

	ENSAYOS FISICOQUÍMICOS DE LABORATORIO SISTEMA DE GESTIÓN INTEGRAL		SC
	CODIGO: DC-SI34	VERSIÓN: 1	SS

1 OBJETIVO

Establecer los procedimientos internos del laboratorio para llevar a cabo los análisis fisicoquímicos de materia prima y productos terminados.

2 ALCANCE

Aplica para toda materia prima utilizada en proceso de elaboración de fertilizantes sólidos, para producto terminado y muestras de productos o proveedores nuevos.

3 NORMATIVIDAD

- NTC 5527:2021. Fertilizantes. Análisis fisicoquímicos básicos.
- Resolución ICA No 150 de 2003.
- NTC 162:1971

4 DEFINICIONES

Para los fines de este documento, se aplican los términos y definiciones incluidos en la NTC 5527 de 2021.

5 RESPONSABLES

Laboratorio - Analista de control calidad

Laboratorio - Director técnico

6 MÉTODOS DE ENSAYO

6.1 Determinación de humedad

6.1.1 Principio

El ensayo consiste en evaporar el agua presente en el fertilizante por medio del calor. La pérdida de humedad se determina por gravimetría entre la muestra húmeda y la muestra seca. En este ensayo se incluye toda sustancia que sea susceptible evaporarse a la temperatura de trabajo.

6.1.2 Equipos

- Analizador de humedad AXIS:
 - Sensibilidad de la balanza: 0.001 g.
 - Precisión del sensor de temperatura: 0.1 °C.

6.1.3 Procedimiento

1. Pese 2 a 5 g de muestra en un recipiente seco de peso conocido; extienda la muestra de tal forma que tenga una mayor área superficial.

Aprobó: GLORIA OREJUELA (Gerente General)

Este documento es propiedad de CALFERQUIM S.A.S. Prohibida su reproducción por cualquier medio, sin previa autorización de la Gerencia.

	ENSAYOS FISICOQUÍMICOS DE LABORATORIO SISTEMA DE GESTIÓN INTEGRAL		SC
	CODIGO: DC-SI34	VERSIÓN: 1	SS

2. Para el caso de fertilizantes compuestos (mezclas físicas o complejas), si se conoce su composición se usan las condiciones de secado para el compuesto más sensible. Si se desconoce la composición, se determina a 105 °C.

3. Introducir los parámetros al analizador e iniciar el equipo. Una vez terminado el tiempo de secado, el analizador por diferencia de masa calcula el porcentaje de humedad. Realice la prueba por duplicado.

6.1.4 Cálculos

El analizador estima el contenido de humedad con respecto a la masa inicial, mediante la ecuación:

$$H = 100\% \times (m_1 - m_2 / m_1)$$

donde H es el contenido de humedad en porcentaje, m1 y m2 las masas iniciales y finales en gramos respectivamente.

6.1.5 Precisión

La diferencia entre las determinaciones efectuadas por duplicado no debe exceder 0.03 pp para el nitrato de amonio y la urea; y no debe superar 0.1 pp para los demás productos.

6.2 Determinación de la granulometría

6.2.1 Principio

El análisis granulométrico en seco permite determinar la distribución del tamaño de los elementos que componen la muestra, gracias al uso de tamices estandarizados, que permiten separar las partículas que atraviesan la malla y reteniendo la fracción de muestra con tamaño de partícula mayor a la apertura.

6.2.2 Equipos

- Balanza con sensibilidad 5 g
- Juego de tamices
- Brochas

6.2.3 Procedimiento

1. Seleccione el tamiz o la serie de tamices que permiten evaluar los requerimientos.
2. Pese cada uno de los tamices, y la base. Ensamble los tamices en orden decreciente de tamaño de abertura, terminando con la base.
3. Pese 200 g de muestra. La muestra no puede haberse sometido a procesos de secado o molienda. Las muestras de fertilizantes orgánicos con humedades superiores al 5% deben secarse previamente para evitar aglomeración en los tamices. Cuando sea el caso, se debe reportar el proceso en el informe de resultados.
4. Transfiera la muestra al tamiz superior y cierre el sistema con la tapa correspondiente.

	ENSAYOS FISICOQUÍMICOS DE LABORATORIO		SC
	SISTEMA DE GESTIÓN INTEGRAL		SS
	CODIGO: DC-SI34	VERSIÓN: 1	

5. La agitación de los tamices se hace de manera mecánica, por un tiempo mínimo de 5 minutos. Una vez finalizado, desmonte los tamices sin generar pérdida de material. Pese individualmente los tamices y la base con las porciones de muestra retenidas.

6.2.4 Cálculos

$$P_n = 100 \times (T_m - T_v)/G$$

donde P_n es el porcentaje de producto retenido en el tamiz n en porcentaje; T_m el peso del tamiz n con muestra en g; T_v el peso del tamiz vacío en g; y G el peso de la muestra en g.

6.2.5 Resultados

Los abonos o fertilizantes químicos compuestos granulados deberán tener un tamaño de partícula tal, que el producto pase por el tamiz ICONTEC 4 mm (No 5) y quede retenido en el tamiz ICONTEC 1 mm (No 18), tolerándose hasta el 20% del total en peso, para la suma del peso de los gránulos que queden retenidos en el primero y pasen por el segundo.

6.3 Determinación de la resistencia a la abrasión

6.3.1 Principio

La resistencia a la abrasión es la propiedad que le permite a un fertilizante sólido granulado conservar su apariencia física original al ser frotado con otro objeto, superficie o entre las mismas partículas.

Esta medición consiste entonces en determinar el porcentaje de material que se desprende en forma de polvo al someter el producto granulado a la acción de fricción por contacto con él mismo y con un material de mayor dureza.

6.3.2 Equipos

- Conjunto de tamices de acuerdo a la NTC 32; la NTC 5527-2021 recomienda emplear mínimo los siguientes tamices:
 - 4.760 mm
 - 2.000 mm
 - 0.841 mm
 - 0.177 mm
 - 0.149 mm
- Agitador mecánico.
- 50 esferas de acero 7.9 mm de diámetro con peso total de 100 g ± 1.0 g.
- Balanza con precisión 5 g para pesar el polvo del plato del fondo.

6.3.3 Procedimiento

Medición de granulometría

1. Determine la granulometría del material de acuerdo al procedimiento interno.
2. Conserve la muestra en los tamices.

	ENSAYOS FISICOQUÍMICOS DE LABORATORIO SISTEMA DE GESTIÓN INTEGRAL		SC
	CODIGO: DC-SI34	VERSIÓN: 1	SS

Preparación de la muestra

Este procedimiento está diseñado para asegurar que la distribución de tamaño de partícula seleccionada para que la prueba sea representativa de la muestra total.

3. Seleccione el tamiz de acuerdo con el mayor porcentaje de muestra obtenido, en indicarlo como F1.
4. De los dos tamices adyacentes al F1, seleccione el que tenga mayor porcentaje de muestra e indíquelo como F2; separe el tamiz.
5. Repita el procedimiento seleccionando el tamiz adyacente con mayor porcentaje de muestra retenida, hasta haber separado al menos el 85% de la muestra. Junte el producto de todos los tamices y mezcle.
6. Obtenga una fracción de aproximadamente 50 g como submuestra.

Determinación de la resistencia a la abrasión

7. Pese 50 g de submuestra.
8. Seleccione el tamiz de las fracciones con la malla más pequeña, que retendrá toda la muestra. Péselo limpio y seco.
9. Transfiera la muestra con los balines al tamiz. Coloque la tapa y el fondo.
10. Agite durante el tiempo indicado para la granulometría. Una vez finalizado, desinstale las unidades.
11. Pese el tamiz con la muestra y el plato con la muestra.

6.3.4 Cálculos

$$Pd = 100 \times mp / G$$

6.4 Determinación de la dureza

6.4.1 Principio

La dureza es la resistencia de los gránulos a deformarse o fracturarse al ser sometidos a presión. La dureza es útil para estimar las propiedades de manejo y almacenamiento del material.

- Durómetro
- Soporte

6.4.2 Procedimiento

1. Tomar 15 gránulos correspondientes a la fracción F1.
2. Ubicar cada gránulo en el Soporte.
3. Aplicar la fuerza con el durómetro en posición vertical, de manera firme y delicada con el fin de evitar alterar la prueba.

Aprobó: GLORIA OREJUELA (Gerente General)

Este documento es propiedad de CALFERQUIM S.A.S. Prohibida su reproducción por cualquier medio, sin previa autorización de la Gerencia.

	ENSAYOS FISICOQUÍMICOS DE LABORATORIO SISTEMA DE GESTIÓN INTEGRAL		SC
	CODIGO: DC-SI34	VERSIÓN: 1	SS

4. Para conformidad del producto deberá ser mayor o igual a 1,5 kg/f.

6.5 Determinación del pH

6.5.1 Principio

El pH mide la acidez o alcalinidad de un medio, que se relaciona con la estabilidad de la formulación, su compatibilidad, así como disponibilidad del nutriente. El pH es el logaritmo negativo de la actividad de los iones H^+ en la solución. Este valor expresa la acidez activa. El pH se determina a través de a diferencia de potencial entre un electrodo selectivo al ion hidronio y uno de referencia.

6.5.2 Equipos

- Balanza, precisión 1 g.
- Potenciómetro con corrección de pendiente y temperatura.
- Termómetro (incluido en el pHmetro).

6.5.3 Reactivos

- Soluciones reguladoras de pH 4, 7 y 10.
- Solución de KCl 3M.
- Agua desmineralizada.

6.5.4 Procedimiento

Verificación del potenciómetro

1. Utilice las soluciones reguladoras para verificar el potenciómetro. Si las lecturas corresponden, proceda a realizar la lectura de la muestra. De lo contrario, revise el estado del potenciómetro y/o de las soluciones reguladoras.

Preparación de la muestra

Productos sólidos de aplicación foliar o fertirriego

2a Pese 10 g de producto, agregar 90 mL de agua desmineralizada y agite hasta disolución de la muestra.

Productos sólidos de aplicación edáfica

2b Pese mínimo 50 g de muestra preparada de acuerdo con la NTC 4175. Adicione agua desmineralizada en porciones, agitando hasta alcanzar equilibrio entre las dos fases.

Productos líquidos

2c Mida 10 mL de producto, agregue 90 mL de agua desmineralizada y agite hasta homogeneidad. La medición se puede hacer directamente sobre la muestra.

Lectura del pH de la muestra

3. Lave el electrodo con agua desmineralizada.

4. Sumerja el electrodo y espere hasta que se estabilice la lectura.

	ENSAYOS FÍSICOQUÍMICOS DE LABORATORIO SISTEMA DE GESTIÓN INTEGRAL		SC
	CODIGO: DC-SI34	VERSIÓN: 1	SS

Expresión de resultados e informe

5. Reporte el valor de pH con aproximación a 0.01 unidades de pH. Indique la temperatura de la muestra y el método de preparación aplicado.

6.6 Determinación de la conductividad eléctrica

6.6.1 Principio

La conductividad es una medida de la propiedad que poseen las soluciones acuosas para conducir la corriente eléctrica. Esta propiedad depende de la presencia de iones, su concentración, movilidad, valencia y de la temperatura de la medición. Las soluciones de la mayor parte de los compuestos inorgánicos son buenas conductoras. Las moléculas orgánicas al no disociarse en el agua, conducen la corriente en muy baja escala. Para la determinación de la conductividad la medida física hecha en el laboratorio es la resistencia, en ohmios o mega ohmios. La conductividad es el inverso de la resistencia específica, y se expresa en micro ohmio por centímetro ($\mu \Omega/\text{cm}$), equivalentes a micro siemens por centímetro ($\mu\text{S}/\text{cm}$) o mili siemens por centímetro (mS/cm) en el Sistema Internacional de Unidades.

6.6.2 Equipos

- Balanza, precisión 1 g.
- Conductímetro con corrección de pendiente y temperatura.
- Termómetro (incluido en el conductímetro).

6.6.3 Reactivos

- Solución estándar de conductividad, KCl 0.01M conductividad 1413 mS/cm .
- Agua desionizada.

6.6.4 Procedimiento

Verificación del conductímetro

6. Verifique el instrumento con el estándar de conductividad. Verifique pendiente y coeficiente de correlación.

Lectura de la conductividad de la muestra

7. Lave el electrodo con agua desionizada.
8. Transfiera 1 g +/- 0.01 g de la muestra y 99 g de agua y disuelva la muestra.
9. Sumerja el electrodo y espere hasta que se estabilice la lectura.

Expresión de resultados e informe

10. Reporte el valor de pH con aproximación a 0.01 dS/m . Indique la dilución aplicada a la muestra y la temperatura.

	ENSAYOS FISICOQUÍMICOS DE LABORATORIO SISTEMA DE GESTIÓN INTEGRAL		SC
	CODIGO: DC-SI34	VERSIÓN: 1	SS

7 REGISTRO DE LOS RESULTADOS DE LOS ENSAYOS

Para materias primas, los resultados deben consignarse en el formato RC-SI42 o RC-SI45 si se trata de materia prima en polvo, o materia prima granulada respectivamente; para los productos terminados, se registran en el RC-SI02 para producto granulado.

8 INFORMES DE RESULTADOS

Los resultados de los ensayos se consignan en el RC-SI16 de acuerdo al cliente.

9 DOCUMENTOS RELACIONADOS

- RC-SI16 V.0 - CERTIFICADO DE CONTROL INTERNO DE CALIDAD -
- RC-SI42 V. 0 - CONTROL DE CALIDAD EN MATERIAS PRIMAS LIQUIDAS Y POLVOS
- RC-SI45 V.1 - CONTROL DE CALIDAD MATERIAS PRIMAS GRANULADAS
- RC-SI02 V.1 - CONTROL DE CALIDAD EN GRANULADOS

10 CONTROL DE CAMBIOS

Versión	Detalle de la actualización	Fecha
0	Creación del documento	20 de abril de 2022
1	Primera corrección de ajustes frente a la NTC 5527-2021	01 de julio de 2024

Aprobó: GLORIA OREJUELA (Gerente General)

Este documento es propiedad de CALFERQUIM S.A.S. Prohibida su reproducción por cualquier medio, sin previa autorización de la Gerencia.