguintes proporções mínimas, conforme a Tabela 4.

Tabela 4

Tamanho do lote ou partida (número de embalagens)	Número de mínimo de embalagens a serem amostradas
Até 100	1 unidade
Superior a 100 fração	+ 1 unidade para cada 500 ou

	ITFE 51 – MANUAL DE COLETAS FERTILIZANTES	Página	8/8
		Revisão	07

A embalagem deve estar isenta de contaminantes (ex: calcário, fertilizante, agrotóxicos, etc.) que possam gerar interferentes no processo de análise e, conseqüentemente, expressão dos resultados.

Fertilizantes em solução para pronto uso acondicionado em embalagens de até um litro:

A coleta de amostras deve ser feita retirando-se uma fração do lote ou partida que serão identificadas e lacradas. A embalagem deve estar isenta de contaminantes (ex: calcário, fertilizante, agrotóxicos, etc.) que possam gerar interferentes no processo de análise e, conseqüentemente, expressão dos resultados.

Referência: Instrução Normativa Nº 10 de 06 de maio de 2004 (MAPA), estabelece normas para amostragem de fertilizantes sólidos e fluidos.