

Metodologia Oficial de Análise de Corretivos de Acidez

3ª edição



METODOLOGIA OFICIAL DE ANÁLISES DE CORRETIVOS DE ACIDEZ

Comentário à 3ª Edição

Os benefícios incontestáveis da calagem ou da correção da acidez necessitam da regular coleta e análise de solo.

A análise de solo resultará em um diagnóstico e a prescrição de sua correção por profissional agrônomo.

Assim, a análise do corretivo traduz todas as suas características permitindo ao agricultor a opção pelo corretivo que melhor atende as suas necessidades, seja questões de logística, custos, tempo de resposta, etc.

Neste sentido, o caminho a ser observado pelo agricultor inicia com a análise de solo e posteriormente a opção pelo corretivo. Portanto, as análises dos corretivos agrícolas devem ser realizadas por laboratórios credenciados e reconhecidos para que a descrição da oferta do corretivo seja exata e atinja os objetivos do agricultor.

Institucionalmente temos a responsabilidade com nossa agricultura, celeiro da produção de alimentos e geração de emprego, riqueza e divisas para o Brasil e, por esta razão os insumos agrícolas devem retratar e atender as expectativas dos produtores agrícolas.

Portanto, se faz necessário lançar a 3ª. Edição do Boletim sobre a Metodologia Oficial de Análise de Corretivos de Acidez, com base na atual Instrução Normativa do Ministério de Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) , a IN SDA nº03, de 26/01/2015. Essa edição estará disponível ao público em geral no sítio da ABRACAL podendo ser acessada facilmente. Com essa e outras ações institucionais que são regularmente realizadas, entendemos que estaremos contribuindo para o desenvolvimento de nossa agricultura, a melhoria da produção de alimentos e na rentabilidade de nossos produtores agrícolas.

Porto Alegre, setembro de 2016

Oscar Alberto Raabe
Presidente ABRACAL

I - AS ALTERAÇÕES PROMOVIDAS PELA ATUAL LEGISLAÇÃO	01
II - A METODOLOGIA OFICIAL ATUAL (IN-SDA n°03, de 26/01/2015)	
A. PREPARO DA AMOSTRA PARA ANÁLISE	07
B. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA	08
C. ANÁLISES QUÍMICAS - MÉTODOS	
1. PODER DE NEUTRALIZAÇÃO (PN)	11
2. ÓXIDO DE CÁLCIO (CaO) E ÓXIDO DE MAGNÉSIO (MgO) – método complexométrico do EDTA	16
3. ÓXIDO DE MAGNÉSIO (MgO) – método por espectrometria de absorção atômica	20
4. OUTROS MÉTODOS	23
5. DETERMINAÇÃO DE CONTAMINANTES INORGÂNICOS: CÁDMIO (Cd) e CHUMBO (Pb)	34
D. CÁLCULO DO PODER RELATIVO DE NEUTRALIZAÇÃO TOTAL	38
ANEXO A - AMOSTRAGEM OU COLETA DE AMOSTRA	40
ANEXO B - Instrução Normativa (SDA) n°3, de 26 de janeiro de 2015	47
ANEXO C - Instrução Normativa n°35, de 04 de julho de 2006	48
ANEXO D - Instrução Normativa (SDA) n°27 de 05 de junho de 2006 (alterado pela IN SDA n°07 de 12/04/2016)	62
ANEXO E - Instrução Normativa n°53 de 24/10/13 (alterado pela IN n°06 de 10/03/2016)	69
BIBLIOGRAFIA CONSULTADA	124

A legislação brasileira sobre Fertilizantes e Corretivos, a partir de 2004 foi e continua sendo atualizada. Profundas alterações foram feitas na legislação anterior e a legislação em vigor vem sofrendo atualizações e adequações constantes. Em relação aos CORRETIVOS DE ACIDEZ, a atual legislação é regida pelo Decreto nº 4.954, de 14/01/2004, do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), pelas Instruções Normativas (IN) nº53 de 24/10/13 (alterado pela IN nº06 de 10/03/16); pela IN nº35, de 04/07/2006 ; pela IN SDA nº27 de 05/06/06 (alterado pela IN SDA nº07 de 12/04/16) e pelos Métodos Oficiais de Análise pela Instrução Normativa (IN) da Secretaria de Defesa Agropecuária (SDA) nº03, de 26/01/2015.

Sendo que a IN 35, atualmente em vigor, que estabelece os parâmetros para corretivos de acidez, dentre outros, também deverá em breve sofrer nova atualização.

Esta 3ª edição do boletim é uma atualização da edição anterior, mantendo-se a mesma estrutura didática elaborada e concebida pelo Prof. Alcarde, a partir das alterações ocorridas na legislação, com a revogação da IN SDA nº28, de 27/07/2007 que serviu de base para o Boletim nº2

Este boletim tem por objetivo apontar e esclarecer as diversas alterações que foram feitas na Metodologia Oficial de Análise de Corretivo de Acidez, em virtude de muitos laboratórios, especialmente os de prestação de serviços, ainda continuarem utilizando a metodologia tradicional da legislação passada, elaborada na década de 80, que vigorou por muitos anos e que foi alterada somente em 2007, pela legislação anterior.

Objetiva também informar a atual metodologia de análise de corretivos de acidez e complementá-la, em detalhe, com requisitos indispensáveis para se obter um resultado de análise confiável.

Finalmente transcreve Instruções Normativas importantes que norteiam a produção e o comércio de corretivos no Brasil

José Carlos Alcarde – autor (*in memorian*)

Jairo Hanasiro – atualização e revisão técnica da 3ª edição

METODOLOGIA OFICIAL DE ANÁLISE DE CORRETIVOS DE ACIDEZ

I. AS ALTERAÇÕES PROMOVIDAS PELA ATUAL LEGISLAÇÃO

- CONTROLE DE QUALIDADE – IN nº53 de 24/10/13, alterado pela IN nº06 de 10/03/16

A descrição do controle de qualidade deve contemplar, entre outros, o plano de amostragem para análise de matérias-primas e produtos acabados que deve ser elaborado considerando as diretrizes estabelecidas nas normas NBR 5426 e NBR 5427, ou equivalente aprovado pelo MAPA.

- REGISTRO DE PRODUTOS E AUTORIZAÇÃO PARA MATERIAIS SECUNDÁRIOS– IN nº53 de 24/10/13, alterado pela IN nº06 de 10/03/16

Quando os métodos analíticos oficiais não se adequarem à análise de produtos novos, o interessado deverá apresentar a descrição detalhada do método alternativo indicado, para fins de reconhecimento pelo MAPA.

- PRESTAÇÃO DE SERVIÇO DE ANÁLISE LABORATORIAL – IN nº53 de 24/10/13, alterado pela IN nº06 de 10/03/16

O laboratório pertencente a um estabelecimento registrado no MAPA é considerado um prestador de serviço de análises laboratoriais, ficando obrigado a se cadastrar como tal e dispensado de celebrar contrato de prestação de serviço para outros estabelecimentos filiais da mesma empresa, registrados no MAPA.

Os contratos de prestação de serviços laboratoriais devem conter cláusula estabelecendo o prazo para a realização das análises contratadas, compatível com os procedimentos descritos no controle de qualidade do estabelecimento, possibilitando eventuais ações imediatas corretivas e preventivas necessárias na produção.

Os laboratórios cadastrados no MAPA como prestadores de serviços de análise laboratoriais, devem enviar ao MAPA mensalmente um relatório contendo as informações dos estabelecimentos contratantes, o número de amostras recebidas para análises, número de determinações realizadas por análise e número de laudos enviados ao contratante, informações estas que devem ser mantidas por 5 anos à disposição da fiscalização, assim como os laudos analíticos.

- AMOSTRAGEM- IN53 de 24/10/13, alterado pela IN nº06 de 10/03/16

Os critérios para amostragem mantiveram as mesmas premissas alteradas na legislação anterior pela antiga IN nº10 de 06/05/06, Anexo A, sendo que apresenta para a fiscalização como alternativa de amostragem de produtos estocados a granel, a adoção da metodologia utilizada pela empresa fiscalizada para o controle de qualidade de seus produtos.

- PREPARO DA AMOSTRA – IN-SDA nº03, de 26/01/2015

A amostra agora é quarteada e seca separadamente para as análises química e granulométrica, sendo que para a análise química há ainda a redução da amostra por quarteação antes da secagem. As amostras coletadas com massa menor que 100 gramas devem ter a análise cancelada e nas amostras com massa entre 100 e 200 gramas deve-se executar apenas a análise química, para a qual será utilizada uma fração, reduzida por quarteação, de aproximadamente 60 g.

- ANÁLISE GRANULOMÉTRICA - IN-SDA nº03, de 26/01/2015

Mantém a alteração da IN-SDA nº28, de 27/07/2007, com a pesagem de cada fração na própria peneira, previamente tarada, para evitar erros devido aos grânulos presos nas malhas. O tempo de agitação foi alterado para 10 minutos. A intensidade de vibração do agitador mecânico de peneiras deve ser máxima.

A análise granulométrica por via úmida passa utilizar nos cálculos o valor da massa em base seca, descontando o teor da umidade determinada na amostra. E para a realização da análise por via úmida, em corretivos cujas características impossibilitem o procedimento usual, agora esta condição deverá ser informada pelo produtor e verificada.

- ANÁLISE QUÍMICA - IN-SDA nº03, de 26/01/2015

Mantém as principais alterações da IN-SDA nº28, de 27/07/2007, com a realização da análise química em amostra seca e moída (passante na peneira de malha 0,3mm – ABNT nº50) e a adoção de um único extrato-amostra para as determinações do Poder de Neutralização (PN), do Óxido de Cálcio (CaO) e do Óxido de Magnésio (MgO).

Volta a recomendar o método permanganométrico para a determinação do Óxido de Cálcio e o método gravimétrico do pirofosfato para a determinação do Óxido de Magnésio como métodos alternativos oficiais.

***Óxido de Cálcio (CaO)**

O CaO é determinado no extrato-amostra do PN, e os métodos recomendados são o complexométrico do EDTA, para corretivos com teores de Óxido de Cálcio acima de 7% ($\text{CaO} \geq 7\%$) e Óxido de Magnésio acima de 8% ($\text{MgO} \geq 8\%$), e também o método do absorção atômica.

O método permanganométrico (método volumétrico do permanganato de potássio) volta a ser recomendado para corretivos de acidez cuja composição apresente mais impurezas, presença de outros metais e até mesmo fosfato.

Comentário: deve-se evitar utilizar o método do absorção atômica porque para altos teores, como é o caso do CaO em calcários, há grande possibilidade de erro em função da alta diluição necessária.

***Óxido de Magnésio (MgO)**

O MgO também é determinado no extrato-amostra do PN e os métodos recomendados são o complexométrico do EDTA (para corretivos com teores de Óxido de Cálcio acima de 7% e Óxido de Magnésio acima de 8%) e o método por Espectrometria de absorção atômica para os corretivos com teores de Óxido de Magnésio abaixo de 8%.

O método gravimétrico do pirofosfato para a determinação do óxido de magnésio também volta a ser recomendado para corretivos de acidez cuja composição apresente mais impurezas, presença de outros metais e até mesmo fosfato.

***Poder Relativo de Neutralização Total (PRNT)**

Não houve alteração também nesta nova edição. Reforçando ainda que no cálculo do PRNT deve-se utilizar o resultado do PN determinado (% ECaCO_3) e não o Equivalente em CaCO_3 calculado a partir dos teores de CaO e MgO.

***Contaminantes Inorgânicos**

Nesta nova edição da Metodologia Oficial, o MAPA incluiu a metodologia para a determinação dos contaminantes Cádmio (Cd) e Chumbo (Pb).

- BOAS PRÁTICAS ANALÍTICAS - IN-SDA nº03, de 26/01/2015

Alguns cuidados operacionais e recomendações de trabalho não são sistematicamente repetidos no texto dos métodos analíticos por estarem compreendidos nas Boas Práticas Analíticas indispensáveis que devem sempre ser atendidas, como os pontos listados a seguir:

***Uso de material de proteção individual:** Equipamentos de proteção individual (Luvas, jalecos, sapatos fechados e óculos de segurança) devem ser empregados durante a realização de todas as atividades de laboratório. Manipular ácidos concentrados e produtos voláteis de qualquer natureza somente em capela. Atenção permanente e cuidado com a operação que se está desenvolvendo.

***Qualidade da água a utilizar:** A qualidade mínima da água a ser empregada é de água desmineralizada ou destilada. Assim, toda referência simples a “água” nas descrições dos métodos pressupõe esta pureza mínima. Nas operações de dissolução, diluição, enxague ou lavagens mencionados nos métodos de análise, sem especificação da natureza dos solventes ou diluentes, está implícita a utilização de ÁGUA.

***Material empregado nos métodos analíticos:** A descrição dos itens incluídos nos métodos analíticos limita-se a aparelhos e utensílios especiais ou àqueles que requerem exigências específicas e a sua capacidade. O Laboratório deve se assegurar do grau de precisão do material graduado, tomando como referência as normas metrológicas apropriadas.

***Limpeza do material:** O material deve estar bastante limpo, podendo requerer uma limpeza especial nos casos descritos, principalmente em determinações sobre teores muito baixos do elemento a analisar.

***Qualidade dos reagentes:** Todos os reagentes devem ser de pureza analítica (p.a.), ou pureza maior quando ressaltados.

***Calibração e manutenção de equipamentos e vidraria:** Prazos e políticas próprias podem ser definidos pelo próprio Laboratório, de acordo com o seu sistema de controle de qualidade e na Norma adotada.

***Medidas de massa, volume, tempo e temperatura:** Podem ser solicitadas medidas que não necessitem ter, rigorosamente, o valor expresso, exceto quando especificado no método, como no caso de padronização, preparação de soluções de referência e outros. Na ausência de uma referência clara a uma pesagem exata ou ao uso de vidraria volumétrica específica, não é necessário usar equipamento de maior precisão do que a solicitada e vidraria de volumes próximo pode ser utilizada conforme a disponibilidade e conveniência do Laboratório. Desta forma, também é permitido flexibilizar as massas pesadas das amostras, de acordo com o teor especificado ou esperado, desde que registrado o valor exato para o uso nos cálculos finais.

***Procedimentos de extração:** Em algumas análises, a extração é empírica e poderá não ser quantitativa, dependendo do produto e seus diversos componentes. Cabe ao fabricante providenciar para que o teor declarado corresponda de fato à quantidade extraída nas condições previstas no método. Assim, em algumas situações, o chamado teor “total” corresponde, na verdade, ao teor extraído nas condições energéticas descritas pelo método.

***Uso de materiais de referência e amostras de controle. Participação em programas de Ensaios de Proficiência:** O emprego de compostos químicos padrões, estáveis e de composição bem definida, de amostras-controle (amostras com teores conhecidos, mas obtidas sem processos formais de certificação) e de materiais de referência certificados (MRC) deve ser uma prática rotineira do Laboratório, para verificar o funcionamento dos equipamentos e a execução correta das técnicas analíticas. As amostras de controle podem ser preparadas no próprio Laboratório, a partir de amostras homogêneas, analisadas repetidas vezes para obter uma estimativa razoável dos valores verdadeiros e dos intervalos de confiança para os resultados dos elementos ou índices desejados. Seu uso, bem como o de materiais de referência certificados, possibilita a avaliação da conformidade das atividades de rotina e a consequente garantia da qualidade dos resultados obtidos. A participação em Programas de Ensaios de Proficiência será igualmente uma atividade fundamental para a garantia da qualidade dos trabalhos executados, buscando, na medida do possível, monitorar as diferentes situações de procedimentos aplicados a diferentes matrizes.

*** Preparo de curvas de calibração:** As curvas de calibração recomendadas são sugestões, podendo sofrer alterações conforme a características de cada equipamento empregado. Podem-se tomar soluções-padrões de concentrações diferentes, desde que obedecidas as faixas lineares de trabalho, bem como variar o número de pontos na curva, desde que se empregue o mínimo de três pontos mais o “zero” (quando este faz parte da curva de calibração; caso não faça parte, devem ser usados no mínimo quatro padrões para a construção da curva), e desde que o princípio do método analítico empregado não seja alterado. Observar com cautela as alterações feitas de modo a manter o padrão no ambiente químico relativo ao método empregado e que o pH e a viscosidade da solução não interfiram nas determinações em métodos espectrofotométricos ou instrumentais.

***Uso de soluções padrão multielementares:** O uso de padrões multielementares, especialmente para as determinações por espectrometria de absorção atômica, é permitido, devendo ser ressalvados os casos de interferências.

***Tratamento de resíduos de laboratório:** Embora não se faça referência à separação e destinação dos resíduos gerados, nenhum resíduo do laboratório químico deve ser descartado no esgoto normal ou no ambiente sem prévia avaliação e definição da forma de disposição e tratamento adequados.

***Capacitação técnica:** O principal agente do trabalho analítico é o técnico responsável pela sua execução. É fundamental a sua capacitação, habilidade e atitude profissional, que devem ser priorizadas e valorizadas na medida de sua relevância.

METODOLOGIA OFICIAL ATUAL (IN-SDA nº03, de 26/01/2015)

MANUAL DE MÉTODOS ANALÍTICOS OFICIAIS PARA FERTILIZANTES E CORRETIVOS - 2014

Capítulo V – ANÁLISE DOS CORRETIVOS DE ACIDEZ

A – PREPARO DA AMOSTRA PARA ANÁLISE

Homogeneizar a amostra e dividi-la, por quarteação, em duas frações: uma destinada à análise granulométrica e a outra às análises químicas.

A parte da amostra que será destinada à análise granulométrica deverá ser previamente secada em estufa à temperatura de $105 \pm 5^\circ\text{C}$, até peso constante.

Observação: *Para amostras com teor de umidade tal que justifique a execução da análise granulométrica por via úmida, como descrito à frente no ítem B.2.2, a parte da amostra reservada à análise granulométrica não deverá ser secada.*

A fração destinada às análises químicas deverá ser reduzida por quarteação cuidadosa a aproximadamente 60 gramas. Pesar e registrar a massa da amostra “in natura” (P_1). Transferir para vidro de relógio ou cápsula de porcelana previamente tarados e levar à secagem em estufa a $105 \pm 5^\circ\text{C}$ até peso constante.

Retirar, deixar esfriar em dessecador e, após esfriar, pesar o conjunto e determinar a massa da amostra secada (P_2).

Estes dados serão utilizados no cálculo da umidade (**U**), sendo:

$$U = \frac{100(P_1 - P_2)}{P_1}$$

,onde

P1: massa da amostra “in natura”, em gramas.

P2: massa da amostra, após secagem, em gramas.

Esta massa da amostra secada deverá ser totalmente moída e passada em peneira com abertura de malha de 300 µm (Nota do Autor: malha de 0,3mm – ABNT n°50) e destinada às análises químicas do Poder de Neutralização (PN), Óxido de Cálcio (CaO) e Óxido de Magnésio (MgO).

Amostras coletadas com massa menor que 100 gramas deverão ter sua análise cancelada. Para aquelas com massa entre 100 e 200 gramas, executar apenas as análises químicas.

B – ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

1. Equipamentos

- a) Peneiras com aberturas de malha de 2 mm (Nota do Autor: ABNT n° 10), 840 µm e de 300 µm (Nota do Autor: malhas de 0,84mm – ABNT n°20 e 0,3mm – ABNT n°50, respectivamente), mais o recipiente de fundo, limpas, secas e pesadas com aproximação de 0,01 g.
- b) Agitador mecânico de peneiras.

2. Procedimento

2.1. Análise granulométrica via seca: procedimento usual para os corretivos.

- a) Pesar a fração da amostra reservada para a análise granulométrica, com precisão de 0,01 g.
- b) Transferir sobre as peneiras encaixadas uma sobre a outra, em ordem crescente de abertura das malhas, ficando a de maior abertura de malha acima e o recipiente de fundo abaixo da última peneira.
- c) Agitar durante 10 minutos, no agitador mecânico (Nota do Autor: na intensidade máxima). Pesar cada peneira mais os retidos com aproximação de 0,01 g e calcular as frações retidas em cada uma.
- d) Calcular a porcentagem de massa passante em cada peneira, de acordo com as expressões:

$$P_1 = 100 - \left(\frac{100 R_1}{G} \right)$$

$$P_2 = 100 - \left[\frac{100 (R_1 + R_2)}{G} \right]$$

$$P_3 = 100 - \left[\frac{100 (R_1 + R_2 + R_3)}{G} \right] \quad \text{ou} \quad P_3 = \frac{100 R_4}{G} \quad , \text{onde:}$$

P1: porcentagem em massa passante na peneira com abertura de 2,00 mm . (Nota do Autor: ABNT n° 10)

P2: porcentagem em massa passante na peneira com abertura de 840 µm (Nota do Autor: 0,84mm – ABNT n°20).

P3: porcentagem em massa passante na peneira com abertura de 300 µm (Nota do Autor: 0,3mm – ABNT n°50).

G = massa da amostra, em gramas..

R1 = massa do material retido na peneira de 2,00 mm, em gramas.

R2 = massa do material retido na peneira de 840 µm (Nota do Autor: 0,84mm – ABNT n°20), em gramas.

R3 = massa do material retido na peneira de 300 µm (Nota do Autor: 0,3mm – ABNT n°50), em gramas.

R4 = massa do material recolhido no recipiente de fundo, em gramas.

2.2. Análise granulométrica por via úmida

Aplicável aos corretivos que apresentem teor de umidade que impossibilite a realização da análise granulométrica pelo procedimento usual, descrito anteriormente. Esta condição deverá ser informada pelo produtor e verificada.

a) Pesar a fração da amostra reservada para tal, com precisão de 0,01 g.

b) Transferir para as peneiras, como no procedimento anterior.

c) Lavar com um fluxo moderado de água de torneira, até que a água que passa através das peneiras esteja límpida. Tomar cuidado para evitar perda da amostra por respingos.

d) Secar as peneiras com os retidos a $105 \pm 5^\circ\text{C}$, até peso constante. Esfriar, pesar cada peneira mais o retido com aproximação de 0,01g e calcular a fração retida nas peneiras.

e) Calcular a porcentagem de massa passante em cada peneira de acordo com as expressões anteriormente descritas, usando nas fórmulas de cálculo o valor referente à **massa seca (Gs)**, descontada a umidade, sendo:

$$G_s = G - \left(\frac{G U}{100} \right), \text{onde:}$$

U é a porcentagem de umidade da amostra e G a massa da amostra “**in natura**” tomada para a análise granulométrica, em gramas.

Justificativa: como a amostra “**in natura**” apresenta teor significativo de umidade, deve-se considerar nos cálculos a massa da amostra em base seca. Caso contrário, a massa de água relativa ao teor de umidade irá somar-se à fração passante pelas peneiras. Portanto, nas fórmulas de cálculo, a massa da amostra (**G**) deverá ser substituída por **Gs**.

NOTA: Os procedimentos de análise granulométrica se aplicam também aos corretivos de alcalinidade e sodicidade que se apresentem em pó, assim como o produto sulfato de cálcio, quando registrado como condicionador de solo.

Os corretivos de acidez, alcalinidade e sodicidade especificados como “ultrafino” ou “**filler**” deverão ser avaliados com relação ao percentual passante na peneira de 300 micrometros (0,30 mm) (Nota do Autor: ABNT n°50).

C – ANÁLISES QUÍMICAS - MÉTODOS

1. PODER DE NEUTRALIZAÇÃO (PN)

1.1. Princípio e aplicação

Fundamenta-se em colocar em contato uma massa conhecida do corretivo de acidez com uma quantidade conhecida e em excesso de solução de ácido clorídrico padronizada, fazendo com que o corretivo neutralize uma parte do ácido. O excesso de ácido será quantificado por alcalimetria, obtendo-se indiretamente quanto do ácido foi neutralizado pelo corretivo, por titulação com indicador ou com indicação potenciométrica. Aplicável aos corretivos de acidez do solo.

1.2. Equipamentos

- a) Potenciômetro com eletrodo para medida do pH e termocompensador.
- b) Agitador magnético.

1.3. Reagentes

- a) **Solução alcoólica de fenolftaleína a 1 % (m/v)**: pesar 1 g do indicador fenolftaleína p.a. e diluir a 100 mL com álcool etílico p.a..
- b) **Solução do indicador alaranjado de metila a 0,1 % (m/v)**: dissolver 0,1 g do indicador alaranjado de metila p.a. em água (Nota do Autor: água quente) e completar o volume a 100 mL.
- c) **Carbonato de sódio (Na₂CO₃), p.a.**, padrão primário, previamente secado por 2h a 280-290°C em forno elétrico e conservado em dessecador.
- d) **Solução de HCl 0,5 ± 0,01 molL⁻¹, padronizada**

Preparo: diluir 42 mL de HCl concentrado p.a. em água, transferir para balão volumétrico de 1 litro, completar o volume e homogeneizar.

Padronização:

- i) Pesar 0,5 g de Na_2CO_3 com precisão de 0,1 mg (Nota do Autor: 0,5000 g) e transferir para erlenmeyer de 250 – 300 mL. Adicionar 50 – 70 mL de água, agitar com cuidado até a completa dissolução do sal e adicionar 4 a 5 gotas da solução de alaranjado de metila.
- ii) Transferir a solução de HCl para uma bureta de 25 ou 50 mL e titular a solução do erlenmeyer até esta começar a apresentar variação de cor.
- iii) Ferver suavemente a solução do erlenmeyer por 2 minutos (para eliminação do CO_2), esfriar em água corrente até a temperatura ambiente e prosseguir a titulação até a solução apresentar a coloração levemente avermelhada, diferenciada da coloração de uma solução de referência preparada com 80 mL de água fervida e a mesma quantidade em gotas do indicador.
- iv) Anotar o volume gasto. Repetir mais duas vezes e calcular a média das concentrações obtidas.
- v) Calcular a concentração da solução ácida pela expressão:

$$M_{\text{HCl}} = \left(\frac{500 P}{5299,4 V} \right) \text{ , onde:}$$

V: volume da solução de HCl gasto na titulação, em mililitros.

P: porcentagem de pureza do reagente padrão (Na_2CO_3) utilizado.

Observações:

1. Soluções padrões de HCl também podem ser obtidas a partir de soluções padrões de qualidade referenciada, adquiridas prontas. De qualquer forma, devem ser padronizadas periodicamente.
2. A concentração final da solução de HCl poderá variar na faixa de $0,5 \pm 0,01 \text{ molL}^{-1}$. Se diferir deste valor, corrigir por concentração com ácido clorídrico (1+1) ou por diluição com água.

e) **Solução de NaOH 0,25 molL⁻¹, padronizada.**

Preparo: pesar 10 gramas do reagente (NaOH), p.a. e dissolver em água. Transferir para balão volumétrico de 1 litro, completar o volume e homogeneizar.

Padronização:

a) Tomar 10 mL da solução de HCl 0,5 molL⁻¹ padronizada e transferir para erlenmeyer de 250 mL.

b) Fazer um volume de aproximadamente 50 mL com água e acrescentar 3-5 gotas da solução alcoólica de fenolftaleína.

c) Titular com a solução de NaOH aproximadamente 0,25 molL⁻¹ até verificar-se a viragem de incolor para uma leve cor rosada do indicador.

d) Repetir mais duas vezes e fazer a média das concentrações obtidas.

A concentração M₂ deve ser calculada por:

$$M_{2_{NaOH}} = \left(\frac{10 M_1}{V} \right), \text{onde:}$$

M₁ = concentração exata da solução de HCl padronizada, em molL⁻¹.

V = volume gasto no procedimento de titulação, em mL.

1.4 - Procedimento

a) Pesar, com precisão de 0,1 mg, uma massa da amostra de 1 g, se calcário, ou 0,5 g, se calcário calcinado ou cal hidratada. Deve-se tomar a parte da amostra que foi secada, moída e passada em peneira de 0,30 mm. Esta massa da amostra será identificada nos cálculos como “G”.

- b) Transferir para erlenmeyer de 250 mL, adicionar exatamente 50 mL da solução de HCl 0,5 molL⁻¹ padronizada, cobrir com vidro de relógio e ferver suavemente por 5 minutos. Esfriar, transferir para balão de 100 mL e completar o volume com água. Homogeneizar bem e filtrar em papel de filtro de porosidade média para um recipiente seco. Cuidado: após filtrar, não lavar o retido no papel de filtro. Esta solução é o **extrato-amostra** e será utilizada, também, na determinação dos teores de cálcio (como CaO) e magnésio (como MgO).
- c) Pipetar 50 mL e transferir para erlenmeyer de 125 mL.
- d) Acrescentar 3-5 gotas da solução de fenolftaleína e titular o excesso do ácido com a solução padronizada de NaOH 0,25 molL⁻¹, até o aparecimento de uma leve cor rosada do indicador. Anotar o volume gasto (V_b).
- e) Calcular o poder de neutralização (PN) do corretivo, em porcentagem em massa de CaCO₃ equivalente, pela expressão:

$$PN = 10 \left[\frac{(25 M_1) - (V_b M_2)}{G} \right] \text{ , onde:}$$

M₁ = concentração da solução de HCl, em molL⁻¹.

V_b = volume (mL) da solução de NaOH gasto na titulação.

M₂ = concentração da solução de NaOH, em molL⁻¹.

G = massa inicial da amostra, em gramas.

1.5. Procedimento alternativo:

Para produtos escuros, para os quais há dificuldade de visualização do ponto final da titulação com o uso do indicador fenolftaleína, esta poderá ser efetuada tendo o ponto final de neutralização do excesso de HCl indicado potenciométricamente, ao se atingir o pH 7:

- a) Preparar o extrato-amostra da mesma forma descrita acima em **1.4.a** e **1.4.b**.
- b) Pipetar 50 mL e transferir para um béquer de 150 mL.
- c) Colocar o béquer sobre o agitador magnético, introduzir o eletrodo de pH na solução e posicionar a bureta contendo a solução padronizada de NaOH, para a titulação.
- d) Acionar o agitador magnético, promovendo uma agitação moderada com o magneto e titular cuidadosamente com a solução padronizada de NaOH até o pH atingir o valor 5.
- e) Continuar a titulação gota a gota até o pH atingir o valor 7 e assim permanecer por um minuto, mantendo-se a agitação. Anotar o volume gasto (V_b).
- f) Proceder ao cálculo do PN (poder de neutralização) da mesma forma descrita em **1.4.e**.

2. ÓXIDO DE CÁLCIO (CaO) E ÓXIDO DE MAGNÉSIO (MgO) – método complexométrico do EDTA

2.1. Princípio e aplicação

O método fundamenta-se na solubilização do cálcio e magnésio contidos no corretivo em meio ácido e sua determinação por volumetria com EDTA. Os resultados são apresentados como porcentagem em massa de seus óxidos. Aplicável a corretivos com teor de CaO \geq 7% e MgO \geq 8%. Não aplicável a produtos com alto teor de fosfato, ferro, manganês, zinco e outras impurezas (Mn e Zn \leq 0,25%).

2.2. Reagentes

a) **Solução de ácido clorídrico, HCl**, (1+1), com água.

b) **Solução de ácido nítrico, HNO₃**, (1+1), com água.

c) **Solução de hidróxido de potássio-cianeto de potássio**: dissolver 280 g de KOH e 2 g de KCN (**Cuidado: VENENO!**), em 1 litro de água. Usar reagentes p.a..

d) **Indicadores**: calceína ou calcon:

- **Calceína**: moer a mistura formada de 0,2 g de calceína, 0,12 g de timolftaleína e 20 g de nitrato de potássio (KNO₃). Passar em peneira de abertura de 0,50 mm (500 μ m). Homogeneizar bem. Viragem: verde para vinho (sem reflexos de verde). Usar reagentes p.a..

- **Calceína** – opção: juntar 0,1 g de calceína e 10 g de cloreto de sódio (NaCl), homogeneizar bem e moer, passando em peneira de abertura de 0,50 mm (500 μ m). A viragem é de verde para laranja (isento de reflexos verdes). Usar reagentes p.a..

- **Calcon** (ácido calconcarbônico) : transferir 0,100 g de calcon para um béquer de 100 mL, contendo 10 mL de trietanolamina e 10 mL de álcool metílico – reagentes p.a.. Homogeneizar, esperar dissolver, transferir para recipiente de plástico e conservar em geladeira (duração: 30-45 dias). Viragem: vermelho para azul.

e) **Solução padrão de CaCO₃ 0,020 molL⁻¹** : dissolver 2,0000 g de carbonato de cálcio, CaCO₃ padrão primário, previamente secado a 105° - 110°C, por 1 hora, em um volume mínimo de solução de HCl (1+1) e completar o volume a 1 litro, com água.

f) **EDTA** - sal dissódico di-hidratado do ácido etilenodiamino tetracético (C₁₀H₁₄N₂Na₂O₈. 2H₂O), p.a., previamente secado a 70-80°C, por 2 horas.

g) **Solução de EDTA 0,020 molL⁻¹** :

Preparo: dissolver 7,4450 g de EDTA em água, completar o volume a 1 litro e homogeneizar.

Padronização:

i. Transferir 20 mL da solução de CaCO₃ 0,020 molL⁻¹ para erlenmeyer de 250 mL.

ii. Adicionar 50 mL de água, 5 mL da solução KOH-KCN e uma porção (15±1 mg) do indicador calceína, ou 6 gotas da solução do indicador calcon, agitando após a adição de cada reagente.

iii. Titular imediatamente o cálcio com a solução de EDTA 0,020 molL⁻¹, agitando continuamente até a mudança permanente da cor do indicador: a calceína muda de verde fluorescente para rosa; o calcon muda de vinho para azul puro. Anotar o volume da solução de EDTA consumido. Repetir por mais duas vezes e fazer a média das concentrações encontradas. A concentração da solução de EDTA, em molL⁻¹, será dada por:

$$M = \frac{0,4}{V} \quad , \text{ onde } V \text{ é o volume da solução de EDTA gasto na titulação.}$$

h) **Solução tampão de pH 10:** dissolver 67,5 g de cloreto de amônio (NH₄Cl) em água, acrescentar 570 mL de hidróxido de amônio (NH₄OH) concentrado, 2 g de cianeto de potássio (KCN – cuidado, veneno!), 50 mL de trietanolamina e 0,616 g de sulfato de magnésio (MgSO₄.7H₂O) e 0,931 g de EDTA dissódico di-hidratado. Completar o volume a 1 litro e homogeneizar. Usar reagentes p.a.

i) **Solução de negro de eriocromo T a 0.5 % m/v:** dissolver 0,25 do indicador e 2 g de cloridrato de hidroxilamina em 50 mL de metanol. Estável por 20-25 dias; conservar em geladeira. Usar reagentes p.a..

j) **Solução de KCN a 2% em massa/volume:** dissolver 2 g de KCN p.a. em 100 mL de água.(Cuidado: veneno!)

k) **Solução de trietanolamina (1+1)** em água.

2.3. Extração

Utilizar o **extrato-amostra** preparado para a determinação do poder de neutralização (PN) obtido em **1.4.b**.

2.4. Determinação e cálculo do teor de óxido de cálcio (CaO)

a) Transferir 5 mL do extrato para erlenmeyer de 125 mL.

b) Adicionar 50 mL de água, 5 mL da solução KOH-KCN, duas gotas da solução de trietanolamina (1+1) e uma porção (15± 1) mg do indicador calceína, ou 6-8 gotas da solução do indicador calcon, agitando após a adição de cada reagente.

c) Titular imediatamente o cálcio com a solução de EDTA 0,020 molL⁻¹, agitando continuamente até a mudança permanente da cor do indicador: a calceína muda de verde fluorescente para rosa; o calcon muda de vinho para azul puro. Anotar o volume (V₁) da solução de EDTA consumido.

d) Desenvolver, em paralelo, uma prova em branco e anotar o volume consumido (V₂).

e) Calcular a porcentagem em massa de CaO, pela expressão:

$$CaO_{(\% \text{ m/m})} = \frac{112,16 M (V_1 - V_2)}{G} \quad , \text{onde:}$$

M = concentração da solução de EDTA, em molL⁻¹.

V₁ = volume (mL) da solução de EDTA padronizado gasto na titulação.

V₂ = volume (mL) da solução de EDTA padronizado gasto na titulação da prova em branco.

G = massa inicial da amostra, em gramas.

2.5. Determinação e cálculo do teor de óxido de magnésio (MgO)

a) Transferir 5 mL do extrato para erlenmeyer de 125 mL.

b) Adicionar 50 mL de água, 5 mL da solução tampão de pH 10, 2 mL da solução de KCN a 2%, duas gotas da solução de trietanolamina (1+1) e 6-8 gotas da solução de negro de eriocromo T, agitando após a adição de cada reagente.

c) Titular imediatamente o cálcio mais magnésio com a solução de EDTA 0,020 molL⁻¹ padronizada até a viragem do indicador, da cor vermelha vinho para azul puro e estável. Anotar o volume (V₃) da solução de EDTA consumido.

d) Desenvolver, em paralelo, uma prova em branco e anotar o volume (V₄) consumido.

e) Calcular a porcentagem em massa de MgO, mediante a expressão:

$$MgO_{(\% \text{ m/m})} = \frac{80,62 M [(V_3 - V_4) - (V_1 - V_2)]}{G}, \text{ onde:}$$

M = concentração da solução de EDTA, em molL⁻¹.

V₁ = volume (mL) da solução de EDTA padronizada gasto na titulação do cálcio.

V₂ = volume (mL) da solução de EDTA padronizada gasto na titulação da prova em branco do cálcio.

V₃ = volume (mL) da solução de EDTA padronizada gasto na titulação do cálcio mais magnésio.

V₄ = volume (mL) da solução de EDTA padronizada gasto na titulação da prova em branco do cálcio mais magnésio.

G = peso inicial da amostra, em gramas.

Observações:

- i. A relação estequiométrica EDTA-metal nas análises complexométricas é sempre 1:1, seja qual for o número de oxidação do metal.
- ii. Os complexos metal-indicador são relativamente estáveis e a viragem pode ser demorada. Sendo assim, as últimas gotas de EDTA devem ser adicionadas lentamente e deve-se cuidar para não ultrapassar o ponto de viragem.
- iii. Os indicadores complexométricos são muitas vezes sensíveis à ação do ar e a solução pode tornar-se mais clara durante a titulação. Devem ser adicionadas, então, pequenas quantidades do indicador. Acontece principalmente com o negro de eriocromo T e o calcon.
- iv. A viragem deve ser observada horizontalmente, através da solução e o recipiente contendo o analito deve ser colocado em uma posição favorável em relação à luz.
- v. As soluções contendo cianeto não podem ser descartadas sem tratamento. Sugestão: oxidação pelo hipoclorito de sódio após alcalinização. **Cuidado:** nunca adicionar estas soluções a meios ácidos

3. ÓXIDO DE MAGNÉSIO (MgO) – método por espectrometria de absorção atômica

3.1. Princípio e aplicação

O método se baseia na determinação do teor de magnésio a partir do extrato-amostra da determinação do poder de neutralização (PN), por espectrometria de absorção atômica. Os resultados são apresentados como porcentagem em massa de seu óxido (MgO). Aplicável de modo geral e mais indicado a produtos com teores de MgO da ordem de 8% em massa ou abaixo o que corresponde a **Mg ≤ 4,8 %**. Nos produtos em que os teores de óxido de magnésio forem mais elevados (calcários dolomíticos), serão necessárias cuidadosas diluições em duas etapas. Por outro lado, este método é menos susceptível a interferências de outros metais.

3.2. Equipamento

- Espectrômetro de absorção atômica, com lâmpada para a determinação de Magnésio.

3.3. Reagentes

a) Solução de lantânio, com 50 gL^{-1} : tomar 29,33 g de óxido de lantânio, La_2O_3 , p.a., em um béquer de 400 mL e adicionar vagarosamente 250 mL de HCl (1+1), para dissolver o óxido. Transferir para um balão de 500 mL e completar o volume com água.

Alternativa - Solução de cloreto de estrôncio ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$): dissolver 75 gramas de cloreto de estrôncio com uma solução de ácido clorídrico (1+23), aproximadamente $0,5 \text{ molL}^{-1}$, e avolumar para 500 mL com este ácido diluído. A solução de cloreto de estrôncio pode ser usada em substituição à solução de lantânio e deve ser acrescentada às soluções padrões de calibração e soluções de leitura das amostras na relação de 10% (v/v) em relação ao volume final.

b) Solução padrão estoque de magnésio com 500 mgL^{-1} :

Opções de preparo:

b.1 - Preparar a partir de uma solução padrão certificada de magnésio, adquirida pronta.

b.2 – Pesar 2,5354 g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ p.a. ($246,47 \text{ g mol}^{-1}$) e solubilizar com HCl (1+23), aproximadamente $0,5 \text{ molL}^{-1}$, em balão volumétrico de 500 mL. Considerar a pureza do reagente p.a. utilizado. O sulfato de magnésio heptahidratado contém 9,861% de Mg.

b.3 – Outros padrões primários podem ser utilizados, como magnésio metálico e óxido de magnésio calcinado, p.a..

c) Solução padrão intermediária de magnésio com 25 mgL^{-1} : tomar 10 mL da solução com 500 mgL^{-1} e diluir em balão volumétrico de 200 mL com ácido clorídrico (1+23). Homogeneizar.

d) Soluções padrões de leitura: transferir 0,5 – 1,0 – 1,5 e 2,0 mL da solução com 25 mgL^{-1} para balão volumétrico de 25 mL. Adicionar 2,5 mL da solução de lantânio a todos os balões e completar o volume com água. Estas soluções contêm $0,5 - 1,0 - 1,5$ e $2,0 \text{ mgL}^{-1}$ e devem ser recém preparadas. Preparar um “branco” com água e 2,5 mL da solução de lantânio também em balão volumétrico de 25 mL.

3.4. Determinação e cálculo

Utilizar o **extrato-amostra** preparado para a determinação do poder de neutralização (PN) ou prepará-lo conforme descrito em 1.4.

a) Tomar uma alíquota (A) do extrato que contenha no máximo 80 microgramas de óxido de magnésio e transferir para balão de 25 mL.

Observações:

i. Deve-se tomar uma alíquota de modo a situar a concentração esperada da solução final de leitura na faixa intermediária da curva de calibração.

ii. Pode ser necessário fazer uma diluição intermediária, com HCl (1+23), considerando-se, no cálculo final o fator de diluição "D". Por exemplo, para uma diluição de 5:100, o fator de diluição D = 20.

b) Adicionar 2,5 mL de óxido de lantânio a 50 gL⁻¹, completar o volume com água e homogeneizar.

c) Colocar o aparelho nas condições exigidas para a determinação do magnésio (lâmpada de Mg, comprimento de onda, fenda e chama adequadas, conforme manual do equipamento).

d) Calibrar o aparelho com o branco e os padrões. Aspirar água entre as leituras e aguardar a estabilização de cada leitura antes de registrar o resultado.

e) Proceder à leitura das soluções das amostras e da prova em branco, verificando a calibração a cada grupo de 8 a 12 leituras e determinar sua concentração em mgL⁻¹ através da curva de calibração, equação de regressão ou informação direta do equipamento.

f) Calcular a porcentagem em massa de MgO pela expressão:

$$MgO_{(\% \text{ m/m})} = \frac{04167 \text{ C D}}{A G}, \text{ onde:}$$

C = concentração de magnésio, em mgL^{-1} , na solução de leitura

D = fator de diluição.

A = alíquota (mL) tomada do extrato diluído ou diretamente do extrato do PN.

G = massa inicial da amostra, em gramas.

Nota: Alternativamente as leituras previstas para o equipamento de absorção atômica poderão ser feitas utilizando-se de um espectrômetro de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP/OES), respeitadas as condições de operação do equipamento e a adequação das concentrações das soluções de leitura (padrões e amostras) aos limites de detecção e quantificação específicos para o magnésio.

4. OUTROS MÉTODOS

Para corretivos de acidez que tenham uma composição com mais impurezas, presença de outros metais e mesmo fosfato podem ser empregados os métodos descritos a seguir, sendo dois deles de execução mais laboriosa: o método permanganométrico para a determinação do óxido de cálcio e o método gravimétrico do pirofosfato para a determinação do óxido de magnésio.

Já o método espectrométrico (absorção atômica) para a determinação do óxido de cálcio é mais adequado a produtos que venham a apresentar teores de óxido de cálcio abaixo de 7% em massa ($\text{Ca} \leq 5\%$), que não é o caso dos calcários. Aplicado a estes, irá exigir cuidadosa execução, especialmente nas operações de diluição. Pode-se, também, utilizar linhas de ressonância secundárias do cálcio, de modo a minimizar as diluições. Por outro lado, é um método menos susceptível a interferências.

4.1 ÓXIDO DE CÁLCIO (CaO): método volumétrico do permanganato de potássio

4.1.1. Princípio

O método baseia-se na precipitação do cálcio como oxalato de cálcio, solubilização deste com ácido sulfúrico, formando-se o ácido oxálico, que será titulado com uma solução padronizada de permanganato de potássio.

4.1.2. Reagentes

a) **Ácido clorídrico** (HCl), p.a.

b) **Hidróxido de amônio** (NH₄OH), p.a.

c) **Solução de bromofenol azul a 0,2 % (m/v)**: tomar 0,10 g de bromofenol azul em uma cápsula de porcelana, adicionar 3 mL de uma solução aquosa de NaOH a 0,2 % (m/v), aos poucos (porções de 0,2-0,3 mL), homogeneizando até dissolver o material sólido. Transferir para um balão volumétrico de 50 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Utilizar reagentes p.a..

d) **Solução de hidróxido de amônio** (1 + 4), com água.

e) **Solução de ácido clorídrico** (1 + 4), com água.

f) **Solução saturada de oxalato de amônio**: suspender 80 g de (NH₄)₂C₂O₄.H₂O em 50 mL de água, transferir para balão volumétrico de 1 litro, completar o volume e homogeneizar. Deixar em repouso por 12 – 18 horas. Utilizar reagente p.a..

g) **Soluções de ácido sulfúrico** – H₂SO₄ – (1 + 9) e (1 + 19), com água.

h) **Oxalato de sódio** – Na₂C₂O₄, padrão primário secado a 105 ± 5°C por 1 hora e conservado em dessecador.

i) **Solução de permanganato de potássio, KMnO₄ padronizada, com 0,02 molL⁻¹.**

Preparo: Dissolver 3,2 g de KMnO₄, p.a., em um litro de água destilada, ferver por uma hora, cobrir com vidro de relógio e deixar repousar durante 12 a 18 horas. Filtrar, com sucção, através de funil com placa filtrante de vidro sinterizado de porosidade média (16 a 40 µm) ou fina (10 a 16 µm), e transferir o filtrado para um recipiente de vidro escuro.

Padronização:

- i) Pesar 0,2 g de oxalato de sódio com precisão de 0,1 mg e transferir para erlenmeyer de 500 mL; acrescentar 250 mL da solução de H₂SO₄ (1 + 19) previamente fervida por 15 minutos e esfriada à temperatura ambiente.
- ii) Transferir a solução de KMnO₄ para uma bureta; adicionar 25 mL dessa solução para dentro do erlenmeyer durante 60-90 segundos, com agitação contínua. Deixar em repouso até a cor desaparecer (caso não desapareça, repetir adicionando menor volume de KMnO₄).
- iii) Aquecer a solução do erlenmeyer a 50-60 °C e prosseguir a titulação, até uma leve cor rósea persistir por 30 segundos, adicionando o permanganato, no final, gota a gota, esperando cada gota perder completamente a cor antes da adição da próxima.
- iv) Calcular a concentração (M) da solução de permanganato, em molL⁻¹, pela expressão:

$$M = \frac{2,9851 m}{V} \text{ , onde:}$$

m= massa de oxalato de sódio, em gramas.

V= volume da solução de KMnO₄ gasto na titulação, em mililitros.

Repetir por mais duas vezes e fazer a média dos valores de concentração obtidos.

4.1.3. Procedimento de análise

Utilizar o **extrato-amostra** preparado para a determinação do poder de neutralização (PN) ou prepará-lo conforme descrito em 1.4.

a) Transferir uma alíquota (A) do extrato que contenha de 15 a 80 mg de CaO provável para um béquer de 300- 400 mL, adicionar 70-80 mL de água destilada e homogeneizar.

b) Adicionar 4 gotas da solução de bromofenol azul e solução de amônia (1 + 4), aos poucos, até o indicador passar da cor amarela a verde (pH 3,5 a 4,0). Em seguida, adicionar mais 40-50 mL de água.

Observações:

i. Pode ser usado o indicador vermelho de metila em solução alcoólica a 0,2 % m/v (0,2 g do indicador em 100 mL de álcool etílico p.a.) e a mudança de cor deverá ser de vermelho para rosa (pH 3,5-4,0).

ii. O pH deve ser mantido na faixa de 3,5-4,0. Se a coloração mudar de verde para azul ou voltar a amarelo novamente, corrigir com HCl (1+4) ou NH₄OH (1+4), respectivamente.

c) Aquecer até quase atingir a ebulição e adicionar, aos poucos, 30 mL da solução saturada de oxalato de amônio a 85-90 °C, agitando continuamente. Verifica-se a precipitação do oxalato de cálcio.

Obs.: Nessa operação, manter o pH da solução indicada pela cor verde do indicador (ou cor rósea, se o indicador for vermelho de metila) através do emprego da solução de NH₄OH (1+4) ou de HCl (1 + 4).

d) Deixar em banho-maria durante 1 hora e esfriar, mantendo sempre o pH indicado.

e) Filtrar através do papel de filtro de porosidade média ou de cadinho com fundo de vidro sinterizado de porosidade média (16 a 40 µm), recebendo o filtrado em um erlenmeyer de 300 mL ou em um frasco de filtração a vácuo, de 300 mL.

f) Lavar o precipitado com 10 porções de água quente (70-80°C), de 10 mL cada uma.

g) Retirar o recipiente (erlenmeyer ou o frasco de filtração a vácuo) que recebeu o filtrado, conservando o seu conteúdo para uma possível determinação gravimétrica do magnésio, e substituir por outro similar.

h) Dissolver o oxalato de cálcio com 10 porções, de 10 mL cada, da solução de H₂SO₄ (1+ 9) a 70-80°C.

i) Titular a 70-80°C com a solução padronizada de permanganato de potássio 0,02 molL⁻¹.

j) Desenvolver, em paralelo, uma prova em branco.

k) Calcular o percentual em massa de CaO pela expressão:

$$\text{CaO } (\% \text{ m/m}) = \frac{14 M(V_1 - V_2)}{G} \text{ , onde:}$$

V₁= volume da solução de permanganato gasto na titulação da amostra, em mililitros.

V₂= volume da solução de permanganato gasto na titulação da prova em branco, em mililitros.

M= concentração da solução de KMnO₄, em molL⁻¹.

G= massa da amostra contida na alíquota (A) tomada no item “a”, em gramas.

Obs.: 1 mL de KMnO₄ 0,02 molL⁻¹ equivale a 2 mg de Ca e 2,8 mg de CaO.

4.2. ÓXIDO DE MAGNÉSIO (MgO): método gravimétrico do pirofosfato

4.2.1. Princípio e aplicação

O método baseia-se na precipitação do magnésio como fosfato duplo de amônio e magnésio hexahidratado – MgNH₄PO₄·6H₂O – seguindo-se a calcinação do precipitado a pirofosfato de magnésio – Mg₂P₂O₇ – forma sob a qual será pesado para a determinação gravimétrica. Aplica-se aos corretivos de acidez com **teor de MgO ≥ 8%**.

4.2.2. Equipamento

- Mufla

4.2.3. Reagentes

a) **Ácido clorídrico** (HCl), p.a.

b) **Solução de bromofenol azul a 0,2 % (m/v)**: tomar 0,10 g de bromofenol azul em uma cápsula de porcelana, adicionar 3 mL de uma solução aquosa de NaOH a 2% (m/v), aos poucos (porções de 0,2-0,3 mL), homogeneizando até dissolver o material sólido. Transferir para um balão volumétrico de 50 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Utilizar reagentes p.a..

c) **Hidróxido de amônio (NH₄OH)**, p.a.

d) **Soluções de NH₄OH** e água nas relações (1 + 1), (1 + 4) e (1+ 9).

e) **Solução saturada de oxalato de amônio**: suspender 80 g de (NH₄)₂C₂O₄.H₂O em 50 mL de água, transferir para balão volumétrico de 1 litro, completar o volume e homogeneizar. Deixar em repouso por 12 – 18 horas.

f) **Solução de ortofosfato diamônio a 20 % (m/v)**: dissolver 20,0 g de (NH₄)₂HPO₄ em 100 mL de água.

g) **Solução de ácido cítrico (C₆H₈O₇.H₂O)**, a 10% (m/v): dissolver 10 g de ácido cítrico mono-hidratado em 70-80 mL de água e completar o volume a 100 mL.

h) **Solução de bromotimol azul a 0,2 % (m/v)**: tomar 0,10 g de bromotimol azul em uma cápsula de porcelana, adicionar 3,2 mL de uma solução aquosa de NaOH a 2% (m/v) aos poucos (porções de 0,20-0,30 mL), homogeneizando até dissolver o material sólido. Transferir para um balão volumétrico de 50 mL, completar o volume com água destilada e homogeneizar.

4.2.4. Procedimento de análise

Utilizar o **extrato-amostra** preparado para a determinação do poder de neutralização (PN) ou prepará-lo conforme descrito em 1.4.

a) Transferir uma alíquota (A) do extrato que contenha de 30 a 160 mg de MgO provável para um béquer de 300- 400 mL, adicionar 70-80 mL de água destilada e homogeneizar.

b) Adicionar 4 gotas de solução bromofenol azul e solução de amônia (1 + 4), aos poucos, até o indicador passar da cor amarela a verde (pH 3,5 a 4,0). Em seguida, adicionar mais 40-50 mL de água destilada.

Observações:

i. Pode ser usado o indicador vermelho de metila em solução alcoólica a 0,2 % m/v (0,2 g do indicador em 100 mL de álcool etílico p.a.) e a mudança de cor deverá ser de vermelho para rosa (pH 3,5-4,0).

ii. O pH deve ser mantido na faixa de 3.5-4,0. Se a coloração mudar de verde para azul ou voltar a amarelo novamente, corrigir com HCl (1+4) ou NH₄OH (1+4), respectivamente.

c) Aquecer até quase atingir a ebulição e adicionar, aos poucos, 30 mL de solução saturada de oxalato de amônio a 85-90°C, agitando continuamente. Verifica-se a precipitação do oxalato de cálcio.

Observação: Nessa operação, manter o pH da solução indicada pela cor verde do indicador (ou cor rósea, se o indicador for vermelho de metila) através do emprego da solução de NH₄OH (1 + 4) ou de HCl (1 + 4).

d) Deixar em banho-maria durante 1 hora e esfriar, mantendo sempre o pH indicado.

e) Filtrar através do papel de filtro de porosidade média ou de cadinho com fundo de vidro sinterizado de porosidade média (16 a 40 µm), para um erlenmeyer de 300 mL ou um frasco de filtração a vácuo, de 300 mL.

f) Lavar o precipitado com 10 porções de água quente (70-80°C), de 10 mL cada uma.

Observação: Este procedimento até este ponto é o mesmo da determinação do Óxido de Cálcio com permanganato – Método 4.1 anterior – podendo ser executado apenas uma vez para as duas determinações.

g) Transferir para um béquero de 400 mL o filtrado obtido da separação do oxalato de cálcio.

h) Adicionar ao filtrado 10 mL da solução de ácido cítrico a 10%, 4 gotas da solução de bromotimol azul, solução de NH₄OH (1 + 1) até a viragem do indicador (a solução deverá ficar azul) e 10 mL da solução do ortofosfato diamônico a 20 % m/v.

i) Agitar vigorosamente a solução com o auxílio de um bastonete de vidro sem encostar ou atritar as paredes do copo até a formação de precipitado.

j) Adicionar 15 mL de NH_4OH , deixar em repouso por 2 horas, agitando 2 a 3 vezes na primeira hora (quando a quantidade de precipitado for muito pequena ou quando não se percebe a sua formação, deixar em repouso durante a noite).

k) Filtrar através de papel de filtro de filtração lenta, adaptado a um funil de haste longa, para um erlenmeyer de 500 mL ou copo de 600 mL.

l) Lavar o copo em que foi feita a precipitação, o papel de filtro e o precipitado com 10 porções, de 10 mL cada uma, de solução de NH_4OH (1 + 9).

m) Transferir o papel de filtro contendo o precipitado para um cadinho de porcelana, previamente tarado, colocar o cadinho na entrada da mufla a $850\text{-}900^\circ\text{C}$ e deixar até queimar o papel. Transferir o cadinho para o centro do forno e deixar a 900°C durante uma hora.

n) Retirar o cadinho da mufla, colocá-lo em dessecador, deixar esfriar e pesar.

o) Calcular o percentual em massa de MgO pela expressão:

$$\text{MgO}_{(\% \text{ m/m})} = \frac{36,21 P}{G}, \text{ onde:}$$

P= massa do precipitado ($\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$), em gramas.

G= massa da amostra, contido na alíquota (A) tomada no item “a”, em gramas.

4.3 ÓXIDO DE CÁLCIO (CaO): método por espectrometria de absorção atômica

4.3.1. Princípio e aplicação

O método se baseia na determinação do teor de cálcio a partir da extração em solução de HCl $0,5 \pm 0,01 \text{ molL}^{-1}$ semelhante à descrita na determinação do Poder de Neutralização (PN), por espectrometria de absorção atômica, expressando-se o resultado como óxido de cálcio (CaO). Aplicável de modo geral e mais indicado a produtos com o **teor de óxido de cálcio menor ou igual a 7 % em massa (Ca \leq 5 %)**.

Como os teores de óxido de cálcio nos corretivos de acidez são normalmente elevados, será necessário proceder às diluições de forma cuidadosa. Por outro lado, este método é menos susceptível a interferências de outros metais.

4.3.2. Equipamento

- Espectrômetro de absorção atômica, com lâmpada para a determinação de Ca.

4.3.3. Reagentes

a) **Solução de lantânio, com 50 gL^{-1}** : tomar 29,33 g de óxido de lantânio, La_2O_3 , p.a., em um béquer de 400 mL e adicionar vagarosamente 250 mL de HCl (1+1), para dissolver o óxido. Transferir para um balão de 500 mL e completar o volume com água.

Opção: Solução de cloreto de estrôncio ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$): dissolver 75 gramas de cloreto de estrôncio com uma solução de ácido clorídrico (1+23), aproximadamente $0,5 \text{ molL}^{-1}$, e avolumar para 500 mL com este ácido diluído. A solução de cloreto de estrôncio pode ser usada em substituição à solução de lantânio e deve ser acrescentada às soluções padrões de calibração e soluções de leitura das amostras na relação de 10% (v/v) em relação ao volume final.

b) **Solução padrão de cálcio (estoque), contendo 500 mgL^{-1}** : tomar 1,2486 g de CaCO_3 , padrão primário, secado a 105-110 °C, em um béquer de 250 mL, dissolver com 20 mL de solução aquosa de HCl (1+5) e transferir para balão volumétrico de 1 litro. Completar o volume com água e homogeneizar. Pode-se, também, fazer uso de soluções-padrões adquiridas prontas, de qualidade referenciada.

c) **Solução padrão intermediária contendo 25 mgL^{-1}** : transferir 25 mL da solução de 500 mg L^{-1} para um balão volumétrico de 500 mL e completar o volume com HCl (1+23).

d) **Soluções padrões de leitura contendo 5 - 10 - 15 e 20 mg L⁻¹ de Ca:** transferir para balões de 25 mL: 5 - 10 - 15 e 20 mL da solução com 25 mgL⁻¹. Adicionar 2,5 mL da solução de lantânio ou estrôncio a todos os balões e completar o volume com água. Preparar um “branco” com água e 2,5 mL da solução de lantânio ou estrôncio também em balão volumétrico de 25 mL. Estas soluções devem ser recém-preparadas.

4.3.4. Extração

a) Pesar, com precisão de 0,1 mg, uma massa da amostra de 0,5 g . Deve-se tomar a parte da amostra que foi secada, moída e passada em peneira de 0,30 mm. Esta massa da amostra será identificada nos cálculos como “G”.

b) Transferir para erlenmeyer de 125 mL, adicionar exatamente 25 mL da solução de HCl 0,5 molL⁻¹ padronizada, cobrir com vidro de relógio e ferver suavemente por 5 minutos. Esfriar, filtrar em papel de filtro de porosidade média para balão volumétrico de 250 mL e lavar o retido com porções de água, deixando cada porção percolar completamente pelo papel de filtro antes de acrescentar a próxima, até um volume de aproximadamente 200 mL. Acrescentar 10 ml de HCl concentrado, completar o volume com água e homogeneizar bem.

Observação: O extrato da amostra com uma relação massa da amostra x volume de 0,5 g para 250 mL propiciará menores diluições no procedimento por espectrometria de absorção atômica.

4.3.5. Determinação e cálculo

a) Tomar uma alíquota (A) da solução que contenha até 700 microgramas de óxido de cálcio e transferir para balão de 25 mL. Se necessário, fazer uma diluição intermediária e considerar o fator de diluição (D) no cálculo. Por exemplo, para uma diluição intermediária de 5 mL : 100 mL, com água, o fator D será igual a 20.

Observação: Deve-se tomar uma alíquota de modo a situar a concentração esperada da solução final de leitura na faixa intermediária da curva de calibração.

b) Adicionar 2,5 mL da solução de óxido de lantânio ou estrôncio e completar o volume com água.

c) Colocar o aparelho nas condições exigidas para a determinação do cálcio (lâmpada de Ca, comprimento de onda, fenda e chama adequadas, conforme manual do equipamento).

d) Calibrar o aparelho com o branco e os padrões. Aspirar água entre as leituras e aguardar a estabilização de cada leitura antes de registrar o resultado.

e) Proceder à leitura das soluções das amostras e da prova em branco, verificando a calibração a cada grupo de 8 a 12 leituras e determinar sua concentração em mgL^{-1} através da curva de calibração, equação de regressão ou informação direta do equipamento.

f) Calcular a porcentagem em massa de CaO pela expressão:

$$CaO_{(\% m/m)} = \frac{0,875 C D}{A G} \quad , \text{onde:}$$

C = concentração de cálcio em mgL^{-1} na solução de leitura.

A = alíquota tomada para a solução de leitura, em mililitros.

G = massa inicial da amostra, em gramas.

D = fator de diluição intermediária, se houver ocorrido.

Nota: Alternativamente as leituras previstas para o equipamento de absorção atômica poderão ser feitas utilizando-se de um espectrômetro de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP/OES), respeitadas as condições de operação do equipamento e a adequação das concentrações das soluções de leitura (padrões e amostras) aos limites de detecção e quantificação específicos para o cálcio.

5. DETERMINAÇÃO DE CONTAMINANTES INORGÂNICOS: CÁDMIO (Cd) e CHUMBO (Pb)

5.1. Princípio e aplicação

O método consiste na extração ácida dos metais contidos na amostra e sua determinação em espectrômetro de absorção atômica (EAA) ou, alternativamente, em espectrômetro de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES). Aplicável aos corretivos de acidez.

5.2. Equipamentos

- a) Espectrômetro de absorção atômica com chama.
- b) Lâmpadas para Cd e Pb do tipo catodo oco ou de descarga (EDL).
- c) Banho-maria, bloco, placa ou chapa aquecedora com controle de temperatura.

5.3. Reagentes

- a) **Ácido clorídrico**, HCl, concentrado, p.a.
- b) **Solução aquosa de HCl (1+23)**, aproximadamente $0,5 \text{ molL}^{-1}$.
- c) **Soluções padrões estoque com 1000 mgL^{-1} dos metais Cd e Pb**: podem ser utilizadas soluções certificadas adquiridas prontas ou serem preparadas a partir de padrões primários contendo os metais referidos.
- d) **Soluções de concentração intermediária (100 mgL^{-1}) dos metais**, preparadas por diluição da solução-estoque com solução de HCl (1+23).
- e) **Soluções padrões de leitura**, com concentrações de acordo com a faixa de leitura, para cada um dos elementos.

5.4. Extração

- a) Pesar de 1 a 2 g da amostra (massa "G") com precisão de 0,1 mg e transferir para um béquer de 150 mL, erlenmeyer de 125 mL ou tubo de digestão apropriado.

b) Acrescentar à amostra 5-10 mL de água, homogeneizar e adicionar, com cuidado, principalmente no início (devido à efervescência), 10 mL de HCl concentrado para cada grama de amostra tomada. Pesando-se mais de 1g, aumentar proporcionalmente o volume de HCl concentrado.

c) Cobrir com vidro de relógio, levar ao banho-maria, placa, chapa ou bloco de aquecimento com temperatura controlada e ferver até reduzir o volume a 2-3 mL (estado xaroposo). Esfriar, adicionar 20 mL de água e 5 mL de HCl concentrado. Ferver por 10 minutos e deixar esfriar ligeiramente para permitir o manuseio. Filtrar com papel de filtro de porosidade média (ou fina, se necessário) para balão volumétrico de 100 mL ou de um volume **Vb** mais adequado, de acordo com a concentração do contaminante na amostra, de modo a minimizar as operações de diluição.

d) Lavar o retido com água quente (80-90°C), deixar esfriar e completar o volume. Homogeneizar, obtendo-se o **extrato-amostra**.

e) Fazer as diluições necessárias para leitura, utilizando soluções aquosas de ácido clorídrico (1+23) para leitura em espectrômetro de absorção atômica.

5.5. Determinação e cálculo

5.5.1. Preparo das curvas de calibração:

a) Preparar os padrões de leitura, por diluições da solução intermediária de 100 mgL⁻¹.

b) As faixas de concentração e condições *sugeridas* são:

i. Para cádmio:

- Comprimento de onda: 228,8 nm.

- Faixa de concentração (padrões de leitura): 0 a 3 mgL⁻¹ .

- Branco: HCl (1+23).

- Padrões primários: Cd metálico (99,99%) ou sulfato de cádmio, p.a. (CdSO₄.8 H₂O).

Alternativamente, pode-se adquirir soluções certificadas prontas, de qualidade referenciada.

- Tipo de chama: ar x acetileno, oxidante. A absorvância é fortemente dependente do ajuste correto da corrente da lâmpada e estequiometria da chama.

Considerando-se uma extração de 2 g de amostra para 100 mL, pode-se estimar um limite de quantificação seguro da ordem de 10 mgKg⁻¹.

ii. Para **chumbo**:

- Utilizando o comprimento de onda de 217 nm: faixa de 0 a 15 mgL⁻¹.

- Trabalhando no comprimento de onda de 283,3 nm: faixa de 0 a 30 mgL⁻¹.

- Branco: HCl (1+23).

- Padrões primários: chumbo metálico (99,99%) ou nitrato de chumbo [Pb(NO₃)₂], p.a..

Alternativamente, pode-se adquirir soluções certificadas prontas, de qualidade referenciada.

- Tipo de chama: ar x acetileno, oxidante.

Considerando-se uma extração de 2 g de amostra para 100 mL, pode-se estimar um limite de quantificação seguro da ordem de 50 mgkg⁻¹.

c) Colocar o equipamento nas condições operacionais adequadas para a obtenção das leituras.

d) Feitas as leituras dos padrões, preparar a curva de calibração e calcular a equação de regressão.

5.5.2. Avaliação das amostras

a) Tomar uma alíquota (A) do **extrato-amostra** e transferir para balão volumétrico de volume **Vc**, de modo que a concentração final da solução de leitura esteja no intervalo de concentração dos padrões, de preferência na faixa média da curva de calibração para cada elemento.

b) Proceder às leituras e registrá-las. Converter as leituras encontradas para as concentrações correspondentes através da equação de regressão linear ou obtê-las por informação direta do equipamento utilizado. A partir das concentrações, calcular o teor nas amostras, reportando-se à massa (G) tomada inicialmente.

c) Conduzir, paralelamente, uma prova em branco.

d) Fórmula geral de cálculo:

$$E_{(mgKg^{-1})} = \frac{C V_c V_b}{A G}, \text{ onde:}$$

E: teor do elemento (Cd ou Pb) na amostra, em $mgKg^{-1}$.

C: concentração do elemento na solução de leitura, em mgL^{-1} .

V_c: volume do balão volumétrico da solução de leitura.

V_b: volume do balão volumétrico utilizado na preparação do extrato-amostra.

G: massa inicial da amostra, em gramas.

A: alíquota tomada para a solução de leitura, em mililitros.

Observação: A leitura poderá, também, ser feita diretamente no extrato-amostra:

$$E_{(mgKg^{-1})} = \frac{C V_b}{G}$$

Se, ao contrário, for necessária uma diluição intermediária, multiplicar pelo fator de diluição.

Nota: Alternativamente as leituras previstas para o equipamento de absorção atômica poderão ser feitas utilizando-se de um espectrômetro de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP/OES), respeitadas as condições de operação do equipamento e a adequação das concentrações das soluções de leitura (padrões e amostras) aos limites de detecção e quantificação específicos para os elementos cádmio e chumbo.

D – CÁLCULO DO PODER RELATIVO DE NEUTRALIZAÇÃO TOTAL (PRNT)

D.1. Cálculo da Reatividade nos Corretivos (RE)

$$RE = 0,2 (P_1 - P_2) + 0,6 (P_2 - P_3) + P_3$$

Com dados obtidos da análise granulométrica, onde:

P₁, **P₂**, **P₃**, são os **valores percentuais** das frações passantes nas peneiras de 2,0 mm, 840 µm (Nota do Autor: 0,84mm – ABNT n°20) e 300 µm (Nota do Autor: 0,3mm – ABNT n°50) respectivamente.

D.2. Cálculo do PRNT:

$$PRNT = \frac{RE \cdot PN}{100}$$

Onde PN é o poder de neutralização (% equivalente em CaCO₃).

D.3. Um exemplo

Na análise de um corretivo, obtivemos:

$$PN = 90\%$$

Frações passantes pelas peneiras (Pn's):

$$P_1 (2,00 \text{ mm}) = 99,0\%,$$

$$P_2 (840 \text{ } \mu\text{m}) = 74,4\%$$

$$P_3 (300 \text{ } \mu\text{m}) = 56,3\%$$

Apartir daí, teremos:

1. Cálculo da **RE**:

$$RE = 0,2(99,0 - 74,4) + 0,6(74,4 - 56,3) + 56,3$$

$$RE = 72,08 \%$$

2. Cálculo do **PRNT**:

$$PRNT = \frac{72,08 \cdot 90}{100}$$

$$PRNT = 64,87 \%$$

AMOSTRAGEM OU COLETA DA AMOSTRA

A amostragem é uma operação fundamental para a validade dos resultados de análises química e granulométrica. Se a amostra não for representativa do lote analisado, o resultado estará automaticamente comprometido na sua validade.

O procedimento de amostragem oficial é estabelecido pela IN nº53 de 24/10/13, alterado pela IN nº06 de 10/03/16 do MAPA, na Secção II - Amostragem e preparo das amostras, Artigos 19 a 23.

A coleta de amostras deve ser feita com sonda dupla perfurada de ponta cônica, tomando-se as frações retiradas dos mesmos (amostras simples), que serão reunidas, homogeneizadas e quarteadas para a obtenção da amostra final (amostra composta representativa do lote).

A descrição adiante está mais detalhada para as diversas situações.

1. ENSACADOS

1.1 Embalagens maiores de 10 (dez) até 60 (sessenta) quilogramas

Usando uma sonda constituída de um tubo duplo, perfurado, com ponta cônica maciça (Figura 1), retirar as amostras simples da seguinte maneira:

- a) Retirar o saco da pilha e colocá-lo no chão, realizar diversas revoluções (tombamentos) no sentido do comprimento e no sentido da largura e deitá-lo na horizontal;
- b) Inserir totalmente a sonda fechada, segundo a diagonal, e de cima para baixo (Figura 2);
- c) Abrir a sonda e dar algumas batidas no saco para que o material penetre nos furos da mesma, enchendo-a; fechar a sonda e retirá-la, colocando o seu conteúdo em um recipiente limpo e que evite a absorção de umidade;
- d) Repetir a operação de acordo com o número de sacos a serem amostrados, conforme o quadro 1. Os sacos devem ser escolhidos ao acaso, de diversos níveis e posição da pilha.

TAMANHO DO LOTE OU PARTIDA (número de embalagens)	NÚMERO MÍNIMO DE EMBALAGENS A SEREM AMOSTRADAS
até 50	5
51 a 100	10
101 a 150	15
151 até 200	20

- e) Quando o lote ou partida de produto for superior a 200 (duzentas) unidades, esta deverá ser subdividida em lotes ou partida de 200 (duzentas) embalagens ou fração.

2. AGRANEL

2.1 Em silos ou a céu aberto

Usando a sonda dupla perfurada de ponta cônica (Figura 1), introduzi-la inclinada e completamente, retirar, em lotes de até 100 t, no mínimo 10 (dez) amostras simples em pontos diferentes, escolhidos ao acaso, de maneira que a amostra seja representativa de todo o lote.

Em lotes superiores a 100 (cem) toneladas, deverão ser retiradas 10 (dez) amostras simples, mais 1 (uma) de cada 100 (cem) toneladas ou fração. Juntar as amostras simples em recipiente que evite a absorção d umidade.

Obs.: Quando o produto estiver a céu aberto, sem proteção, deve-se desprezar a camada superficial do monte.

2.1 Em vagões ou em caminhões

Usando a sonda dupla perfurada de ponta cônica (Figura 1), e de acordo com o esquema da Figura 3, retirar uma amostra simples de cada área numerada. A sonda deve ser introduzida inclinada e completamente, desde que a camada de material permita; caso contrário, à máxima profundidade. Juntar as amostras simples em recipiente que evite a absorção de umidade.

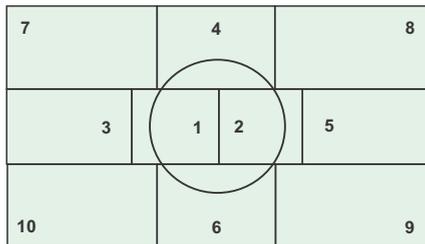


Figura 3. Pontos de amostragem em vagões ou em caminhões

2.3 Em operação de carga ou descarga (correias, roscas, calhas e bicas)

Usando o amostrador (caixa coletora) da Figura 4, realizar a amostragem quando o fluxo for contínuo e, pelo menos, 3 minutos após o início da operação, da seguinte maneira: mantendo a fenda do amostrador em posição horizontal, passá-lo pela “cascata” de corretivo em queda; essa passagem deve ser feita com velocidade uniforme e conveniente para que o amostrador fique entre meio e completamente cheio, sem transbordar. A fenda do amostrador deve “varrer” toda a seção da cascata (Figura 5). Retirar, no mínimo, 10 amostras simples, a intervalos iguais, que reunidas formarão a amostra composta.

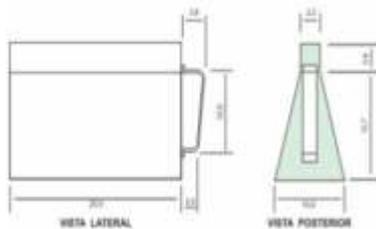


Figura 4. Caixa coletora para amostragem

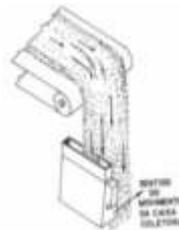


Figura 5. Amostragem em correia transportadora

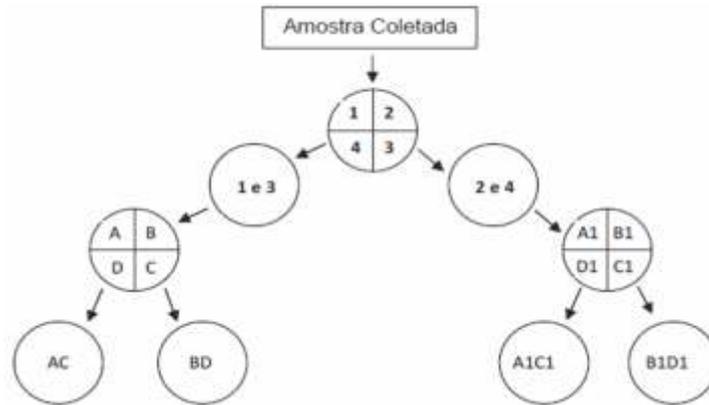
3. REDUÇÃO DA AMOSTRA COLHIDA

As porções de amostras simples coletadas deverão ser colocadas em recipiente limpo e seco, e homogeneizadas convenientemente, após o que a amostra composta será quarteadada por um dos métodos a seguir:

A) Quarteação manual:

- deposita-se o produto coletado em uma superfície lisa e limpa, dividindo-o em quatro partes iguais, segundo ângulos retos;
- escolhe-se duas partes de dois ângulos opostos e despreza-se as outras duas;
- junta-se as duas partes escolhidas, homogeneizando-as convenientemente, repetindo-se a operação o número de vezes necessárias para se obter a quantidade de produto suficiente para compor quatro subamostras de aproximadamente 250g, conforme o esquema a seguir:

Esquemática Gráfica da Quarteação Manual:



B) Por quarteador tipo JONES

Deverá ser utilizado o quarteador tipo “JONES” (Figura 6), possuindo, no mínimo 8 (oito) vãos de separação com largura mínima de 15mm cada e acompanhado de quatro bandejas retangulares:

- homogeneizar a amostra coletada;
- colocar as duas bandejas do quarteador sob o mesmo;
- numa terceira bandeja, colocar a amostra de modo que o material fique nivelado e encha 2/3 da bandeja;
- jogar o produto sobre o quarteador, virando a bandeja segundo seu eixo maior, mantido paralelo ao eixo maior do quarteador; o produto cairá nas bandejas coletoras;

- desprezar o produto de uma, em cada duas bandeja coletoras;

- repetir a operação de quarteação até reduzir o produto a uma quantidade de 1,0 a 1,2 kg, obtendo-se duas frações nas duas bandejas, que serão quarteadas em separado, obtendo-se, assim, quatro partes homogêneas da amostra, de aproximadamente 250g.

Quando a amostra coletada apresentar volume superior ao volume que comporta uma bandeja do quarteador tipo Jones, a quarteação deverá ser efetuada em duas partes, distribuindo-se a amostra homogeneizada inicial em duas bandejas, antes de iniciar a quarteação.

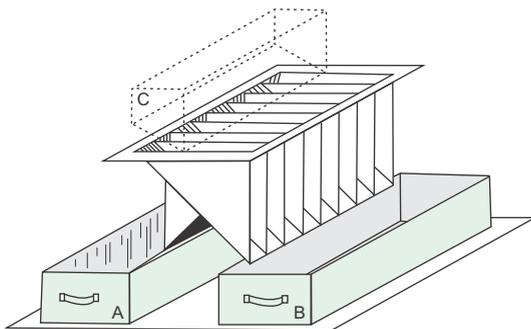
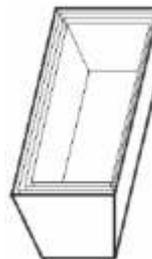


Figura 6. Modelo de quarteador tipo Jones.



Bandejas do quarteador

A, B: Bandejas coletoras **C: recipiente alimentador**

Uma amostra de 250g por lote, deverá ser enviada ao laboratório, devidamente identificada, para ser submetida às análises granulométricas e químicas. As demais servirão de contra-prova para o fiscalizador e o fiscalizado.

INSTRUÇÃO NORMATIVA Nº3, DE 26 DE JANEIRO DE 2015

O SECRETÁRIO DE DEFESA AGROPECUÁRIA, SUBSTITUTO, DO MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO, no uso da atribuição que lhe conferem os art. 10 e 42 do Anexo I do Decreto nº 7.127, de 4 de março de 2010, tendo em vista o disposto na Lei nº 6.894, de 16 de dezembro de 1980, no Decreto nº 4.954, de 14 de janeiro de 2004, no Decreto nº 5.741, de 30 de março de 2006, na Instrução Normativa nº 57, de 11 de dezembro de 2013, e o que consta do Processo nº 21000.009651/2013-68, resolve:

Art. 1º Aprovar os métodos oficiais para realização de ensaios em amostras oriundas de controle oficial de fertilizantes e corretivos, constantes do Manual de Métodos Analíticos Oficiais para Fertilizantes e Corretivos e Corretivos indexado ao Internacional Standard Book Number (ISBN) sob o número 978-85-7991-081-4, cuja adoção será obrigatória pelos laboratórios integrantes da Rede Nacional de Laboratórios Agropecuários do Sistema Unificado de Atenção a Sanidade Agropecuária, a partir de fevereiro de 2015.

Art. 2º Esta Portaria entra em vigor na data de sua publicação.

Art. 3º Fica revogada a Instrução Normativa SDA nº 28, de 27 de julho de 2007.

MARCOS DE BARROS VALADÃO

INSTRUÇÃO NORMATIVA Nº35, DE 04 DE JULHO DE 2006

Situação: Vigente

Publicado no Diário Oficial da União de 12/07/2006, Seção 1, Página 32

Ementa: Fica aprovada as normas sobre especificações e garantias, tolerâncias, registro, embalagem e rotulagem dos corretivos de acidez, de alcalinidade e de sodicidade e dos condicionadores de solo, destinados à agricultura, na forma do Anexo a esta Instrução Normativa.

Histórico: Revoga a Instrução Normativa nº4 de 02/08/2004

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO.
SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA
INSTRUÇÃO NORMATIVA Nº 35, DE 4 DE JULHO DE 2006.

O SECRETÁRIO DE DEFESA AGROPECUÁRIA, DO MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO, no uso das atribuições que lhe confere o art. 42, combinado com o art. 9º inciso II, ambos do Anexo I, do Decreto nº 5.351 de 21 de janeiro de 2005, tendo em vista o disposto o art. 109, do Decreto nº4.954, de 14 de janeiro de 2004, e do que consta do Processo Administrativo nº 21000.004799/2006-87, resolve:

Art. 1º Fica aprovada as normas sobre especificações e garantias, tolerâncias, registro, embalagem e rotulagem dos corretivos de acidez, de alcalinidade e de sodicidade e dos condicionadores de solo, destinados à agricultura, na forma do Anexo a esta Instrução Normativa.

Art. 2º O descumprimento das normas estabelecidas nesta Instrução Normativa, sujeita ao infrator às sanções previstas no Decreto nº4.954, de 2004.

Art. 3º Fica concedido o prazo de noventa dias, da data de sua vigência, para os interessados se adequarem às exigências desta Instrução Normativa.

Art. 4º Esta instrução Normativa entra em vigor na data da sua publicação.

Art. 5º Revoga-se a Instrução Normativa SARC nº04, de 2 de agosto de 2004.

GABRIEL ALVES MACIEL

ANEXO - NORMAS SOBRE ESPECIFICAÇÕES E GARANTIAS, TOLERÂNCIAS, REGISTRO, EMBALAGEM E ROTULAGEM DOS CORRETIVOS DE ACIDEZ, DE ALCALINIDADE, DE SODICIDADE E DOS CONDICIONADORES DE SOLO, DESTINADOS À AGRICULTURA.

ANEXO

NORMAS SOBRE ESPECIFICAÇÕES E GARANTIAS, TOLERÂNCIAS, REGISTRO, EMBALAGEM E ROTULAGEM DOS CORRETIVOS DE ACIDEZ, DE ALCALINIDADE, DE SODICIDADE E DOS CONDICIONADORES DE SOLO, DESTINADOS À AGRICULTURA.

CAPÍTULO I DAS DEFINIÇÕES

Art. 1º Para efeito da presente Instrução Normativa, entende-se por:

- I - corretivo de acidez: produto que promove a correção da acidez do solo, além de fornecer cálcio, magnésio ou ambos;
- II - corretivo de alcalinidade: produto que promove a redução de alcalinidade do solo;
- III - condicionador do solo: produto que promove a redução da saturação de sódio no solo;
- IV - condicionador do solo: produto que promove a melhoria das propriedades físicas, físico-químicas ou atividades biológicas do solo, podendo recuperar solos degradados ou desequilibrados nutricionalmente;
- V - poder de neutralização (PN): capacidade potencial total de bases neutralizantes contidas em corretivo de acidez, expressa em equivalente de Carbonato de Cálcio puro (%E_{CaCO₃});
- VI - reatividade das partículas (RE): valor que expressa o percentual (%) do corretivo que reage no solo no prazo de 3 (três) meses;
- VII - poder relativo de neutralização total (PRNT): conteúdo de neutralizantes contidos em corretivo de acidez, expresso em equivalente de Carbonato de Cálcio puro (%E_{CaCO₃}), que reagirá com o solo no prazo de 3 (três) meses;
- VIII - equivalente ácido: valor que expressa a quantidade em quilogramas (kg) de carbonato de cálcio (PRNT = 100) necessária para neutralizar a acidez gerada pela adição de 100 (cem) kg de um produto no solo;
- IX - capacidade de retenção de água (CRA): capacidade de um determinado material reter água, expresso pelo percentual de água retida em relação à massa total do material; e

X - capacidade de troca catiônica (CTC): quantidade total de cátions adsorvidos por unidade de massa, expresso em mmol c/kg.

CAPÍTULO II

DAS ESPECIFICAÇÕES E GARANTIAS MÍNIMAS DOS PRODUTOS

Seção I

Da Natureza Física

Art. 2º Os corretivos de acidez, alcalinidade e sodicidade terão a natureza física sólida, apresentando-se em pó, caracterizado como produto constituído de partículas que deverão passar 100% (cem por cento) em peneira de 2 (dois) milímetros (ABNT nº 10), no mínimo 70% (setenta por cento) em peneira de 0,84 (zero vírgula oitenta e quatro) milímetros (ABNT nº 20) e no mínimo 50% (cinquenta por cento) em peneira de 0,3 (zero vírgula três) milímetros (ABNT nº 50),

§ 1º Para que os produtos especificados no caput deste artigo possam conter a expressão “ULTRAFINO” ou “FILLER” agregada ao seu nome, deverão ser constituídos de partículas que deverão passar 100% (cem por cento) na peneira de 0,3 (zero vírgula três) milímetros (ABNT nº50).

§ 2º O produto Sulfato de Cálcio quando registrado como condicionador de solo deverá atender à especificação de granulometria prevista no caput deste artigo.

§3º Os produtos especificados no caput deste artigo que não se enquadrem na especificação granulométrica mínima ali estabelecida poderão ser registrados com especificação granulométrica distinta daquela, desde que o interessado apresente relatório técnico científico conclusivo sobre a eficiência agrônômica do mesmo para o uso a que se destina.

Seção II Dos Corretivos de Acidez

Art. 3º Além das características físicas mínimas estabelecidas no artigo anterior, os corretivos de acidez, de acordo com as duas características próprias, terão as seguintes especificações e garantias mínimas:

§1º Quanto aos valores de poder de neutralização (PN), soma dos óxidos (%CaO +%MgO) e PRNT:

MATERIAL CORRETIVO DE ACIDEZ	PN (% E _{CaCO₃}) Mínimo	Soma % CaO + %MgO (Mínimo)	PRNT Mínimo
Calcário agrícola	67	38	45
Calcário Calcinado agrícola	80	43	54
Cal hidratada agrícola	94	50	90
Cal virgem agrícola	125	68	120
Parâmetros de referência para outros corretivos de acidez.	67	38	45

§2º O PRNT será calculado de acordo com a seguinte fórmula: $PRNT (\%) = PN \times RE / (100)$, na qual:

I - poder de neutralização (PN), determinado de acordo com o método analítico oficial; e

II - relatividade das partículas (RE), calculada de acordo com os seguintes critérios:

- a) reatividade zero para a fração retida na peneira ABNT nº10
- b) reatividade 20% (vinte por cento) para a fração que passa na peneira ABNT nº10 e fica retida na peneira ABNT nº20;
- c) reatividade 60% (sessenta por cento) para a fração que passa na peneira ABNT nº20 e fica retida na peneira ABNT nº50; e
- d) reatividade 100% (cem por cento) para a fração que passa na peneira ABNT nº50.

§3º Os critérios para estabelecer a reatividade das partículas constantes do inciso II do § 2º poderão ser alterados, dependendo do tipo, da natureza e da origem do material corrosivo de acidez, desde que embasado em relatório técnico-científico e mediante recomendação de instituição oficial de pesquisa.

Seção III Corretivo de Alcalinidade

Art. 4º Além do disposto no art.2º deste Anexo, os corretivos de alcalinidade terão as seguintes especificações e garantias:

I - os corretivos da alcalinidade serão comercializados de acordo com suas características próprias e com os valores mínimos constantes abaixo:

ENXOFRE	95% de S	Determinado como Enxofre total	Extração de depósitos naturais de Enxofre. A partir da pirita, subproduto do gás natural, gases de refinaria e fundições, do carvão. Pode ser obtido também do Sulfato de Cálcio ou Anidrita.	
BORRA DE ENXOFRE	50% de S	Determinado como Enxofre total	Resultante da filtração de enxofre utilizado na produção de Ácido Sulfúrico	Resíduo Classe II
OUTROS	Demais produtos que apresentam característica de corretivo de alcalinidade, desde que atendido o valor mínimo do inciso II deste artigo.			

II - equivalente ácido: mínimo de 100 (cem).

Seção IV Corretivo de Sodicidade

Art. 5º Além do disposto no art.2º deste Anexo, os corretivos de sodicidade terão as seguintes especificações e garantias:

I - Os corretivos de sodicidade serão comercializados de acordo com suas características próprias e com os valores mínimos constantes abaixo:

MATERIAL CORRETIVO DE SOCIEDADE	Garantia Mínima	Características	Obtenção	Observação
Sulfato de Cálcio	16% de Ca 22% de CaO 13% de S	Cálcio determinado na forma elementar ou de óxido, e enxofre na forma elementar.	1) Produto resultante da fabricação do Ácido Fosfórico 2) Beneficiamento da gipsita	
Outros	Demais produtos que apresentem característica de corretivo de sodicidade			

Seção V Condicionador de Solo

Art. 6º Os condicionadores de solo serão classificados de acordo com as matérias-primas, em:

I - Classe “A”: produto que em sua fabricação utiliza matéria-prima de origem vegetal, animal ou de processamentos da agroindústria, onde não sejam utilizados no processo o sódio (Na+), metais pesados, elementos ou compostos orgânicos sintéticos potencialmente tóxicos;

II - Classe “B”: produto que em sua fabricação utiliza matéria-prima oriunda de processamento da atividade industrial ou da agroindústria onde o sódio (Na+), metais pesados, elementos ou compostos orgânicos sintéticos potencialmente tóxicos são utilizados no processo;

III - Classe “C”: produto que em sua fabricação utiliza qualquer quantidade de matéria-prima oriunda de lixo domiciliar, resultando em produto de utilização segura na agricultura;

IV - Classe “D”: produto que em sua fabricação utiliza qualquer quantidade de matéria-prima oriunda do tratamento de despejos sanitários, resultando em produto de utilização segura na agricultura.

V - Classe “E”: produto que em sua fabricação utiliza exclusivamente matéria-prima de origem mineral ou química; e

VI - Classe “F”: produto que em sua fabricação utiliza em qualquer proporção a mistura de matérias-primas dos produtos das Classes “A” e “E”, respectivamente dos incisos I e V deste artigo.

Art. 7º Os condicionadores de solo deverão apresentar as seguintes especificações de garantias mínimas:

§1º Quando o produto for destinado à melhoria das propriedades físicas ou físico-químicas do solo:

I - Capacidade de retenção de Água (CRA) - mínima de 60% (sessenta por cento); e

II - Capacidade de Troca Catiônica (CTC) - mínimo de 200 mmol c/kg.

§ 2º Quando o produto for destinado à melhoria da atividade biológica do solo, as garantias das propriedades biológicas serão as declaradas pelo fabricante ou importador no processo de registro, desde que possam ser medidas quantitativamente.

§ 3º Para que sejam declarados o teor de nutrientes, Carbono Orgânico e relação C/N, o condicionador de solo deverá atender às especificações quanto às garantias mínimas estabelecidas para os fertilizantes minerais ou orgânicos, de acordo com a natureza do produto, conforme disposto no Decreto nº 4.954, de 2004, e em atos normativos próprios.

§ 4º Poderão ser declaradas outras propriedades, desde que possam ser medidas quantitativamente, sejam indicados os respectivos métodos de determinação, garantidas as quantidades declaradas e seja comprovada sua eficiência agrônômica.

§ 5º O produto Sulfato de Cálcio poderá ser registrado como condicionador de solo classe “E”, não se aplicando as exigências contidas nos incisos I e II, do § 1º, deste artigo, devendo apresentar as garantias especificadas no inciso I, do artigo 5º, deste Anexo.

CAPÍTULO III DAS TOLERÂNCIAS

Art. 8º Aos resultados analíticos obtidos serão admitidas tolerâncias em relação às garantias do produto, observados os seguintes limites:

§1º Para deficiência, os limites de tolerância não poderão ser superiores a:

I - com relação à natureza física do produto e especificação de granulometria - em relação às garantias das peneiras de 2 (dois) milímetros (ABNT nº 10), de 0,84 (zero vírgula oitenta e quatro) milímetros (ABNT nº 20) e de 0,3 (zero vírgula três) milímetros (ABNT nº 50), até 5% (cinco por cento) para cada uma delas;

II - para Equivalente Ácido e Capacidade de Troca Catiônica (CTC) - 10% dez (dez por cento); e

III - com relação a outros componentes garantidos ou declarados do produto - até 20% (vinte por cento) quando os teores dos componentes garantidos ou declarados do produto forem inferiores ou iguais a 5% e até 10% (dez por cento), para os teores garantidos ou declarados superiores a 5% (cinco por cento).

§2º Para excesso, o limite de tolerância para o PRNT não poderá ser superior a 40% (quarenta por cento) do teor do componente garantido ou declarado do produto.

CAPÍTULO IV DO REGISTRO DE PRODUTOS

Art. 9º Executados os casos previstos no Decreto nº 4.954, de 2004, e na legislação complementar, os corretivos de acidez, de alcalinidade, de sodicidade e os condicionadores de solo produzidos, importados, comercializados no Território Nacional deverão ser registrados no órgão competente do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA).

Art. 10º Além do disposto no Capítulo II, do Decreto nº 4.954, de 2004, na Seção II, do Capítulo II, da Instrução Normativa nº 10, 6 de maio de 2004, e em outros atos normativos próprios do MAPA, o registro de corretivos de acidez, de alcalinidade, de sodicidade e os condicionadores de solo ou a autorização para sua importação e comercialização serão concedidos em observância ao seguinte:

§1º Para os corretivos de acidez, respeitados os limites mínimos estabelecidos no art. 3º, deste Anexo, o registro será concedido com base nas garantias oferecidas pelo registrante para:

- I - Óxido de Cálcio (CaO);
- II - Óxido de Magnésio (MgO);
- III - Soma dos Óxidos;
- IV - Poder de Neutralização (PN)
- V - Poder Relativo de Neutralização Total (PRNT); e
- VI - Percentual passante nas peneiras ABNT nº 10, 20 e 50.

§2º Para os corretivos de alcalinidade, de sodicidade e os condicionadores de solo, o registro será concedido com base nas garantias oferecidas pelo registrante, respeitados os limites mínimos estabelecidos, respectivamente, nos arts. 4º, 5º e 6º, deste Anexo.

§3º Para os corretivos de acidez, alcalinidade e de sodicidade classificados como outros, constantes respectivamente, do §1º do art. 3º, inciso I do art. 4º e inciso I do art. 5º, todos deste Anexo, e para os condicionadores de solo que não tenham antecedentes de uso no País em qualquer um de seus aspectos técnicos, o registro ou a autorização para produção, comercialização e uso, só será concedida com base no resultado de trabalho de pesquisa ou parecer de instituição de pesquisa oficial que ateste a viabilidade de seu uso agrícola, em conformidade com o que estabelece os arts. 15 e 16, do Decreto nº 4.954, de 2004, devendo ser indicado também o método analítico de determinação do componente garantido do produto, quando for o caso.

§4º Com relação aos produtos previstos no parágrafo anterior:

I - a matéria-prima deverá ser caracterizada em relação aos nutrientes, assim como elementos potencialmente tóxicos e contaminantes a serem estabelecidos em atos complementares do MAPA, quando for o caso; e

II - para as matérias-primas de origem industrial deverá ser apresentada manifestação do órgão ambiental competente sobre a adequação do seu uso na agricultura, sob o ponto de vista ambiental.

§5º No requerimento de registro dos produtos de que tratam estas Normas, deverá estar indicada a matéria-prima componente utilizada para fabricação do insumo a ser registrado.

§6º Para os produtos resultantes da mistura de mais de um componente, no requerimento de registro deverá ser informada a composição do mesmo em partes de mil.

§7º Para os produtos resultantes da mistura de mais de um componente, no requerimento de registro deverá ser informada a composição do mesmo em partes de mil.

CAPÍTULO V

DA EMBALAGEM E ROTULAGEM DE PRODUTOS

Art. 11º Para serem vendidos ou expostos à venda em todo o Território Nacional, os corretivos e condicionadores, quando acondicionados ou embalados, ficam obrigados a exibir rótulos em embalagens apropriadas redigidos em português, que contenham, além das informações e dados obrigatórios relacionados à identificação do fabricante ou importador e do produto, estabelecidas na Seção I, do Capítulo VI, do Decreto nº 4.954, de 2004, e no Capítulo III, da Instrução Normativa nº 10, de 2004, entre outras exigências, as seguintes informações:

§1º Para os corretivos de acidez:

- I - a indicação: CORRETIVO DE ACIDEZ;
- II - o nome do corretivo, de acordo com o §1º, do art. 3º, deste Anexo;
- III - as matérias-primas componentes do produto; e
- IV - a umidade máxima em percentual, em peso/peso.

§2º Para os corretivos de alcalinidade:

- I - a indicação: CORRETIVO DE ALCALINIDADE;
- II - o nome do corretivo, de acordo com o inciso I, do art. 4º, deste Anexo;
- III - as matérias-primas componentes do produto; e
- IV - a umidade máxima em percentual, em peso/peso.

§3º Para os corretivos de sodicidade:

- I - a indicação: CORRETIVO DE SODICIDADE;
- II - o nome do corretivo, de acordo com o inciso I, do art. 5º, deste Anexo;
- III - as matérias-primas componentes do produto; e
- IV - a umidade máxima em percentual, em peso/peso.

§4º Para os condicionadores de solo:

- I - a indicação: CONDICIONADOR DE SOLO CLASSE (indicar a classe);
- II - as matérias-primas componentes do produto; e
- III - a umidade máxima em percentual, em peso/peso; e
- IV - para os Condicionadores de Solo “D”, descrito no art. 6º, deste Anexo, o rótulo deverá trazer as restrições de uso abaixo, sem prejuízo de outras, desde que tecnicamente fundamentadas no processo de registro do produto:

Produto	Cuidados no Manuseio	Uso Proibido
Classe D	Aplicação somente através de equipamentos mecanizados. Durante o manuseio e aplicação, deverão ser utilizados equipamentos de proteção individual (EPI)	No cultivo das hortaliças em geral e para aplicação em pastagens e capineiras.

§5º Fica facultada a inscrição, nos rótulos ou notas fiscais, de dados não estabelecidos como obrigatórios, desde que:

- I - não dificultem a visibilidade e a compreensão dos dados obrigatórios; e
- II - Não contenham:
 - a) afirmações ou imagens que possam induzir o usuário a erro quanto à natureza, composição, segurança e eficácia do produto, e sua adequação ao uso;
 - b) comparações falsas ou equivocadas com outros produtos;
 - c) Indicações que contradizem as informações obrigatórias; e
 - d) afirmações de que o produto é recomendado por qualquer órgão do Governo

§ 6º Quando, mediante aprovação do órgão de fiscalização competente, for juntado folheto complementar que amplie os dados do rótulo, ou que contenha dados que obrigatoriamente deste deveriam constar, mas que nele não couberam pelas dimensões reduzidas da embalagem ou volume de informações, observar-se-á o seguinte:

I - deve-se incluir, no rótulo ou na nota fiscal, frase que recomenda a leitura do folheto anexo, antes da utilização do produto; e

II - em qualquer hipótese, o nome, o endereço, o número de registro no MAPA do fabricante ou do importador e o número de registro do produto e suas garantias devem constar tanto no rótulo como do folheto.

§ 7º Quando o produto, em condições normais de uso, representar algum risco à saúde humana, animal e ao ambiente, o rótulo deverá trazer informações sobre precauções de uso e armazenagem, com as advertências e cuidados necessários, visando à prevenção de acidentes.

CAPÍTULO VI DAS DISPOSIÇÕES FINAIS

Art. 12º Os condicionadores de Solo das classes “C” e “D”, descritos no art. 6º, deste Anexo, somente poderão ser comercializados para consumidores finais, mediante recomendação técnica firmada por engenheiro agrônomo ou engenheiro florestal, respeitada a respectiva área de competência.

§ 1º A recomendação de que trata o caput deste artigo poderá ser impressa na embalagem, rótulo, folheto, nota fiscal ou documento que a acompanhe, desde que conste a identificação do responsável técnico e seu registro do Conselho de Classe.

§ 2º Os estabelecimentos que produzam os produtos mencionados no caput deste artigo deverão manter o controle da destinação destes produtos à disposição da fiscalização pelo prazo mínimo de 180 (cento e oitenta) dias.

Art. 13º Sem prejuízo do dispositivo no art. 6º da Instrução Normativa nº10, de 2004, o estabelecimento que produza Condicionador de Solo das Classes “A” e “E” fica impedido de usar matérias-primas previstas para a produção de Condicionadores de Solo das Classes “B”, “C” e “D”, caso não apresente no requerimento de registro de estabelecimento, ou na sua renovação ou atualização, o seguinte:

I - instalação para armazenagem de matérias-primas em áreas individualizadas de forma que não permita mistura ou contaminação das matérias-primas utilizadas para os produtos das Classes “A” e “E”, tendo cada área identificação clara dos subprodutos;

II - linhas de produção e embalagens separadas, ou que contenham previsão de desinfecção das máquinas e equipamentos quando houver produção dos fertilizantes orgânicos das classes “B”, “C” e “D”;

III - existência de equipamentos de movimentação das matérias-primas e produtos exclusivos para os Condicionadores de Solo das Classes “A” e “E”; e

IV - previsão de sistema de controle de entrada de matérias-primas e de saída de produtos acabados, com manutenção da documentação à disposição da fiscalização, pelo prazo mínimo de 360 (trezentos e sessenta dias).

Art. 14º Fica vedada a utilização de serragem ou maravalha contaminadas com resíduos de produtos químicos para tratamento de madeira como matéria-prima para produção de condicionadores de solo que tratam essas Normas.

Art. 15º Fica vedada a comercialização e propaganda de corretivo que contenha indicação de uso diferente do modo de aplicação constante do certificado de registro do produto.

Art. 16º Para os corretivos que apresentem teor de umidade que impossibilitem a realização da análise granulométrica conforme o método oficial, a granulometria poderá ser analisada após a secagem do material ou por peneiramento via úmida.

Parágrafo único. O responsável pelo produto deverá informar ao MAPA, por ocasião do registro do produto, a necessidade de se realizar a análise granulométrica após a secagem da amostra ou por peneiramento via úmida, conforme o caso.

Art. 17º As dúvidas técnicas suscitadas na execução destas Normas serão resolvidas por órgão técnico competente do MAPA

INSTRUÇÃO NORMATIVA Nº27, DE 05 DE JUNHO DE 2006

Alterada pela IN SDA nº07 de 12 de abril de 2016

O SECRETÁRIO DE DEFESA AGROPECUÁRIA - SUBSTITUTO, DO MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO, no uso da atribuição que confere o art. 42, do Anexo I, do Decreto nº5.351, de 21 de janeiro de 2005,, tendo em vista o disposto no Decreto nº4.954, de 14 de janeiro de 2004, que regulamentou a Lei nº6.894, de 16 de dezembro de 1980, e o que consta do Processo nº21000.001052/2005-96, resolve:

Art. 1º Os fertilizantes, corretivos, inoculantes e biofertilizantes, para serem produzidos, importados ou comercializados, deverão atender aos limites estabelecidos no Anexos I, II, III, IV e V desta Instrução Normativa no que se refere às concentrações máximas admitidas para agentes fitotóxicos, patogênicos ao homem, animais e plantas, metais pesados tóxicos, pragas e ervas daninhas.

Art. 2º Os estabelecimentos que produzam ou importem fertilizantes, corretivos, inoculantes ou biofertilizantes deverão manter controle periódico das matérias-primas e dos produtos no que se refere aos contaminantes previstos nesta Instrução Normativa, sem prejuízo de controles previstos em outras legislações e normas.

Art. 3º Aos resultados analíticos obtidos serão admitidas tolerâncias limitadas a 30% (trinta por cento) dos valores definidos nesta Norma.

Parágrafo único. A tolerância prevista no caput deste artigo não se aplica aos limites estabelecidos como ausentes dos Anexos IV e V.

Art. 4º Os métodos analíticos para determinação dos agentes fitotóxicos, patogênicos ao homem, animais e plantas, metais pesados tóxicos, pragas e ervas daninhas previstos nesta Norma serão **estabelecidos em até um ano**, a partir da data de publicação desta Instrução Normativa, por ato da Secretaria de Defesa Agropecuária - SDA, de

acordo com o disposto nos arts. 70 e 71 do regulamento aprovado pelo Decreto nº4.954, de 14 de janeiro de 2004.

Art. 5º Os valores constantes dos Anexos I, II, III, IV e V deverão ser revistos em até quatro anos contados da data de publicação de presente Instrução Normativa.

Art. 6º Esta Instrução Normativa não se aplica aos produtos fabricados, importados e comercializados em data anterior a sua publicação.

Art. 7º Aos infratores desta Instrução Normativa serão aplicadas as sanções previstas no Decreto nº4.954, de 2004.

Art. 8º Os casos omissos e as dúvidas suscitadas na execução desta Instrução Normativa serão resolvidos pela Secretaria de Defesa Agropecuária.

Art. 9º Sem prejuízo do disposto no art. 17, do Anexo do Decreto nº 4.954, de 2004, os estabelecimentos produtores terão prazo de até um ano, a partir da data de publicação desta Instrução Normativa para adequarem seus produtos aos limites máximos estabelecidos nos Anexos I, II, III, IV e V desta Normal.

Art. 10º Esta Instrução Normativa entra em vigor na data de sua publicação.

NELMON OLIVEIRA DA COSTA

ANEXO I

LIMITES MÁXIMOS DE METAIS PESADOS TÓXICOS ADMITIDOS EM FERTILIZANTES MINERAIS QUE CONTENHAM O NUTRIENTE FÓSFORO, MICRONUTRIENTES OU COM FÓSFORO E MICRONUTRIENTES EM MISTURA COM OS DEMAIS NUTRIENTES.

Metal Pesado	Valor admitido em miligrama por quilograma (mg/kg) por ponto percentual (%) de P ₂ O ₅ e por ponto percentual da somatória de micronutrientes (%)		Valor máximo admitido em miligrama por quilograma (mg/kg) na massa total do fertilizante	
	Coluna A P ₂ O ₅	Coluna B Somatória da garantia de micronutrientes	Coluna C Aplicável aos Fertilizantes Minerais Mistos e Complexos com garantia de macronutrientes primários e micronutrientes	Coluna D Aplicável aos Fertilizantes fornecedores exclusivamente de micronutrientes e aos fertilizantes com macronutrientes secundários e micronutrientes.
Arsênio (As)	2,00	500,00	250,00	4.000,00
Cádmio (Cd)	4,00	15,00	57,00	450,00
Chumbo (Pb)	20,00	750,00	1.000,00	10.000,00
Cromo (Cr)	40,00	500,00	-	-
Mercúrio (Hg)	0,05	10,00	-	-

Notas:

1. Para os fertilizantes minerais fornecedores exclusivos de micronutrientes e para os fertilizantes minerais com macronutrientes secundários e micronutrientes, o valor máximo admitido do contaminante será obtido pela multiplicação da somatória das percentagens garantidas ou declaradas de micronutrientes no fertilizante pelo valor da coluna B. O máximo de contaminante admitido será limitado aos valores da coluna D;
2. Para os fertilizantes minerais simples que contenham P₂O₅ e não contenham micronutrientes, o valor máximo admitido do contaminante será obtido pela multiplicação do maior percentual de P₂O₅ garantido ou declarado pelo valor da coluna A;

3. Para os fertilizantes minerais mistos e complexos que contenham P_2O_5 e não contenham micronutrientes, o valor máximo admitido do contaminante será obtido pela multiplicação do maior percentual de P_2O_5 garantido ou declarado pelo valor da coluna A. O máximo de contaminante admitido será limitado aos valores da coluna C;
4. Para os fertilizantes mistos e complexos que contenham P_2O_5 e micronutrientes, o valor máximo admitido do contaminante será obtido pela multiplicação da somatória de percentagens garantidas ou declaradas de micronutrientes no fertilizante pelo valor da coluna B, somado ao valor obtido pela multiplicação do maior percentual de P_2O_5 garantido ou declarado pelo valor da coluna A. O máximo de contaminante admitido será limitado aos valores da coluna C;
5. Para os fertilizantes mistos e complexos que contenham Nitrogênio e/ou Potássio e micronutrientes, sem garantia de P_2O_5 , o valor máximo admitido do contaminante será obtido pela multiplicação da somatória das percentagens garantidas ou declaradas de micronutrientes no fertilizante pelo valor da coluna B, somado ao valor definido no anexo II desta Norma. O máximo de contaminante admitido será limitado aos valores da coluna C;
6. Para os fertilizantes minerais com Fósforo cujo maior valor garantido ou declarado de P_2O_5 seja de até 5% e que não contenham micronutrientes, aplicam-se os valores máximos de contaminantes definidos no Anexo II desta Norma.

ANEXO II

LIMITES MÁXIMOS DE METAIS PESADOS TÓXICOS ADMITIDOS EM FERTILIZANTES MINERAIS COM NITROGÊNIO, POTÁSSIO, MACRONUTRIENTES SECUNDÁRIOS, PARA OS COM ATÉ 5% DE P₂O₂ E PARA OS DE MAIS NÃO ESPECIFICADOS DO ANEXO I.

Metal Pesado	Valor máximo admitido em miligrama por quilograma (mg/kg) na massa total do fertilizante
Arsênio (As)	10,00
Cádmio (Cd)	20,00
Chumbo (Pb)	100,00
Cromo (Cr)	200,00
Mercúrio (Hg)	0,20

ANEXO III

LIMITES MÁXIMOS DE METAIS PESADOS TÓXICOS ADMITIDOS EM CORRETIVOS DE ACIDEZ, DE ALCALINIDADE, DE SODICIDADE E PARA SILICATO E CÁLCIO, SILICATO DE MAGNÉSIO, CARBONATO DE CÁLCIO E MAGNÉSIO E ESCÓRIA SILICITADA.

Metal Pesado	Valor máximo admitido em miligrama por quilograma (mg/kg)
Cádmio (Cd)	20,00
Chumbo (Pb)	1.000,00

ANEXO IV

LIMITES MÁXIMOS DE CONTAMINANTES ADMITIDOS EM SUBSTRATOS PARA PLANTAS

Contaminante	Valor máximo admitido
Sementes ou qualquer material de propagação de ervas daninhas	0,5 planta por litro, avaliado em teste de germinação
As espécies fitopatogênicas dos Fungos do gênero <i>Fusarium</i> , <i>Phitophtora</i> , <i>Pythium</i> , <i>Rhizoctonia</i> e <i>Sclerotina</i>	Ausência
Arsênio (mg/kg)	20,00
Cádmio (mg/kg)	8,00
Chumbo (mg/kg)	300,00
Cromo (mg/kg)	500,00
Mercúrio (mg/kg)	2,50
Níquel (mg/kg)	175,00
Selênio (mg/kg)	80,00
Coliformes termotolerantes - número mais provável por grama de matéria seca (NMP/g de MS)	1.000,00
Ovos viáveis de helmintos - número por quatro gramas de sólidos totais (n° em 4g ST)	1,00
Salmonella SP	Ausência em 10g de matéria seca

Nota: Os substratos para plantas que utilizam em sua produção, exclusivamente matéria-prima de origem mineral ou sintética ficam dispensados de atender os limites dos contaminantes coliformes termo tolerantes, ovos viáveis de helmintos e Salmonella sp.

ANEXO V

LIMITES MÁXIMOS DE CONTAMINANTES ADMITIDOS EM FERTILIZANTES ORGÂNICOS E CONDICIONADORES DE SOLO

Contaminante		Valor máximo admitido
Arsênio (mg/kg)		20,00
Cádmio (mg/kg)		3,00
Chumbo (mg/kg)		150,00
Cromo hexavalente (mg/kg)		2,00
Mercúrio (mg/kg)		1,00
Níquel (mg/kg)		70,00
Selênio (mg/kg)		80,00
Coliformes termotolerantes - número mais provável por grama de matéria seca (NMP/g de MS)		1.000,00
Ovos viáveis de helmintos - número por quatro gramas de sólidos totais (n° em 4g ST)		1,00
Salmonella SP		Ausência em 10g de matéria seca
Materiais inertes	Vidros, plástico, metais < 2mm	0,5% na massa seca
	Pedras > 5mm	5,0% na massa seca

Nota: Para os fertilizantes organominerais, o valor máximo admitido para cada contaminante será obtido pela soma dos valores máximos de contaminantes admitidos neste Anexo V com os valores máximos de contaminantes admitidos para os nutrientes minerais fósforo, micronutrientes ou ambos, calculados conforme colunas A até D do Anexo I ou conforme o Anexo II desta Norma.

Os condicionadores que utilizam em sua fabricação exclusivamente matéria-prima de origem mineral ou química ficam dispensados de atender os limites dos contaminantes coliformes termotolerantes, ovos viáveis de helmintos e Salmonella sp

INSTRUÇÃO NORMATIVA Nº 53, DE 23 DE OUTUBRO DE 2013

Alterada pela IN MAPA nº 06 de 10 de março 2016

O MINISTRO DE ESTADO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO, no uso das atribuições que lhe confere o art. 87, parágrafo único, inciso II, da Constituição, tendo em vista o disposto no art. 3º do Decreto nº 4.954, de 14 de janeiro de 2004, alterado pelo Decreto nº 8.059, de 26 de julho de 2013, e o que consta do Processo nº 21000.006511/2013-38, resolve:

Art. 1º Estabelecer, na forma desta Instrução Normativa, as disposições e critérios para:

I - as definições, a classificação, o registro e renovação de registro de estabelecimento, o registro de produto, a autorização de comercialização e uso de materiais secundários, o cadastro e renovação de cadastro de prestadores de serviços de armazenamento, de acondicionamento, de análises laboratoriais, de empresas geradoras de materiais secundários e de fornecedores de minérios, a embalagem, rotulagem e propaganda de produtos, as alterações ou os cancelamentos de registro de estabelecimento, produto e cadastro e os procedimentos a serem adotados na inspeção e fiscalização da produção, importação, exportação e comércio de fertilizantes, corretivos, inoculantes, biofertilizantes, remineralizadores, substrato para plantas e materiais secundários; *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

II - o credenciamento de instituições privadas de pesquisa; e

III - requisitos mínimos para avaliação da viabilidade e eficiência agrônômica e elaboração do relatório técnico-científico para fins de registro de fertilizante, corretivo, biofertilizante, remineralizador e substrato para plantas na condição de produto novo, de conformidade com o disposto no art. 15 do Anexo do Decreto nº 4.954, de 2004. *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

CAPÍTULO I

DAS DEFINIÇÕES, DA CLASSIFICAÇÃO, DO REGISTRO E RENOVAÇÃO DE REGISTRO DE ESTABELECIMENTOS, DO CADASTRO E RENOVAÇÃO DE CADASTRO DE PRESTADORES DE SERVIÇOS, FORNECEDORES DE MINÉRIOS E GERADORES DE MATERIAIS SECUNDÁRIOS, DAS ALTERAÇÕES E CANCELAMENTOS

Art. 2º Para efeito desta Instrução Normativa entende-se por:

I - Instituição Oficial de Pesquisa: Entidade dotada de personalidade jurídica de direito público, sem fins lucrativos, com controle da União, Estados ou Municípios, criada por lei específica para desenvolvimento de atividades de ensino e pesquisa ou de pesquisa, apta a executar trabalhos de experimentação agrônômica com o objetivo de proceder a estudos de viabilidade e eficiência agrícola para fins de registro de produto novo para comercialização e uso no país;

II - Instituição Credenciada de Pesquisa: Organização de direito privado, constituída sob as leis brasileiras, devidamente capacitada em termos de infraestrutura e corpo técnico, e credenciada pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento - MAPA para realizar pesquisas agrônômicas visando o registro de produtos novos abrangidos pelo regulamento da Lei nº 6.894, de 1980, por meio de estudos de eficiência e viabilidade do uso agrícola desses produtos no país;

III - Fornecedor de Minério: Pessoa física ou jurídica, pública ou privada, cadastrada no MAPA, que possui concessão de lavra para explorar determinado minério que possa ser utilizado como matéria-prima na produção de fertilizantes minerais simples e complexos ou que, com autorização da permissionária da lavra, revenda tais materiais para os mesmos fins;

IV - Gerador de Material Secundário: pessoa física ou jurídica, pública ou privada, cadastrada no MAPA, responsável por atividades ou empreendimentos que gerem ou vendam subprodutos autorizados, que possam ser destinados de forma segura para uso agrícola, direta ou indiretamente, com a função de fertilizante, corretivo, remineralizador e substrato para plantas ou como matéria-prima para a fabricação destes; *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

V - Prestador de Serviço de Armazenamento: pessoa física ou jurídica, detentora de instalações e equipamentos adequados, para armazenar os produtos abrangidos pelo Regulamento da Lei nº 6.894, de 1980, assegurando a integridade, a identidade e a qualidade destes; *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

VI - Prestador de Serviço de Acondicionamento: pessoa física ou jurídica, possuidora de instalações e equipamentos adequados e pessoal treinado, para acondicionar, embalar ou envasar os produtos abrangidos pelo Regulamento da Lei nº 6.894, de 1980, sem trazer quaisquer prejuízos à integridade, identidade ou qualidade destes; e *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

VII - Prestador de Serviço de Análise Laboratorial: pessoa jurídica possuidora de estrutura física e equipamentos adequados e pessoal habilitado e capacitado para realizar análises físicas, químicas e ou biológicas dos produtos abrangidos pelo Regulamento da Lei nº 6.894, de 1980, para fins de controle de qualidade dos estabelecimentos registrados no MAPA. *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

Seção I

Da Classificação dos Estabelecimentos, dos Prestadores de Serviços, dos Fornecedores de Minérios e dos Geradores de Materiais Secundários

Art. 3º Os estabelecimentos que produzem, comercializam, importam e exportam fertilizantes, corretivos, inoculantes, biofertilizantes, remineralizadores e substratos para plantas destinados à agricultura devem se registrar no MAPA e as empresas prestadoras de serviços de armazenamento, de acondicionamento, de análises laboratoriais, as geradoras de materiais secundários e os fornecedores de minérios devem se cadastrar no MAPA, sendo a sua classificação conforme as seguintes atividades, categorias e características adicionais: *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

Atividade	Categoria	Característica Adicional
PRODUTOR	Fertilizante Mineral	Simples
		Simples em Solução
		Simples em Suspensão
		Complexo
		Misto
	Fertilizante Orgânico	Simples
		Composto
		Misto
	Corretivo	Organomineral
		De Acidez
De Alcalinidade		
CONDICIONADOR DE SOLO	De Sodicidade	
	Condicionador de Solo	–
	Inoculante	–
	Biofertilizante	–
	Remineralizador	–
	Substrato para Plantas	–
	COMERCIAL	Produto comercializado embalado
Produto comercializado em granel		–
IMPORTADOR	Produto importado e comercializado embalado	–
	Produto importado e comercializado em geral	–
	Produto importado em granel e comercializado	–
EXPORTADOR	Produto exportado embalado	–
	Produto exportado em granel	–
PRESTADOR DE SERVIÇO E OUTROS	Serviço de Análise Laboratorial	Laboratório Próprio
		Laboratório Independente
	Serviço de Armazenagem	–
	Serviço de Acondicionamento	–
	Fornecedor de Minério	Mineradora
		Revendedora
Gerador de Material Secundário	Geradora	
	Revendedora	

(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)

§ 1º Observado o disposto nesta Instrução Normativa e nos atos normativos complementares do MAPA, os estabelecimentos produtores registrados no MAPA têm habilitação para importar, exportar e comercializar produtos, sem a necessidade de registro nas respectivas atividades de importador, exportador e comerciante, bem como podem prestar serviços de acondicionamento e armazenamento de produtos e gerar materiais secundários, sem a necessidade de se cadastrarem para tal. *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

§ 2º O laboratório pertencente a um estabelecimento registrado no MAPA é considerado um prestador de serviço de análises laboratoriais, ficando obrigado a se cadastrar como tal. *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

Seção II

Do Registro e Renovação de Registro de Estabelecimentos, do Cadastro e Renovação de Cadastro de Prestadores de Serviços, de Fornecedores de Minérios e de Geradores de Materiais Secundários, do Cancelamento e das Alterações de Registros e Cadastros

Art. 4º Para o registro e renovação de registro de estabelecimentos e para o cadastro de prestadores de serviços, fornecedores de minérios e geradores de materiais secundários, bem como para alterações ou cancelamentos destes, o interessado deve apresentar ao órgão responsável na Unidade da Federação onde o mesmo se localizar ou aportar no sistema próprio a ser disponibilizado pelo MAPA, por intermédio de metodologia eletrônica as informações exigidas e os documentos previstos pelo regulamento da Lei nº 6.894, de 1980, e pela legislação complementar.

§ 1º Observado o disposto no regulamento da Lei nº 6.894, de 1980, e nesta Instrução Normativa, os estabelecimentos que se dediquem ao comércio dos insumos abrangidos pela referida Lei, fazem o registro no órgão estadual, quando a atividade de fiscalização for realizada pela referida Unidade da Federação.

§ 2º O registro, a renovação de registro ou o cadastro e sua renovação são concedidos para cada unidade requerente, mediante procedimentos administrativos específicos, observadas as disposições contidas no Decreto nº 4.954, de 14 de janeiro de 2004, alterado pelo Decreto nº 8.059, de 26 de julho de 2013, assim como as exigências previstas nesta Instrução Normativa e nos atos administrativos complementares.

§ 3º A ausência das informações ou a não apresentação dos documentos exigidos acarretarão o indeferimento do pedido de registro ou de cadastro e de renovação de registro ou de cadastro.

§ 4º Sem prejuízo do disposto no § 1º do art. 5º, do Decreto nº 4.954, de 2004, alterado pelo Decreto nº 8.059, de 26 de julho de 2013, o cadastro de prestador de serviço, fornecedor de minérios e gerador de materiais secundários tem prazo de vigência de cinco anos, pode ser renovado por iguais períodos.

§ 5º Atendido o disposto no § 6º, do art. 5º, do regulamento aprovado pelo Decreto nº 4.954, de 2004, alterado pelo Decreto nº 8.059, de 26 de julho de 2013, e nesta Instrução Normativa, o registro de estabelecimento e o cadastro de prestador de serviço, fornecedor de minérios e gerador de materiais secundários têm validade até a decisão definitiva do MAPA sobre a renovação ou não do registro ou cadastro.

§ 6º Para o caso de novo registro ou novo cadastro de que trata o **caput**, decorrente exclusivamente de alteração de razão social, com mudança de CNPJ, sem que haja mudança física de endereço do estabelecimento ou empresa requerente, podem ser aceitos os protocolos dos pedidos de inscrição estadual ou municipal; de registro no conselho de classe de engenharia ou de química; e de licença de operação ou autorização equivalente expedida pelo órgão ambiental competente em nome da nova empresa, até a emissão da documentação definitiva.

§ 7º Para os fins de renovação de registro ou de cadastro de que trata o caput, nos casos em que a inscrição estadual ou municipal ou o registro no conselho de classe ou a licença de operação ou autorização equivalente expedida pelo órgão ambiental competente estiverem vencidas por ocasião da solicitação, podem ser aceitos os protocolos dos pedidos de renovação dos referidos documentos, desde que esses pedidos sejam realizados tempestivamente pelo interessado junto aos órgãos competentes. *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

§ 8º Para os casos de que tratam os § 6º e § 7º deste artigo, os estabelecimentos ficam obrigados a apresentar ao órgão de fiscalização do MAPA a documentação definitiva ou, no caso de indeferimento dos pedidos, a decisão dos órgãos responsáveis, no prazo de até vinte dias após a sua emissão pelo órgão competente. *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

§ 9º No caso de indeferimento dos pedidos de inscrição estadual ou municipal; de registro no conselho de classe de engenharia ou de química; e de licença de operação ou autorização equivalente expedida pelo órgão ambiental competente de que tratam os § 5º e § 6º deste artigo, o novo registro ou novo cadastro e a renovação de registro ou de cadastro concedidos são imediatamente cancelados.

§ 10. Expirado o prazo de validade do registro ou cadastro de que trata o **caput**, sem que o interessado tenha solicitado sua renovação, este será automaticamente cancelado.

Art. 5º Para obtenção de registro e de cadastro ou para renovação de registro ou cadastro devem ser atendidas em função da classificação do requerente as seguintes exigências quanto à documentação, instalações, equipamentos, controle de qualidade e assistência técnica:

I - os seguintes documentos atualizados devem ser digitalizados e anexados ao sistema próprio a ser disponibilizado pelo MAPA, por intermédio de metodologia eletrônica:

a) para o registro de Estabelecimento Produtor, bem como para o registro de Estabelecimentos Comercial, Importador e Exportador de produtos a granel:

1. instrumento social do estabelecimento (primeiro Contrato Social ou ATA de constituição) e suas alterações contratuais, ou contrato consolidado registrado no órgão competente, no qual deve constar endereço e localização, sendo que no Objetivo Social a habilitação para funcionamento do estabelecimento; e no caso de filiais deve ser apresentada também a alteração contratual ou ATA com a sua criação;

2. inscrições federal, estadual e municipal;

3. licença ambiental ou autorização de funcionamento equivalente, conforme legislação estadual ou municipal;

4. Certificado de Registro de Pessoa Jurídica no Conselho de Classe;
 5. Certificado de Anotação de Função Técnica (AFT) ou de Anotação de Responsabilidade Técnica (ART);
 6. declaração de que todas as exigências legais relativas à identificação dos produtos embalados ou a granel (informações obrigatórias e facultativas e as proibições) são atendidas tanto na embalagem ou rotulagem como na nota fiscal e no material de propaganda;
 7. croqui de localização, indicando principais vias de acesso, pontos de referência e coordenadas geográficas;
 8. planta baixa esquemática das instalações de produção, em formato A4, contendo os locais para armazenagem de matérias-primas devidamente numerados e com a respectiva capacidade mássica ou volumétrica, o local para armazenagem dos produtos acabados, o local para varreduras, para produtos devolvidos, para embalagens, a localização dos equipamentos, bem como a localização do escritório, do almoxarifado, da unidade de manutenção, do vestiário, dos banheiros, do refeitório, dentre outros;
 9. planta baixa esquemática em formato A4, de cada unidade de processo;
 10. quando existirem, os contratos de prestação de serviços de análises laboratoriais de controle de qualidade, industrialização, armazenagem e embalagem;
- b) para o registro de Estabelecimento Comercial, Importador e Exportador que adquirem e revendem exclusivamente produtos embalados:
1. instrumento social do estabelecimento (primeiro Contrato Social ou ATA de constituição) e suas alterações contratuais, ou contrato consolidado registrado no órgão competente, no qual deve constar endereço e localização, e no Objetivo Social a habilitação para funcionamento do estabelecimento; sendo que no caso de filiais deve ser apresentada inclusive a alteração contratual ou ATA com a sua criação;
 2. inscrições federal, estadual e municipal;
 3. planta baixa esquemática das instalações em formato A4;
 4. croqui de localização, indicando principais vias de acesso, pontos de referência e coordenadas geográficas;
 5. quando existir, o contrato de prestação de serviços de análises laboratoriais de controle de qualidade e de armazenagem;

6. Certificado de Registro de Pessoa Jurídica no Conselho de Classe, somente para os Estabelecimentos Importadores de produtos; e *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

7. Certificado de Anotação de Função Técnica (AFT) ou de Anotação de Responsabilidade Técnica (ART), somente para os Estabelecimentos Importadores de produtos. *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

c) para o Cadastro de Laboratórios;

1. instrumento social do estabelecimento (primeiro Contrato Social ou ATA de constituição) e suas alterações contratuais, ou contrato consolidado registrado no órgão competente;

2. inscrições federal, estadual e municipal e Certidão de Registro de pessoa jurídica junto ao conselho de classe;

3. croqui de localização, indicando principais vias de acesso, pontos de referência e coordenadas geográficas;

4. planta baixa esquemática das instalações em formato A4;

5. certificado de Anotação de Função Técnica (AFT) ou de Anotação de Responsabilidade Técnica (ART);

6. comprovação de participação em programa interlaboratorial na área objeto do cadastro ou a comprovação de que tem implementado um sistema de qualidade laboratorial;

7. fluxograma operacional contendo descrição de todo o fluxo da amostra no laboratório, da recepção até a análise, com informações sobre o sistema de registros, seu monitoramento e arquivamento;

d) para o Cadastro de Prestadores de Serviço de Armazenagem e de Acondicionamento;

1. instrumento social do estabelecimento (primeiro Contrato Social ou ATA de constituição) e suas alterações contratuais;

2. inscrições federal, estadual e municipal;

3. licença ambiental expedida pelo órgão competente, no caso de armazenagem a granel e acondicionamento de produtos;

4. croqui de localização, indicando principais vias de acesso, pontos de referência e coordenadas geográficas;

5. planta baixa esquemática das instalações em formato A4, contendo a localização e identificação das áreas de armazenagem e a localização dos equipamentos de embalagem;

revender;

2. inscrições federal, estadual e municipal;
3. portaria(s) de Concessão de Lavra para cada minério abrangido pela legislação específica que irá fornecer e

4. contrato de fornecimento de minério(s) firmado entre a detentora da concessão de lavra e o revendedor;
f) para o Cadastro de Geradores de Materiais Secundários:

1. instrumento social (primeiro Contrato Social ou ATA de constituição) e suas alterações contratuais;
2. inscrições federal, estadual e municipal;

3. descrição do processo de obtenção do material secundário;

4. licença ambiental ou autorização equivalente fornecida pelo órgão ambiental competente;

5. croqui de localização, indicando principais vias de acesso, pontos de referência e coordenadas geográficas;

II - as instalações e equipamentos devem ser localizados, projetados, construídos, adaptados e mantidos de forma que sejam adequados às operações a serem executadas, conforme a classificação do estabelecimento quanto à atividade e categoria, atendendo plenamente à finalidade de uso proposto e garantindo a integridade, segurança e conformidade das matérias-primas e produtos acabados, devendo dispor, além de uma unidade administrativa, de:

a) para os produtores de fertilizantes e biofertilizantes:

1. unidade de armazenamento de matéria-prima;
2. equipamento de movimentação da matéria-prima;
3. equipamento para dosagem de matéria-prima;
4. unidade de beneficiamento e de mistura, de reação e de fermentação;
5. equipamento de granulação;
6. equipamento de pesagem;
7. equipamento de embalagem;
8. unidade de armazenamento de produto acabado;

b) para os produtores de corretivos, de remineralizadores e de substrato para plantas: *(Alterada pela IN MAPA nº 6,*

de 10/03/2016)

1. unidade de armazenamento de matéria-prima;
 2. equipamento de movimentação de matéria-prima;
 3. unidade de moagem ou beneficiamento;
 4. unidade dosadora e de mistura;
 5. unidade de pesagem;
 6. unidade de embalagem;
 7. unidade de armazenamento de produto acabado;
- c) para os produtores de inoculantes:
1. estufa bacteriológica com regulagem de temperatura;
 2. câmara de fluxo laminar;
 3. sala de fermentação com paredes construídas ou revestidas com materiais impermeáveis e laváveis, que devem ainda ser lisas, sem frestas ou rachaduras, fáceis de limpar e desinfetar;
 4. caldeira com reaproveitamento do condensado ou autoclave;
 5. fermentadores de material inalterável, dotados de fechamento hermético e filtro para a entrada de ar durante o resfriamento;
 6. compressor de ar dotado de filtro para a eliminação de água e óleo;
 7. filtros bacteriológicos;
 8. sistema de movimentação e de armazenamento adequados para matéria-prima e produto acabado;
 9. sistema de embalagem e pesagem de produto;
 10. instalações e equipamentos para o controle de qualidade;
- d) para estabelecimentos importador e comercial que adquirem e comercializam produtos a granel ou importam produtos a granel para comercialização em embalagens próprias:
1. instalação para armazenagem, com áreas individualizadas para produtos, de acordo com tipo, registro ou autorização e garantias;

- 2. equipamento para movimentação de produto;
- 3. unidade de pesagem de produto;
- 4. unidade embaladora;
- e) para estabelecimentos importador e comercial que adquirem e revendem produtos embalados: unidade para armazenagem;
- f) para os prestadores de serviços de análises laboratoriais:
 - 1. instalações adequadas para o recebimento, controle e análise das amostras dos diferentes produtos, de modo a evitar contaminações cruzadas;
 - 2. equipamentos condizentes com as análises e metodologias propostas;
- g) para os prestadores de serviços de armazenagem:
 - 1. instalação para armazenagem de produtos;
 - 2. equipamento de movimentação de produtos;
 - 3. unidade de pesagem;
- h) para prestador de serviço de acondicionamento:
 - 1. unidade para armazenagem de produtos;
 - 2. equipamento de movimentação de produtos;
 - 3. equipamento para homogeneização de produtos;
 - 4. unidade de pesagem;
 - 5. unidade embaladora;
- III - controle de qualidade:

1. os estabelecimentos produtor, importador, exportador, bem como o estabelecimento comercial de produtos a granel, são responsáveis pela qualidade dos produtos por ele fabricados, importados, exportados e comercializados, e os estabelecimentos na condição de comerciantes de produtos embalados, são responsáveis pela correta armazenagem, proteção e guarda destes, enquanto detentores dos mesmos, de modo que seja garantida a adequabilidade dos produtos aos fins a que se destinam, sendo cumpridos os requisitos estabelecidos pela legislação de regência;

2. a descrição do controle de qualidade deve contemplar:
- 2.1. procedimentos padronizados e instruções de trabalho para todas as etapas da produção com identificação dos respectivos responsáveis;
 - 2.2. programas de manutenção preventiva para instalações e equipamentos e de calibração periódica de equipamentos;
 - 2.3. procedimentos para detecção de não conformidades em produtos e processos, com investigação de causas, avaliação, registro e adoção de medidas para prevenir sua repetição;
 - 2.4. Plano de amostragem para análise de qualidade de matérias-primas e produtos acabados, cuja elaboração deve levar em consideração as diretrizes estabelecidas nas normas NBR 5426 e NBR 5427 ou sistema similar aprovado pelo MAPA; *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*
 - 2.5. Sistema de documentação e registros das intervenções realizadas em relação a todos os requisitos do controle de qualidade; e *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*
 - 2.6. Programa de rastreabilidade e critérios e procedimentos para o recolhimento de produtos não conformes ou de formas de compensação ao consumidor, observado o disposto nos §§ 3º e 5º deste artigo. *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

IV - para fins de registro e fiscalização será exigida assistência técnica permanente de profissional habilitado, com a conseqüente responsabilidade funcional, quando se tratar de atividade de produção e importação, bem como quando se tratar de atividade de comercialização de produtos a granel.

§ 1º As exigências previstas nos incisos I, II e III deste artigo poderão ser ampliadas ou suprimidas em função da(s) especificidade(s) da(s) atividade(s) a ser(em) desenvolvida(s) pelo requerente do registro ou cadastro junto ao MAPA, desde que tecnicamente justificada pela fiscalização.

§ 2º As informações previstas nos incisos II e III do **caput** farão parte do memorial descritivo relativo às instalações, equipamento e de controle de qualidade.

§ 3º A empresa deve manter no estabelecimento, pelo prazo de cinco anos, os registros e documentos referentes aos procedimentos citados no inciso III deste artigo, arquivados de forma organizada e de fácil acesso, impressos ou em meio digital. *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

§ 4º Os prestadores de serviço de análises laboratoriais, terão prazo de doze meses contados da publicação desta Instrução Normativa para atender o disposto no item 6, alínea “c”, inciso I deste artigo.

§ 5º O recolhimento de produto não conforme, de que trata o art. 46 do anexo do Decreto nº 4.954, de 2004, deve ser feito obrigatoriamente: *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

I - quando se tratar de produto contaminado, esteja ele no comércio ou em poder do consumidor ou agricultor; *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

II - quando o produto apresentar deficiência das garantias registradas ou declaradas, nos seguintes casos: *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

a) estiver no comércio e não for possível a sua reetiquetagem para adequação às garantias reais; *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

b) for uma exigência do consumidor ou agricultor adquirente e detentor do produto, quando não houver acordo deste com o vendedor do insumo sobre formas de compensação para suprir a deficiência apresentada pelo produto. *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

§ 6º Observado o disposto no § 5º deste artigo, fica estabelecido o prazo de até dez dias, após sua efetivação pelo estabelecimento, para a comunicação ao MAPA do recolhimento de produto de que trata o inciso II do Art. 75 do Anexo do Decreto nº 4.954, de 2004. *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

§ 7º Fica também obrigada a se cadastrar no MAPA, como gerador de material secundário, a pessoa física ou jurídica que vier revender estes materiais gerados por terceiros, para uso direto na agricultura ou como matéria-prima para a fabricação de produtos, cuja comercialização deve observar o disposto no art. 16 do Anexo do Decreto nº 4.954, de 2004. *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

Art. 6º Para fins de concessão de registro e cadastro e suas renovações ou aprovação de alteração de registro ou cadastro para outras atividades e categorias, ou ainda no caso de mudança física de endereço da empresa, o atendimento às exigências previstas neste Capítulo no que concerne às instalações e equipamentos, são objeto de comprovação mediante realização de vistoria prévia pelo órgão de fiscalização competente, que expede o competente Laudo de Vistoria.

Parágrafo único. Os estabelecimentos importadores de produtos em suas embalagens originais e os estabelecimentos comerciais de produtos embalados exclusivamente, bem como os fornecedores de minérios e os geradores de materiais secundários, ficam dispensados de realização de vistoria prévia para fins de concessão de registro ou renovação de registro ou de cadastro, conforme o caso. *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

CAPÍTULO II DA CLASSIFICAÇÃO E REGISTRO DE PRODUTOS

Seção I

Da Classificação dos Produtos

Art 7º Os produtos terão a seguinte classificação:

I - fertilizantes:

a) quanto à natureza, em:

1. fertilizante mineral;
2. fertilizante orgânico;

b) quanto aos nutrientes, em:

1. fertilizante mononutriente;
2. fertilizante binário;
3. fertilizante ternário;
4. fertilizante com macronutrientes secundários;
5. fertilizante com micronutrientes;

c) quanto à categoria, em:

1. fertilizante mineral simples;
2. fertilizante mineral simples em solução;

3. fertilizante ternário;
 4. fertilizante com macronutrientes secundários;
 5. fertilizante com micronutrientes;
- c) quanto à categoria, em:
1. fertilizante mineral simples;
 2. fertilizante mineral simples em solução;
 3. fertilizante mineral simples em suspensão;
 4. fertilizante mineral misto;
 5. fertilizante mineral complexo;
 6. fertilizante orgânico simples;
 7. fertilizante orgânico misto;
 8. fertilizante orgânico composto;
 9. fertilizante organomineral;
- d) quanto ao modo de aplicação:
1. via foliar;
 2. via solo;
 3. via fertirrigação;
 4. via hidroponia;
 5. via semente;
- II - corretivos:
- a) quanto à natureza, em:
1. corretivo mineral;
 2. corretivo orgânico;

3. corretivo químico ou sintético.
- b) quanto à categoria, em:
 1. corretivo de acidez;
 2. corretivo de alcalinidade;
 3. corretivo de sodicidade; e (*Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016*)
 4. condicionador de solo. (*Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016*)
- III - inoculante;
- IV - biofertilizante;
- V - remineralizador; e (*Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016*)
- VI - substrato para plantas. (*Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016*)

Seção II

Do Registro de Produto, Das Isenções de Registro de Produto e Das Autorizações

Art. 8º Para o registro de produtos e para concessão de autorizações para comercialização ou uso de materiais secundários; para importação de produtos para fins de pesquisa ou para análise de qualidade e para importação de produtos pelo consumidor final para uso próprio, o interessado deverá apresentar à representação do MAPA na Unidade da Federação onde o mesmo se localizar ou aportar no sistema próprio, a ser disponibilizado pelo MAPA, por intermédio de metodologia eletrônica, as informações exigidas e os documentos previstos pelo regulamento da Lei nº 6.894, de 1980, e pela legislação complementa.

§ 1º Os pedidos de registro de produto e das autorizações de que trata o **caput** deste artigo, serão analisados e decididos pelo órgão técnico de fiscalização do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento da Unidade da Federação onde estiver localizado o requerente.

§ 2º Sem prejuízo do disposto no art. 15 do Anexo do Decreto nº 4.954, de 2004, alterado pelo Decreto nº 8.059, de 2013, quando os métodos analíticos oficiais não se adequarem à análise de produtos novos, o interessado deverá

apresentar a descrição detalhada do método alternativo indicado, para fins de seu reconhecimento pelo órgão competente do MAPA, sob pena de indeferimento do pedido de registro do produto.

§ 3º Observado o disposto no art. 16 do Anexo do Decreto nº 4.954, de 2004, alterado pelo Decreto nº 8.059, de 26 de julho de 2013, as autorizações para comercialização de materiais secundários serão específicas e de acordo com a finalidade de uso proposto, tendo seu prazo de validade condicionado ao prazo de validade do documento específico expedido pelo órgão ambiental competente.

§ 4º As autorizações, para importação de produtos para fins de pesquisa ou para análise de qualidade e para importação de produtos pelo consumidor final para uso próprio, serão expedidas para uso exclusivo do ente requerente, sendo válidas somente para cada amostra, lote ou partida de produto ou material importado.

§ 5º As cooperativas agropecuárias se equivalem ao consumidor final, quando realizarem importações de produtos para uso exclusivo de seus cooperados, conforme caracterizado no ato cooperativo, de acordo com a Lei nº 5.764, de 16 de dezembro de 1971.

§ 6º Observado o disposto no art. 13 do Capítulo IV desta Instrução Normativa, o registro de produto poderá ser concedido também com base no contrato de prestação de serviço de industrialização apresentado pelo Estabelecimento Produtor contratante. *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

Art. 9º Sem prejuízo do disposto nos arts. 45 e 46 do regulamento aprovado pelo Decreto nº 4.954, de 2004, alterado pelo Decreto nº 8.059, de 26 de julho de 2013, os produtos adquiridos no mercado externo por estabelecimentos produtores como matéria-prima para utilização na produção, serão dispensados de registro, sendo vedada a sua revenda nessa condição, excetuado a sua transferência para outras unidades de estabelecimentos da mesma empresa ou remessa para industrialização.

Art. 10. O Estabelecimento Produtor que adquirir produto no mercado interno para uso como matéria-prima pode comercializá-lo na condição de produto acabado, desde que o registre no MAPA, ficando o estabelecimento produtor dispensado de se registrar na característica adicional da categoria correspondente exigida para a obtenção do registro do produto em referência. *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016) (excluída o parágrafo único pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

Art. 11. Os critérios para registro, os limites de garantias e especificações relativas aos produtos, bem como os teores limitrofes de contaminantes referentes a agentes fitotóxicos, agentes patogênicos ao homem, animais e plantas, metais pesados tóxicos, pragas, ervas daninhas ou ainda outros agentes e microorganismos que não os declarados no registro, serão estabelecidos em ato administrativo do Ministro de Estado da Agricultura, Pecuária e Abastecimento ou, por delegação deste, em ato administrativo do Secretário de Defesa Agropecuária ou, por subdelegação deste, ao Diretor do Departamento de Fiscalização de Insumos Agrícolas. *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

CAPÍTULO III DA EMBALAGEM E ROTULAGEM DOS PRODUTOS

Art. 12. A embalagem e a rotulagem dos produtos comercializados no Brasil, além de atender ao disposto no regulamento da Lei nº 6.894, de 1980, e nas legislações complementares, deverão conter informações corretas, claras e precisas sobre suas características e qualidades, indicação e recomendação de uso, quantidade, garantia, origem e, quando for o caso, composição, cultura(s) a que se destina(m), dosagem, cuidados, restrições, precauções, contraindicações, incompatibilidades e riscos que apresentam à saúde humana, animal e ao meio ambiente.

§ 1º Nas embalagens ou rótulos dos produtos, as informações devem ser legíveis e indelévels, sob condições normais de conservação, dispostas em local de fácil visualização e estar agrupadas por tipo e afinidade de informação.

§ 2º O rótulo pode conter a identificação de mais de uma unidade industrial de uma mesma empresa, desde que identificada a unidade responsável pela fabricação do produto.

§ 3º O rótulo de produto fabricado sob terceirização deve conter também a expressão: "Produzido por..." (indicar o nome empresarial ou o número de registro do estabelecimento produtor contratado ou ambos).

§ 4º Para os produtos comercializados a granel, as informações exigidas devem constar da nota fiscal e de documento auxiliar da nota fiscal.

CAPÍTULO IV

DA PRESTAÇÃO DE SERVIÇOS DE INDUSTRIALIZAÇÃO, ARMAZENAMENTO, ACONDICIONAMENTO E ANÁLISE LABORATORIAL

Art. 13. As prestações de serviços de industrialização, de armazenamento, de acondicionamento e de análise laboratorial serão realizadas mediante a celebração de contrato entre as partes, o qual deve estar de acordo com o disposto nesta Instrução Normativa e no regulamento aprovado pelo Decreto no 4.954, de 2004. *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

§ 1º Os contratos de industrialização somente podem ser celebrados entre estabelecimentos produtores registrados no MAPA na mesma categoria ou entre um estabelecimento produtor e o consumidor final, sendo que: *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

I - o produto a ser fabricado deve estar registrado em nome do estabelecimento contratante, ressalvados os casos previstos no Decreto nº 4.954, de 2004, alterado pelo Decreto nº 8.059, de 2013, e em atos administrativos próprios;

II - o estabelecimento contratado só pode fabricar o produto do contratante se estiver habilitado para tal;

III - o contrato de industrialização entre estabelecimentos produtores deve conter cláusula que mencione de forma clara que, para fins de fiscalização do MAPA, a qualidade do produto a ser industrializado é de responsabilidade da empresa contratante, detentora do seu registro;

IV - O estabelecimento contratado deve manter em sua unidade fabril, durante a vigência do contrato de industrialização, cópia deste, bem como de todos os documentos relacionados ao controle e fabricação dos produtos contratados; *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

V - O estabelecimento contratado deve dispor de boxes independentes para armazenagem de matérias-primas, devidamente identificados em relação ao estabelecimento responsável pela qualidade das mesmas, sendo permitida a armazenagem de matérias-primas de mesma especificação pertencentes a estabelecimentos distintos no mesmo box, desde que as garantias granulométricas e químicas nominais ou de análise de controle de qualidade não difiram entre si, conforme valores de divergência estabelecidos no art. 24 desta Instrução Normativa, ficando, contudo, a contratada obrigada a utilizar o menor valor de análise das matérias-primas misturadas para o cálculo das formulações dos produtos; e *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

VI - o contratante deve monitorar junto ao contratado o processo produtivo do mesmo, de modo que seja assegurado o cumprimento de seu programa de controle de qualidade conforme fixado no seu processo de registro de estabelecimento junto ao MAPA, durante o período que o mesmo estiver produzindo para si sob a vigência do contrato de industrialização. *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

§ 2º Os serviços de armazenamento e acondicionamento somente podem ser contratados junto a estabelecimento registrado ou empresas cadastradas no MAPA habilitados a prestar tais serviços, sendo que:

I - podem contratar estes serviços os estabelecimentos registrados no MAPA ou o consumidor final;

II - o Estabelecimento Contratado deve manter em sua unidade, durante a vigência do contrato, cópia deste; e

III - é permitida a armazenagem de matérias-primas de diferentes estabelecimentos contratantes do serviço de armazenagem no mesmo box, desde que estas sejam de mesmas garantias granulométricas e químicas.

§ 3º Os contratos de prestação de serviços laboratoriais devem conter cláusula estabelecendo o prazo para realização das análises contratadas.

§ 4º O prazo a que se refere o § 3º deste artigo deve ser compatível com os procedimentos escritos no controle de qualidade do estabelecimento, de modo que seja possível adotar tempestivamente as providências necessárias visando à correção de problemas e à prevenção de sua repetição, em razão dos resultados obtidos no controle de qualidade efetuado.

§ 5º Sem prejuízo do disposto no art. 16 desta Instrução Normativa, o laboratório cadastrado pertencente a um estabelecimento registrado no MAPA fica dispensado de celebrar contrato de prestação desses serviços para os outros estabelecimentos filiais da mesma empresa, registrados no MAPA. *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

CAPÍTULO V DA INSPEÇÃO E FISCALIZAÇÃO

Art. 14. A inspeção e a fiscalização são realizadas por meio de exames e vistorias dos equipamentos e instalações, da matéria-prima e do produto acabado, da documentação de controle da produção, importação, exportação e comercialização, do processo produtivo, da embalagem, rotulagem e propaganda dos produtos e do controle de qualidade.

Art. 15. Além dos documentos relacionados no art. 5º desta Instrução Normativa, os estabelecimentos, no que couber, em função de sua classificação, deverão manter atualizados e permanentemente à disposição da fiscalização, na unidade de produção, os seguintes documentos e registros:

I - ordens de Produção ou de Carregamento dos últimos doze meses, contendo, no mínimo, a numeração ou identificação, o número de registro, as garantias e a composição do produto a ser formulado em partes por mil ou múltiplos, bem como as garantias granulométricas e químicas das matérias-primas utilizadas para fechamento das formulações dos produtos, número do lote, a data de fabricação e o destinatário;

II - Notas Fiscais Eletrônicas, em meio digital (formato ".xls"), e Documento Auxiliar de Nota Fiscal Eletrônica (DANFE) de entrada e saída de matérias-primas e produtos acabados dos últimos cinco anos, impressos ou em meio digital; *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

III - planilhas ou laudos relacionados ao controle de qualidade das matérias-primas e produtos acabados, dos últimos cinco anos, contendo, no mínimo, as seguintes informações: *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

a) no caso de planilhas: identificação da amostra, descrição do material amostrado, data de coleta da amostra, data de recebimento da amostra pelo laboratório, data de emissão dos resultados, quantidade de produto que representa a amostra coletada, número do lote (produto acabado), especificações químicas e físicas garantidas e resultados analíticos; e *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

b) no caso de laudos: além das informações exigidas para as planilhas, devem conter o número do laudo, a razão social e número de registro do estabelecimento contratante no MAPA. *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

IV – no caso de laudos ou planilhas impressas, a compilação dos dados do controle de qualidade de matérias-primas e de produtos acabados, dos últimos cinco anos, em planilhas em meio digital (formato ".xls"), conforme modelos disponibilizados pela fiscalização; *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

V - relatório atualizado da posição de estoque de matérias-primas e produtos acabados;

VI - relatórios trimestrais de produção, importação, exportação e comercialização, dos quatro últimos trimestres, em meio digital;

VII - documentação relacionada a importações, exportações e fabricação de produto sob encomenda;

VIII - pasta contendo os termos de inspeção e fiscalização, de intimação, de apreensão e liberação, de embargo e desembargo, auto de infração, laudo de vistoria de estabelecimento, emitidos pela fiscalização no estabelecimento dos últimos cinco anos; e *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

IX - pasta contendo os certificados de registro de produto.

§ 1º Sempre que solicitado pela fiscalização, as empresas deverão disponibilizar informações sistematizadas através da edição de planilha em meio digital contendo todos os campos das notas fiscais eletrônicas de entrada e saída de matérias-primas e produtos acabados, conforme modelo a ser disponibilizado pela fiscalização.

§ 2º As empresas que utilizam somente planilhas digitais para postagem dos dados das análises laboratoriais devem ser capazes de emitir laudos de amostras específicas, quando solicitado pela fiscalização.

§ 3º É facultado às empresas manter cópias de tais documentos em meio digital.

Art. 16. Os laboratórios cadastrados no MAPA como prestadores de serviços de análises laboratoriais enviarão ao órgão de fiscalização da Unidade da Federação onde se localizar os estabelecimentos contratantes e ao órgão de fiscalização da Unidade da Federação onde estiver localizado o laboratório, no prazo de até quinze dias, após o final de cada mês, relatório em meio digital com as informações separadas por estabelecimento, por meio do preenchimento de formulário apropriado que deverá conter, no mínimo, as seguintes informações: *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

I - identificação do laboratório;

II - razão social e registro do(s) estabelecimento(s) contratante(s);

III - número de amostras recebidas para análises no mês e o acumulado no ano;

IV - número de determinações realizadas por analito no mês e o acumulado no ano; e

V - número de laudos enviados a contratante no mês e o acumulado no ano.

§ 1º Os laboratórios cadastrados no MAPA como prestadores de serviços de análises laboratoriais deverão manter nas suas dependências, à disposição da fiscalização, cópias impressas ou digitais dos referidos relatórios mensais.

§ 2º O não encaminhamento ao MAPA do relatório previsto no **caput** deste artigo sujeitará o infrator às sanções previstas no Decreto nº 4.954, de 2004, alterado pelo Decreto nº 8.059, de 2013, e a não renovação do cadastro.

Art. 17. Os laboratórios cadastrados no MAPA deverão manter, de forma sistematizada, à disposição da fiscalização, pelo prazo de cinco anos, contados da realização das análises, os registros referentes ao recebimento das amostras, os registros ou anotações de bancada e os laudos analíticos das análises das amostras de controle de qualidade enviadas pelos estabelecimentos. *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

Seção I

Dos Documentos de Fiscalização

Art. 18. São documentos de uso exclusivo da fiscalização:

I - o laudo de vistoria de estabelecimento;

II - o laudo de vistoria de laboratório;

III - o termo de inspeção e fiscalização;

IV - o termo de coleta de amostra;

V - o termo de apreensão;

VI - o termo de embargo;

VII - o termo de liberação;

- VIII - o termo de desembargo;
- IX - o auto de infração;
- X - o termo aditivo;
- XI - o termo de intimação;
- XII - o termo de interdição;
- XIII - o termo de destinação;
- XIV - o certificado de análise de fiscalização;
- XV - o certificado de análise pericial ou de contraprova;
- XVI - o termo de julgamento; e
- XVII - a notificação de julgamento.

§ 1º O termo aditivo é o documento hábil para correção de qualquer impropriedade ou erro material na emissão dos documentos lavrados pela fiscalização, assim como acrescentar informações que sirvam para elucidar, alterar ou complementar os dizeres do(s) termo(s) ao(s) qual(is) se vincula.

§ 2º Os modelos de formulários e documentos previstos neste artigo e outros destinados ao controle e à execução da inspeção e fiscalização serão padronizados via sistema eletrônico próprio do MAPA. *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

Seção II

Da Amostragem e Preparo das Amostras

Art. 19. A coleta de amostras de produtos sólidos deve ser feita com sonda dupla perfurada de ponta cônica (subitens 1.1, 1.2 e 1.3 do item 1 do Anexo desta Instrução Normativa), tomando-se as frações retiradas dos mesmos, que serão reunidas, homogeneizadas e quarteadas, em conformidade com o art. 60, do regulamento aprovado pelo Decreto nº 4.954, de 2004.

§ 1º No caso de produto estocado a granel, para lote ou partidas de até 100 (cem) toneladas, serão coletadas 10 (dez) porções em pontos diferentes, escolhidos ao acaso; sendo que em lotes ou partidas superiores a 100 (cem) toneladas, deverão ser retiradas 10 (dez) porções mais 1 (uma) para cada 100 (cem) toneladas ou fração no caso de fertilizante simples, fertilizante complexo, fertilizante granulado ou microgranulado, corretivos de acidez, de alcalinidade e de sodicidade e remineralizadores; ou de 10 (dez) porções mais 3 (três) para cada 100 (cem) 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. *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

I - para quantidades superiores a 500 (quinhentas) toneladas deve ser adotada a seguinte tabela para definição do tamanho do lote a ser considerado pela fiscalização:

Quantidade (Tonelada)	Tamanho do Lote Considerado
Até 500	500 ton
Acima de 500 até 1500	500 ton + 50% da diferença entre o total existente e 500 ton
Acima de 1500	500 ton + 30% da diferença entre o total existente e 500 ton

II - como alternativa ao método de amostragem de produtos estocados a granel descrito no § 1º deste artigo, a fiscalização poderá adotar a metodologia utilizada pela empresa fiscalizada para o controle de qualidade de seus produtos.

§ 2º No caso de coleta de amostras em equipamentos de carga ou descarga (correias, roscas, calhas e bicas), as porções poderão ser coletadas com amostrador (subitens 2.1, 2.2 e 2.3 do Anexo desta Instrução Normativa), extraindo-se, no mínimo, 10 (dez) porções a intervalos regulares definidos de comum acordo com a empresa fiscalizada, após o estabelecimento de fluxo contínuo e uniforme de produto.

§ 3º No caso de produtos acondicionados em embalagens maiores de 60 (sessenta) quilogramas, a amostragem deve ser executada inserindo-se a sonda verticalmente em três pontos diferentes em cada embalagem.

§ 4º Quando o lote ou partida de produto for superior a 200 (duzentas) unidades, este deverá ser subdividido em lotes ou partida de 200 (duzentas) embalagens ou fração.

§ 5º O número de embalagens a serem amostradas deverá ser:

Tamanho do Lote ou Partida (número de embalagens)	Número Mínimo de Embalagens a serem Amostradas
Até 50	5
51 a 100	10
101 a 150	15
151 até 200	20

§ 6º No caso de produtos acondicionados em embalagens maiores de 10 (dez) até 60 (sessenta) quilogramas, a amostragem deverá ser executada inserindo a sonda fechada (item 3 do Anexo desta Instrução Normativa), segundo diagonal, abrindo a sonda dentro do saco para que o produto caia pelos furos, em seguida fechá-la e retirá-la, sendo que:

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:

Tamanho do Lote ou Partida (número de embalagens)	Número Mínimo de Embalagens a serem Amostradas
Até 50	7
51 a 100	10
superior a 100 até 4.000	10 + 2% da totalidade

IV - no caso de produto armazenado em pilhas, os sacos devem 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.

§ 7º No caso de produtos acondicionados em embalagens de até 10 (dez) quilogramas, a amostragem deverá ser executada, retirando-se embalagens de diferentes posições do lote ou partida, aleatoriamente, conforme:

Tamanho do Lote ou Partida (número de embalagens)	Número Mínimo de Embalagens a serem Amostradas
Até 20	5
21 a 50	7
51 a 100	10
superior a 100 até 1.000	10 + 0,50% 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.

§ 8º No caso dos fertilizantes orgânicos, condicionadores de solo e substratos, para os quais a coleta de amostra por meio de sonda não seja possível em razão das características do produto, poderá ser utilizado outro instrumento ou meio que viabilize a amostragem.

§ 9º Também terá valor, para fins de fiscalização, a amostragem realizada pelo estabelecimento, segundo metodologia adotada para seu controle de qualidade, desde que sob a supervisão da Fiscalização.

Art. 20. As porções de amostra coletadas devem ser colocadas em recipiente limpo e seco, e homogeneizadas convenientemente, após o que serão quarteadas, por um dos métodos a seguir:

I - QUARTEAÇÃO MANUAL: deposita-se o produto coletado em uma superfície lisa e limpa, dividindo-o em quatro partes iguais, segundo ângulos retos; escolhe-se duas partes de dois ângulos opostos e despreza-se as outras duas; junta-se as duas partes escolhidas, homogeneizando-as convenientemente, repetindo-se a operação o número de vezes necessárias para se obter quantidade de produto suficiente para compor quatro subamostras (item 4 do Anexo desta Instrução Normativa); ou

II - QUARTEAÇÃO POR QUARTEADOR TIPO JONES: deverá ser usado o quarteador tipo JONES (item 5 do Anexo desta Instrução Normativa), possuindo, no mínimo, oito vãos de separação, com largura mínima de 15 mm (quinze milímetros) cada e acompanhado de quatro bandejas retangulares, da seguinte forma:

a) Quando a amostra coletada apresentar volume superior ao volume que comporta uma bandeja do quarteador tipo Jones, a quarteação deverá ser efetuada em duas partes, conforme os seguintes critérios:

1. Primeira parte:

1.1. inicialmente homogeneizar toda a amostra coletada em um recipiente limpo e seco;

1.2. distribuir a amostra homogeneizada em duas bandejas do quarteador e posicionar as outras duas bandejas vazias na base do quarteador;

1.3. derramar o conteúdo das bandejas sobre o quarteador, virando-as segundo seu eixo maior paralelamente ao eixo maior do quarteador;

1.4. descartar o conteúdo de uma das bandejas colocadas na base do quarteador; sendo que o conteúdo da outra bandeja deve ser acondicionado em um recipiente limpo e seco, que comporá a amostra final; e

1.5. repetir esta operação quarteando toda a amostra quantas vezes forem necessárias para se reduzir a amostra final ao volume de uma bandeja do quarteador tipo Jones ou um volume de aproximadamente 1.400 centímetros cúbicos.

2. Segunda parte:

2.1. a amostra final reduzida e correspondente ao volume mencionado no subitem 1.5. do item 1. deste inciso deverá ser novamente homogeneizada em um recipiente limpo e seco;

2.2. transferir esta amostra homogeneizada para uma bandeja do quarteador;

2.3. posicionar duas bandejas vazias na base do quarteador;

2.4. derramar o conteúdo da bandeja sobre o quarteador, virando-a segundo seu eixo maior paralelamente ao eixo maior do quarteador, não descartando nenhuma das bandejas posicionadas na base do quarteador;

2.5. retirar da base do quarteador as duas bandejas com o produto e posicionar nessa base outras duas bandejas vazias;

2.6. pegar uma das bandejas com o produto e quartear, obtendo-se duas subamostras de volume correspondente a aproximadamente um quarto do volume de uma bandeja do quarteador tipo Jones cada uma, ou seja, aproximadamente 350 cm^3 (trezentos e cinquenta centímetros cúbicos);

- 2.7. pegar a outra bandeja e repetir a operação, obtendo-se mais duas subamostras;
- 2.8. acondicionar individualmente cada uma das quatro subamostras obtidas em recipientes apropriados, devidamente lacrados; e
- b) quando o total da amostra coletada tiver o volume de uma bandeja ou aproximadamente um volume de 1.400 cm³ (mil e quatrocentos centímetros cúbicos), para sua quarteação deve ser aplicada somente a segunda parte dos critérios de quarteação constantes do item 2. deste inciso.

Art. 21. A coleta de amostras de produtos fluidos deve ser feita com frascos amostradores ou outro instrumento que viabilize a amostragem e em conformidade com o art. 60 do Anexo do Decreto n° 4.954, de 2004, alterado pelo Decreto n° 8.059, de 2013.

§ 1º No caso de 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 frasco de polietileno ou vidro, provido de fecho hermético para evitar evaporação; o uso dos amostradores (item 6. do Anexo desta Instrução Normativa) é necessário quando não houver condições de homogeneização do líquido no depósito;

II - suspensões e soluções com materiais em suspensão: agitar o produto armazenado até completa homogeneização, aproximadamente quinze minutos, introduzindo um dos tipos de frascos amostradores pelo alto do depósito até o fundo, erguendo-o lentamente durante o seu enchimento, transferindo o produto para o frasco de amostra com fecho hermético;

III - soluções amoniacais: a amostragem baseia-se na purga contínua da solução armazenada, colhendo-se a amostra como parte do fluxo de purga e diluindo-a imediatamente em água, preparando os frascos de amostra no laboratório, juntando cerca de 500 ml (quinhentos mililitros) de água destilada, tampar e pesar (+ 0,1 g); conectar o aparelho (item 7 do Anexo desta Instrução Normativa) 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 ml (cem mililitros) de amostra, sendo que o frasco não deve expandir até sua forma original, durante a operação, fechando as válvulas 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

IV - amônia anidra: abrir as válvulas do ponto de amostragem (subitem 8.4. do item 8. do Anexo desta Instrução Normativa); purgar um a dois litros de amônia e fechar a válvula da ponta; colocar o dispositivo de amostragem adaptando o funil (subitem 8.3. do item 8. do Anexo desta Instrução Normativa) à boca do primeiro frasco calibrado de 2.000 ml (dois mil mililitros) resistente a choques térmicos (subitem 8.2. do item 8. do Anexo desta Instrução Normativa); abrir a válvula deixando a amônia fluir de modo a se obter os 2.000 ml (dois mil mililitros) 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 (cem mililitros) e graduados em subdivisões de 0,05 ml (zero vírgula zero cinco mililitros) até 0,5 ml (zero vírgula cinco mililitros), coletando exatamente 100 ml (cem mililitros) (subitem 8.1. do item 8. do Anexo desta Instrução Normativa) de amônia nos mesmos; fechar as duas válvulas e retirar o dispositivo de amostragem; identificar as amostras e proceder imediatamente à análise.

§ 2º No caso de produtos fluidos embalados:

I - as embalagens do lote ou partida que compõem a amostra devem ser escolhidas ao acaso, nas seguintes proporções mínimas:

Tamanho do Lote ou Partida (número de embalagens)	Número Mínimo de Embalagens a serem Amostradas
Até 100	1 unidade
Superior a 100	+1 unidade para cada 500 ou fração

II - previamente à retirada da alíquota, as embalagens escolhidas devem ter o seu conteúdo adequadamente homogeneizado;

III - quando o número de embalagens a ser amostrada for superior a uma unidade, devem ser retiradas alíquotas de semelhante volume de cada uma das embalagens, de modo a se obter um volume final suficiente para compor as quatro subamostras;

IV - as alíquotas coletadas devem ser depositadas em um recipiente limpo e seco, após o que devem ser novamente homogeneizadas;

V - a amostra obtida na forma do inciso IV deve ser transferida para cada um dos quatro frascos que compõem as subamostras, descartando-se o conteúdo restante; e

VI - as subamostras obtidas e devidamente lacradas devem ser individualmente acondicionadas em sacos plásticos, devidamente lacrados.

§ 3º Quando o lote ou partida a ser amostrado constituir-se de produtos acondicionados em embalagens de volume inferior a oitocentos mililitros, deverão ser escolhidas ao acaso mais tantas embalagens quanto forem necessárias para se compor o volume suficiente à obtenção das quatro subamostras, sem prejuízo do disposto no § 2º deste artigo.

Art. 22. Finalizados os procedimentos de amostragem e preparo das amostras coletadas e acondicionadas em sacos plásticos, ou em frascos protegidos por sacos plásticos, devidamente lacrados, estas são, individualmente e na condição de subamostras, embaladas em caixas confeccionadas em papelão ou outro tipo de embalagem, identificáveis, que devem ser lacradas pelo fiscal por meio de etiqueta ou fita de vedação.

Art. 23. A coleta de amostras de inoculantes deve ser feita retirando-se uma fração do lote ou partida composta por cinco unidades de amostra, destinando-se uma unidade de amostra ao estabelecimento produtor ou importador e quatro unidades de amostra para realização das análises fiscal e periciais, em conformidade com o art. 60, do Decreto nº 4.954, de 2004, alterado pelo Decreto nº 8.059, de 2013.

Parágrafo único. A remessa das amostras do inoculante, do local de coleta ao laboratório, deve ser efetuada em condições adequadas de conservação do produto.

Seção III Da Análise Pericial

Art. 24. A segunda análise pericial ou de contraprova será realizada quando os resultados das análises fiscais e primeira pericial divergirem acima dos seguintes valores:

I - para os nutrientes garantidos ou declarados:

Teores Garantidos (%)	Varição Admissível
Até 1	± 20%
Acima de 1 até 5	± 15%
Acima de 5 até 10	± 10%
Acima de 10 até 20	± 5%
Acima de 20 até 40	± 1 unidade
Acima de 40	± 2 unidades

II - para outros componentes garantidos ou declarados:

Tipo de Determinação	Varição Admissível
PN (Poder de Neutralização)	± 5 unidades
PN	± 0,5 unidade
Umidade	± 10 unidades
Granulometria	± 5% para cada peneira
Outros componentes	± 20% para cada componente

Parágrafo único. Na hipótese da segunda análise pericial, conforme previsto no art. 66, do regulamento aprovado pelo Decreto nº 4.954, de 2004, alterado pelo Decreto nº 8.059, de 2013, esta será realizada imediatamente após a primeira análise pericial, devendo a amostra correspondente ser totalmente moída para sua análise química.

Art. 25. Sem prejuízo no disposto no art. 64, do regulamento aprovado pelo Decreto nº 4.954, de 2004, alterado pelo Decreto nº 8.059, de 2013, o pedido de perícia para os fertilizantes deverá observar o seguinte:

I - quando a deficiência for observada apenas no(s) elemento(s), a solicitação para a análise pericial somente será aceita para o(s) respectivo(s) elemento(s);

II - quando a deficiência for observada apenas na soma, a solicitação para análise pericial somente será acolhida quando incluir todos os elementos da formulação, inclusive o elemento que atender isoladamente a garantia indicada;

III - quando a soma encontrar-se fora da garantia por deficiência de um ou mais elementos, a solicitação para análise pericial somente será aceita para o(s) respectivo(s) elemento(s).

§ 1º A empresa poderá, no requerimento de perícia ou análise de contraprova, indicar o uso de um dos métodos oficiais de análise e a ausência da indicação implicará na aceitação do método oficial definido pelo laboratório do MAPA por ocasião da realização da perícia; sendo que a realização do método oficial indicado ficará condicionada a capacitação do perito da empresa para sua execução por ocasião da realização da análise pericial, bem como a apresentação de declaração formal de que o método escolhido é utilizado pelo estabelecimento na rotina do controle de qualidade dos produtos e matérias-primas.

§ 2º No caso do inciso I do **caput**, quando for verificada incoerência nos resultados analíticos, desde que plenamente motivado pela empresa e considerado pela fiscalização, a perícia será realizada nos elementos solicitados pela requerente.

CAPÍTULO VI

NORMAS PARA CREDENCIAMENTO DE INSTITUIÇÕES PRIVADAS DE PESQUISA

Art. 26. As instituições privadas de pesquisa, aptas a realizarem trabalhos de experimentação agrônômica dos produtos novos abrangidos pelo art. 15 do regulamento da Lei nº 6.894, de 1980, visando comprovar a sua viabilidade e eficiência agrônômica para fins de registro, comercialização e uso no país, deverão se credenciar no MAPA.

Art. 27. O credenciamento de instituições privadas de pesquisa objetivando realização de ensaios de eficiência e viabilidade agrônômica visando o registro de produtos novos abrangidos pelo art. 15 do regulamento da Lei nº 6.894, de 1980, deve atender os seguintes requisitos:

I - as instituições privadas de pesquisa devem estar legalmente constituídas, adequadamente equipadas para a realização das atividades propostas, sob a responsabilidade técnica de um profissional habilitado e diretamente envolvido nas atividades de pesquisa e experimentação com fertilizantes, corretivos, inoculantes, biofertilizantes, remineralizadores e substratos para plantas a serem contratadas; *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

II - o interessado deve apresentar o pedido por meio de requerimento próprio, disponível no sítio eletrônico do MAPA, que deve ser entregue na Superintendência Federal de Agricultura, Pecuária e Abastecimento da Unidade da Federação em que a instituição está localizada, acompanhado dos seguintes elementos informativos e documentais:

a) cópia do contrato social registrado em Junta Comercial ou estatuto da entidade, constando a atividade de pesquisa em área compatível com o objetivo deste regulamento;

b) croquis de localização das estações experimentais;

c) planta baixa esquemática da estação experimental em formato A4, contendo a localização e identificação das instalações e áreas destinadas à experimentação; e

d) relação dos profissionais habilitados com indicação de formação acadêmica e especialidades.

Art. 28. Constituído o processo administrativo de credenciamento e uma vez atendidas as exigências documentais, será efetuada vistoria técnica na instituição de pesquisa requerente, por Fiscal Federal Agropecuário que emitirá parecer conclusivo sobre a aprovação ou não do credenciamento.

Art. 29. O credenciamento é publicado no Diário Oficial da União por meio de Portaria expedida pela representação do MAPA na Unidade da Federação em que está localizada a instituição de pesquisa.

Art. 30. O credenciamento é específico e independente por Cadastro Nacional de Pessoa Jurídica - CNPJ e terá validade por cinco anos.

Art. 31. A renovação do credenciamento de instituição privada de pesquisa deve ser requerida sessenta dias antes do seu vencimento, por meio de requerimento específico, disponível na página eletrônica do MAPA.

§ 1º A instituição privada de pesquisa deve apresentar ao Fiscal Federal Agropecuário, por ocasião da realização da vistoria, os elementos informativos e documentais exigidos no inciso II do art. 27 desta Instrução Normativa, devidamente atualizados.

§ 2º O credenciamento tem validade até a decisão definitiva do MAPA sobre a sua renovação ou não.

Art. 32. O credenciamento da entidade será cancelado quando:

I - há fraude, adulteração ou falsificação de resultados experimentais ou de laudos técnicos que afetam a credibilidade dos resultados dos ensaios experimentais;

II - quando, pela terceira vez consecutiva ou não, no prazo de sessenta meses, há recusa do relatório técnico-científico final apresentado ao MAPA, em razão de problemas na condução do trabalho de pesquisa que comprometem em definitivo seus resultados e conclusões;

III - a pedido da entidade; e

IV - quando expirado o prazo de validade do credenciamento sem que o interessado tenha solicitado a sua renovação.

§ 1º O cancelamento é publicado no Diário Oficial da União por meio de Portaria da representação do MAPA na Unidade da Federação em que atua a instituição cadastrada ou credenciada de pesquisa.

§ 2º À entidade que tiver seu credenciamento cancelado, em razão do disposto no inciso II deste artigo, não será concedido novo credenciamento pelo prazo de um ano, contados da data de sua publicação no Diário Oficial da União.

Art. 33. As instituições de pesquisa de que trata o art. 26 desta Instrução Normativa, bem como as instituições oficiais de pesquisa devidamente capacitadas em termos de infraestrutura e corpo técnico para realizarem laudos de eficácia e praticabilidade agrônômica dos produtos abrangidos pelo art. 15 do regulamento da Lei nº 6.894, de 1980, devem:

I - manter a disposição da fiscalização do MAPA, pelo prazo de cinco anos após a conclusão das pesquisas, de forma organizada e sistematizada, por experimento, os seguintes documentos:

a) projeto de pesquisa contendo, no mínimo, o nome do estabelecimento que demandou a pesquisa; o endereço completo do local onde será conduzida a pesquisa, com croqui de localização e caracterização edafoclimática da área; introdução e objetivo da pesquisa e os materiais e métodos que serão empregados no experimento;

b) Contratos de análises laboratoriais, quando estas forem realizadas por outros laboratórios que não o pertencente à instituição e contrato de arrendamento ou termo de cessão ou cooperação técnica, nos casos de pesquisas conduzidas em áreas agrícolas de terceiros; *(Alterada pela IN MAPA n° 6, de 10/03/2016)*

c) planilha de campo com os dados brutos das avaliações;

d) laudos técnicos de viabilidade e eficiência agrônômica do produto testado, observado o que dispõe o Capítulo VII desta Instrução Normativa para a confecção dos mesmos;

II - permitir o acesso de técnico do MAPA, devidamente identificado, nas suas instalações, para efeito de vistoria ou de fiscalização dos experimentos conduzidos;

III - manter pessoal técnico e de apoio atualizado por meio de treinamentos adequados para realização da atividade proposta;

IV - comunicar ao serviço de fiscalização do MAPA, na Unidade da Federação onde se localiza a instituição, o seguinte:

a) a data de instalação do experimento, no prazo de até dez dias de sua implantação, informando o nome do estabelecimento solicitante, o produto em teste, as culturas utilizadas e os locais de instalação; e

b) as alterações das informações apresentadas em seu processo de credenciamento ou a paralisação temporária das atividades, dentro do prazo de sessenta dias, contados da data em que ocorrer o fato, no caso das instituições privadas de pesquisa credenciadas.

Art. 34. O não atendimento do disposto no art. 26 desta Instrução Normativa, bem como o estabelecido no Capítulo VII desta Instrução Normativa, implicará na recusa do relatório técnico-científico final apresentado ao MAPA para fins de registro temporário de produto novo.

Art. 35. A representação do MAPA da Unidade da Federação responsável pelo credenciamento das instituições de pesquisa de que trata o art. 26 desta Instrução Normativa, encaminhará para a Coordenação de Fertilizantes, Inoculantes e Corretivos, no prazo de até trinta dias da publicação no Diário Oficial da União, a relação das instituições de pesquisa credenciadas e a relação das que tiveram cancelados o seu credenciamento, com as seguintes informações: razão social, endereço postal e eletrônico, telefone e número e data de publicação da Portaria de credenciamento ou de cancelamento dos mesmos no Diário Oficial da União, para serem incluídas no Portal do MAPA na rede mundial de computadores.

CAPÍTULO VII

REQUISITOS MÍNIMOS PARA AVALIAÇÃO DA VIABILIDADE E EFICIÊNCIA AGRONÔMICA E ELABORAÇÃO DO RELATÓRIO TÉCNICO-CIENTÍFICO PARA FINS DE REGISTRO DE PRODUTO NOVO - FERTILIZANTE, CORRETIVO, BIOFERTILIZANTE, SUBSTRATO PARA PLANTAS E REMINERALIZADORES

(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)

Art. 36. O Relatório Final de Ensaio de Eficiência Agronômica deve ser emitido em papel timbrado da instituição de pesquisa onde foram conduzidos os experimentos e deve ser assinado pelos pesquisadores responsáveis pela condução do projeto; sendo que junto com o Relatório Final deve ser entregue o Formulário de Apresentação de Trabalho Científico, disponível na rede mundial de computadores, na página eletrônica do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, www.agricultura.gov.br, assinado pelo responsável da instituição de pesquisa. *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

Art. 37. O requerente deve apresentar a documentação pertinente junto ao Serviço responsável pela fiscalização de fertilizantes, inoculantes e corretivos na Superintendência Federal de Agricultura na Unidade da Federação onde está localizado, na formatação e condições seguintes:

I - identificação:

- a) título do trabalho;
- b) nome do coordenador;
- c) autores;
- d) instituições de pesquisa executoras;
- e) endereço postal e eletrônico, telefone e fax;

II - introdução:

- a) revisão bibliográfica consistente, atualizada e relativa ao objeto do ensaio;
- b) descrição detalhada do processo de obtenção do produto em estudo, não sendo obrigatória a publicação desta informação em revista científica;

c) descrição clara do objetivo do trabalho de pesquisa;

d) o trabalho deverá ser conduzido de forma a:

1. testar a capacidade de o produto alterar, positivamente, duas ou mais variáveis de desempenho da cultura, sendo que, quando se tratar de nutrientes, a aplicação do produto deverá, no mínimo, alterar a produtividade da cultura e a concentração dos elementos nas plantas;

2. demonstrar que o produto atua na nutrição e no desenvolvimento da planta, utilizando, no mínimo, quatro doses crescentes, para obter a curva de absorção, quando se tratar de um nutriente;

3. quando o produto não tiver como função o fornecimento direto de nutriente, demonstrar que o produto altera positivamente pelo menos uma característica do solo, ou da planta do ponto de vista qualitativo, quantitativo ou ambos;

4. quando se tratar de biofertilizante, demonstrar que o produto atua, isolada ou cumulativamente, no crescimento, na ontogenia, em variáveis bioquímicas e na resposta a estresses abióticos, elevando a produtividade da cultura; *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

5. quando se tratar de remineralizadores, demonstrar que o produto atua isolada ou cumulativamente no crescimento, nas variáveis geoquímicas do solo e na produtividade da cultura. *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

III - Materiais e métodos:

a) os ensaios experimentais podem ser conduzidos em condições de campo ou em ambiente controlado; sendo que, no caso de experimentos em condições de campo, estes devem ser conduzidos em regiões representativas do cultivo da cultura, em território nacional, em dois locais em condições edafoclimáticas distintas em duas safras ou quatro locais em condições edafoclimáticas distintas em uma safra; e os ensaios devem ser realizados com pelo menos duas culturas distintas; tratando-se de biofertilizante, os experimentos devem ser realizados com as culturas para as quais será recomendado; *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

b) no caso de experimento em casa de vegetação (ambiente controlado), este deve ser conduzido com pelo menos dois tipos de solo e realizado com pelo menos duas culturas distintas; sendo que, no caso de biofertilizante, não é necessário que o experimento seja realizado em diferentes tipos de solo, contudo o experimento deve ser conduzido com pelo menos duas cultivares das culturas para as quais será recomendado; *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

c) devem ser observadas as condições experimentais que eliminem ou minimizem a interferência de outras variáveis no resultado final; e, no caso de um ensaio que visa o estudo de uma fonte alternativa de um dado nutriente, por exemplo, todos os demais nutrientes devem ser fornecidos de acordo com o requerimento da cultura; tratando-se de biofertilizante, sendo este obtido por hidrólise não enzimática, o teor do nutriente relativo ao elemento químico do agente hidrolítico (por exemplo o K no KOH ou o Mg no $Mg(OH)_2$) constante no produto, deve ser incluído como testemunha positiva da pesquisa, permitindo isolar inequivocamente o efeito ou ação estimulante da fração orgânica do produto nas culturas testadas; *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

d) caracterizar o produto em estudo e, quando for o caso, o produto assumido como testemunha positiva, em relação às garantias mínimas exigidas em ato normativo específico, inclusive quanto à análise de contaminantes e respeitando as unidades de medida estipuladas; no caso de biofertilizante, caracterizar o princípio ativo (molécula orgânica de comprovado efeito estimulante) ou agente orgânico (complexo de moléculas orgânicas com comprovado efeito estimulante), cujo teor servirá de base como garantia mínima para fins de registro do produto em teste; *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

e) caracterizar física ou físico-química ou química ou microbiologicamente o produto a ser registrado, devendo ser feita a caracterização seguindo os métodos oficiais estabelecidos pelo MAPA, ou de acordo com o método proposto, caso o oficial não se aplique;

f) caracterizar os locais de instalação do ensaio em relação às condições edafoclimáticas;

g) informar a data de implantação e de conclusão do experimento;

h) indicar a cultivar ou o híbrido utilizado no teste, com informações sobre requerimento nutricional relativo ao(s) nutriente(s) de interesse, ficando dispensado de apresentar tais informações quando se tratar de biofertilizante ou remineralizador; *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

i) descrever as práticas agrícolas adotadas durante a condução do ensaio, de acordo com as recomendações técnicas preconizadas para a cultura;

j) especificar a concentração utilizada do produto teste e do produto assumido como testemunha positiva (padrão);

k) descrever o tamanho da parcela, especificando espaçamento utilizado e densidade populacional da cultivar ou híbrido;

l) informar o número de aplicações do produto, quando parceladas, especificando a época e modo de aplicação, citando a idade e o estágio de desenvolvimento da cultura e as datas das aplicações (dd/mm/aaaa);

m) utilizar o delineamento experimental adequado para alcançar os objetivos propostos;

n) o experimento deve ser montado de maneira que, na Análise de Variância, o Grau de Liberdade do Erro (ou Resíduo) seja igual ou superior a quinze; e

o) sempre que cabível devem ser adotados o tratamento testemunha (testemunha absoluta) e o tratamento padrão (testemunha positiva).

IV - resultados e discussão:

a) os resultados dos ensaios experimentais devem ser suficientes para se concluir a respeito da eficiência agronômica do produto testado;

b) apresentar dados de desenvolvimento, produção e produtividade da variedade ou cultivar analisados estatisticamente;

c) os dados da comparação de médias e as análises de regressão das curvas obtidas devem ser apresentados e devem ser discutidos com base em referências bibliográficas consistentes e de preferência atualizadas;

d) os dados de eficiência relativa devem ser apresentados em valores percentuais por meio de fórmulas referendadas;

e) os dados de produção e produtividade deve ser avaliados frente à produtividade média alcançada para a cultura nas condições produtivas da região em que o ensaio foi conduzido;

f) devem ser feitas considerações fundamentadas a respeito da eficiência demonstrada em função da dose, da testemunha absoluta e da testemunha positiva utilizadas;

V - Na conclusão, o pesquisador responsável pela condução do projeto de pesquisa deve incluir manifestação conclusiva sobre a eficiência agronômica e sobre a viabilidade de uso do produto, levando em consideração a capacidade do produto alterar positivamente uma ou mais variáveis de desempenho da cultura e sua capacidade de atuação, direta ou indireta, na nutrição ou desenvolvimento da planta; e

VI - Bibliografia citada.

Art. 38. Para efeito desta Instrução Normativa, considera-se:

I - Testemunha absoluta - tratamento que difere dos demais apenas por não conter o nutriente ou princípio ativo em teste; e

II - Testemunha positiva - produto já registrado ou de uso reconhecido que tenha função semelhante ao produto a ser testado.

Art. 39. No caso de condução de trabalhos de pesquisa objetivando avaliação da absorção foliar de fontes não solúveis de nutrientes, os mesmos devem ser conduzidos com as culturas para as quais serão recomendadas, sempre empregando como testemunha positiva uma fonte solúvel do nutriente.

§1º O trabalho de pesquisa deve ser conduzido de modo que o solo seja protegido com lona plástica impermeável, evitando que o produto aplicado seja absorvido pelo sistema radicular.

§2º Os materiais vegetais que servem à quantificação de nutrientes na matéria seca devem, previamente a sua análise, ser lavados com HCl a 3% (v/v) seguido de lavagem com água de torneira e posterior lavagem com água destilada.

Art. 40. Quando se está testando um produto fluído, a testemunha absoluta deve conter somente o diluente e os aditivos do produto em teste, sem os nutrientes ou demais princípios ativos.

Art. 41. Os trabalhos de pesquisa que envolvem fertilizantes para aplicação via semente devem comprovar que a planta utiliza o nutriente na dosagem recomendada e que o produto não afeta o potencial fisiológico das sementes para as culturas e doses indicadas.

CAPITULO VIII DAS DISPOSIÇÕES FINAIS

Art. 42. Os critérios, parâmetros e exigências previstas nos Capítulos VI e VII desta Instrução Normativa podem ser ampliados ou suprimidos em função de especificidades ou peculiaridades dos trabalhos e das atividades a serem desenvolvidas pelas instituições oficiais ou credenciadas de pesquisa, desde que tecnicamente justificadas pelo interessado e aprovadas pela fiscalização. *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

Art. 43. Sem prejuízo do disposto no art. 29 do Anexo ao Decreto nº 4.954, de 2004, alterado pelo Decreto nº 8.059, de 2013, a varredura originada no próprio estabelecimento produtor ou adquirida de outros estabelecimentos produtores ou de prestadores de serviços de acondicionamento ou de armazenamento cadastrados no MAPA, pode ser utilizada como matéria-prima para a fabricação de produtos ou comercializado diretamente com o consumidor final, desde que:

I - para o seu uso como matéria-prima o estabelecimento deve:

a) apresentar condições técnicas e tecnológicas para homogeneizar e padronizar o material, caracterizando-o química e fisicamente, inclusive no que diz respeito à presença de contaminantes, previamente à sua utilização;

b) observar a compatibilidade física (mesma especificação granulométrica) e química do material homogeneizado e padronizado, em misturas com as outras matérias-primas que compõem o produto final.

II - para sua comercialização diretamente com o consumidor final, a varredura não deve apresentar contaminação por agentes fitotóxicos, agentes patogênicos ao homem, animais e plantas, metais pesados tóxicos, pragas e ervas daninhas, além dos limites estabelecidos.

§ 1º A comercialização de varredura deve ser feita indicando na nota fiscal somente a expressão “VARREDURA” ou “VARREDURADE FERTILIZANTES”, sem a indicação de garantias.

§ 2º A pessoa física ou jurídica que comercializa varredura deve manter, por um período de doze meses e à disposição da fiscalização, toda a documentação que comprove a origem do material comercializado e o atendimento ao disposto no inciso II do **caput** deste artigo, sob pena de multa e demais sanções previstas no regulamento da Lei nº 6.894, de 1980.

Art. 44. O órgão central de fiscalização do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) publicará, em até 90 (noventa) dias após o término de cada ano civil, os resultados oriundos da inspeção e fiscalização em cada Unidade da Federação.

§ 1º A publicação a que se refere este artigo conterá, no mínimo, as seguintes informações:

I - número de fiscalizações realizadas;

II - número de amostras coletadas;

- III - volume de produto amostrado;
- IV - número de amostras analisadas;
- V - porcentagem de análises dentro e fora das garantias;
- VI - número de autuações;
- VII - número de embargos realizados;
- VIII - número de produtos apreendidos e respectivo volume;
- IX - número de suspensões de registro (estabelecimento e produto);
- X - número de cancelamentos de registros (estabelecimento e produto);
- XI - número de estabelecimentos interditados;
- XII - volume de produto condenado e inutilizado; e
- XIII - multa aplicada.

§ 2º Os resultados referentes aos incisos IX, X, XI e XII são publicados após a conclusão dos respectivos processos na esfera administrativa.

§ 3º O MAPA mantém disponível para consulta pública a relação atualizada dos estabelecimentos registrados e empresas cadastradas.

Art. 45. Observado o disposto no § 4º do art. 107 do Anexo do Decreto nº 4.954, de 2004, alterado pelo Decreto nº 8.059, de 26 de julho de 2013, as infrações que vierem originar a aplicação de penalidades de suspensão ou cancelamento de registros e de interdição de estabelecimento prevista na Lei nº 6.894, de 1980 e seu Regulamento, desde que não sejam relacionadas à fraude, adulteração ou falsificação, poderão ter a sua exigibilidade suspensa, mediante a celebração de termo de compromisso ou de ajuste de conduta, a exclusivo critério da autoridade julgadora em segunda instância do MAPA, obrigando-se o infrator à adoção de medidas específicas para fazer cessar as irregularidades apuradas, sem prejuízo das demais medidas necessárias ao atendimento das exigências impostas pelas autoridades competentes.

§ 1º O termo de compromisso ou de ajuste de conduta disporá obrigatoriamente sobre: *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

I - o nome, a qualificação e o endereço das partes compromissadas e dos respectivos representantes legais;

II - o prazo de vigência do compromisso que, em função da complexidade das obrigações nele fixadas, pode ser de até dois anos, prorrogável a pedido formal do compromissado por no máximo um ano, desde que plenamente justificado e acatado pelo órgão competente de fiscalização do MAPA;

III - a descrição detalhada de seu objeto e o seu cronograma físico de execução e de implantação, com metas mensais ou trimestrais a serem atingidas; *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

IV - as multas que podem ser aplicadas à pessoa física ou jurídica compromissada e os casos de extinção do compromisso, em decorrência do não cumprimento das obrigações nele pactuadas no prazo estabelecido, sem prejuízo da aplicação das sanções previstas nos incisos VI, VII e VIII do art. 80 do anexo do Decreto nº 4.954, de 2004, alterado pelo Decreto nº 8.059, de 26 de julho de 2013; e

V - o foro competente para dirimir litígios entre as partes.

§ 2º A protocolização de pedido de celebração de termo de compromisso ou de ajuste de conduta pelo infrator não suspende a apuração de outras infrações praticadas pelo mesmo e tampouco a aplicação das sanções estabelecidas em Lei, não o eximindo da obrigatoriedade do seu cumprimento.

§ 3º O infrator apresenta junto ao Serviço de Fiscalização da Superintendência Federal de Agricultura - SFA da Unidade da Federação onde o mesmo se localizar, projeto técnico, plano ou programa detalhado que contempla todos os elementos informativos e documentais e ações indispensáveis à correção dos problemas e a prevenção de sua repetição, o qual é analisado pela área técnica do Serviço de Fiscalização da referida SFA, que emite parecer para subsidiar a decisão da autoridade julgadora em 2ª instância. *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

§ 4º O acompanhamento do cumprimento das ações previstas no termo de compromisso ou de ajuste de conduta é realizada por fiscais federais agropecuários do serviço de fiscalização da SFA na Unidade da Federação de sua execução.

§ 5º Cumpridas integralmente as obrigações assumidas pelo infrator, conforme avaliação da área técnica do serviço de fiscalização da SFA responsável pelo acompanhamento do seu cumprimento e a critério da autoridade julgadora do MAPA em 2ª instância, as sanções de suspensão ou cancelamento de registro ou de interdição do estabelecimento podem ser canceladas por ato da referida autoridade.

§ 6º Persistindo a irregularidade ou revelando-se a atitude do infrator como meramente paliativa ou procrastinatória, são aplicadas as penalidades sustadas de suspensão ou cancelamento de registro ou de interdição do estabelecimento, sem prejuízo de aplicação das multas que vierem a ser estipuladas no termo de compromisso ou de ajuste de conduta.

Art. 46. Os equipamentos, materiais e figuras relacionadas à amostragem de produtos abrangidos pelo regulamento da Lei nº 6.894, de 16 de dezembro de 1980, são os constantes do Anexo desta Instrução Normativa.

Art. 47. As empresas que já exercem atividades previstas no regulamento da Lei nº 6.894 de 1980, bem como aquelas já cadastradas no MAPA que prestam serviços e fornecem minérios, têm prazo de até cento e oitenta dias, a partir da publicação desta Instrução Normativa, para se adaptarem às suas exigências.

Art. 48. Os processos de registro, de cadastro e de alteração, atualização e cancelamentos de registro e cadastro de que trata esta Instrução Normativa serão realizados eletronicamente em sistema próprio a ser disponibilizado pelo MAPA. *(Alterada pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016) (Excluída o parágrafo único pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

§ 1º Os titulares de registro e de cadastro já existentes disporão do prazo de noventa dias, contados da notificação do MAPA, para atualização de seus registros e cadastros. *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

§ 2º A atualização de registro ou de cadastro implicará na alteração do número de registro ou de cadastro existentes no MAPA, ficando seus detentores autorizados a utilizar o estoque remanescente de rótulo ou embalagem com a numeração antiga. *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

§ 3º A não atualização de registro ou de cadastro, nos prazos estabelecidos, sujeitará o titular, sem prejuízo da aplicação de medidas cautelares pela fiscalização, às penalidades previstas no Regulamento da Lei nº 6.894, de 1980. *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

§ 4º As orientações para utilização do sistema eletrônico de que trata este artigo serão disponibilizadas no sítio eletrônico do MAPA (www.agricultura.gov.br). *(Incluída pela IN MAPA nº 6, de 10/03/2016)*

Art. 49. Observado o disposto no regulamento da Lei nº 6.894, de 1980, nesta Instrução Normativa e na legislação complementar, os registros e cadastros são concedidos com base nas informações e documentações apresentadas pelo interessado e não dispensam nem substituem quaisquer alvarás ou certidões de qualquer natureza, exigidos pela legislação federal, estadual ou municipal.

Art. 50. Esta Instrução Normativa entra em vigor na data de sua publicação.

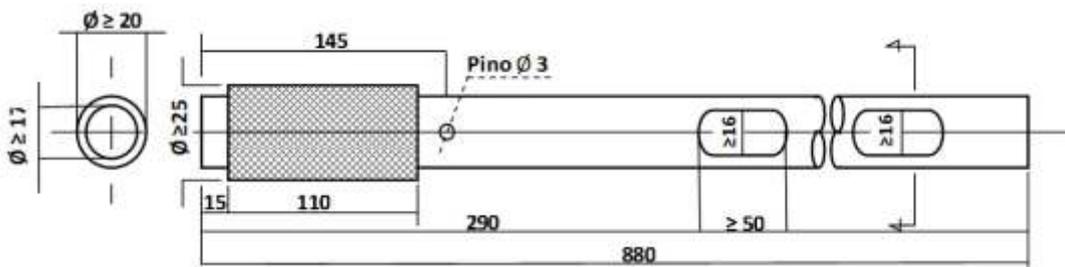
Art. 51. Ficam revogadas a Instrução Normativa Ministerial nº 10, de 6 de maio de 2004, e a Instrução Normativa Ministerial nº 20, de 2 de junho de 2009.

ANEXO

REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DOS EQUIPAMENTOS, MATERIAIS E FIGURAS RELACIONADAS À AMOSTRAGEM DE PRODUTOS ABRANGIDOS PELO REGULAMENTO DA LEI Nº 6.894, DE 1980

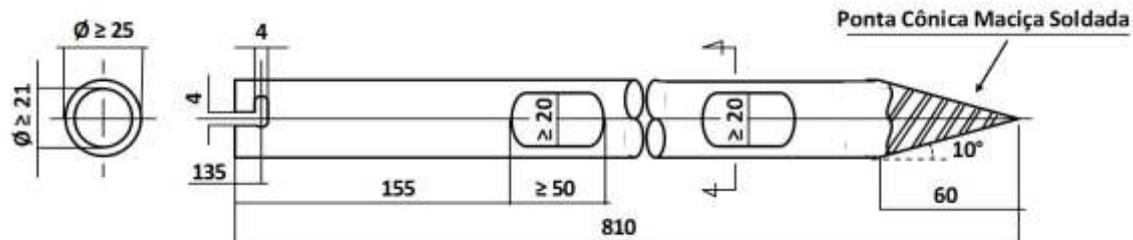
1. A Sonda para amostragem de fertilizante sólido terá a seguinte especificação:

1.1. Detalhe da parte interna

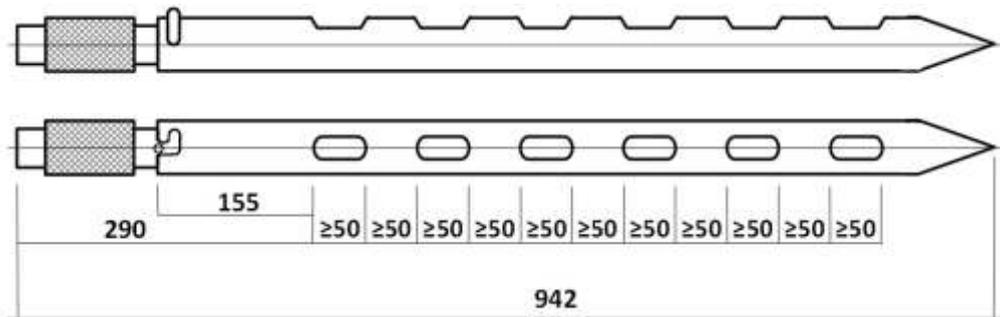


(Dimensões em milímetros)

1.2. Detalhe da parte externa

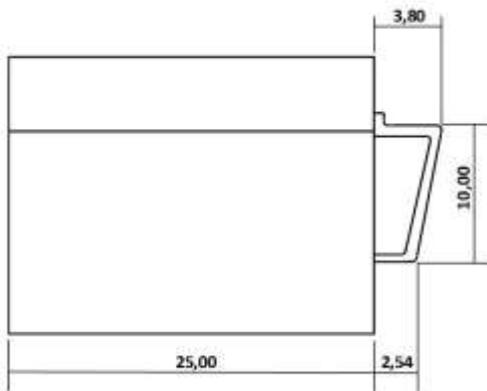


1.3. Desenho de Montagem

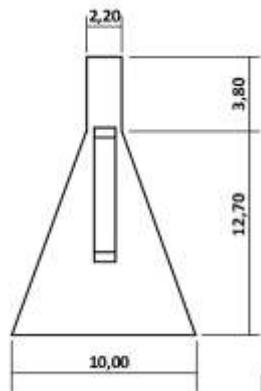


2. O Amostrador para coleta de amostras em equipamentos de carga ou descarga terá a seguinte especificação:

2.1. Vista Lateral

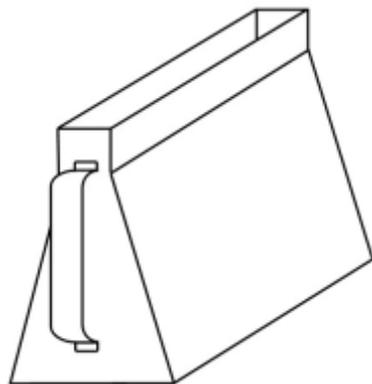


2.2. Perfil

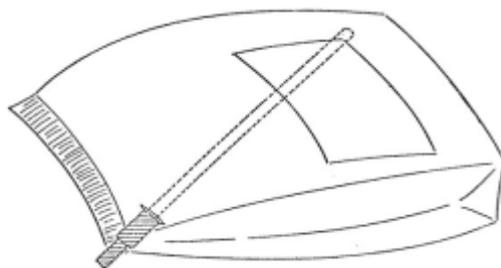


(Dimensões em centímetros)

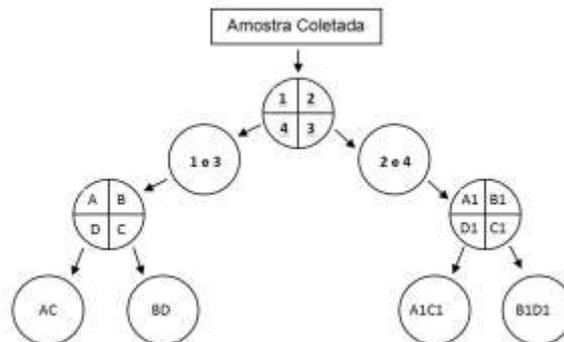
2.3. Amostrador em Perspectiva



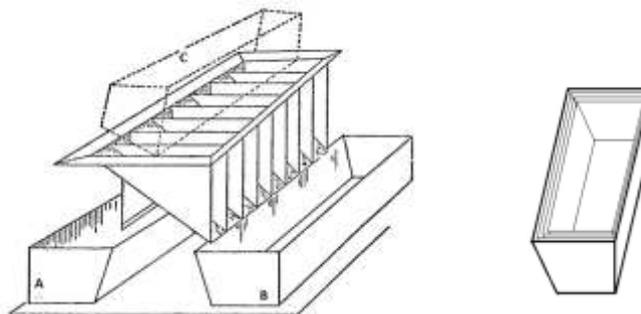
3. Representação esquemática de amostragem utilizando a sonda em produtos acondicionados:



4. Esquematização Gráfica da Quarteação Manual:



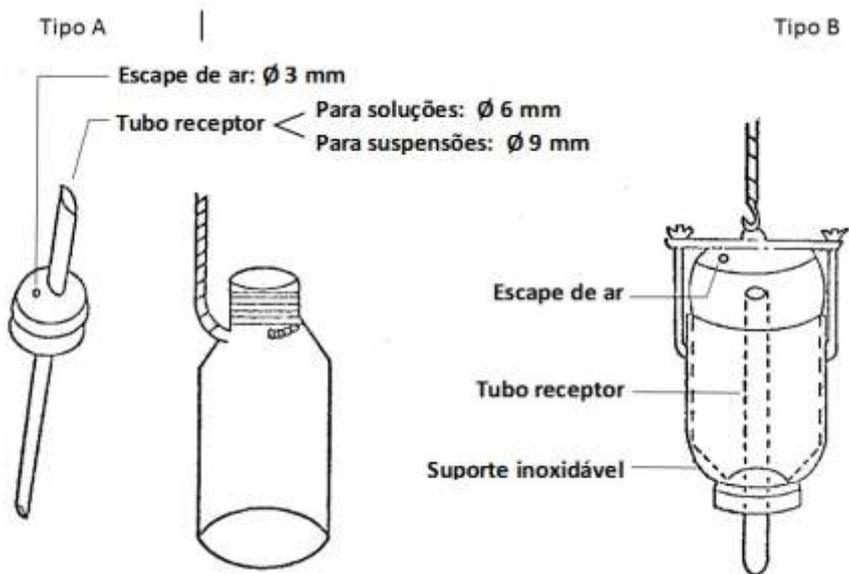
5. Representação esquemática do quarteador Tipo “Jones”:



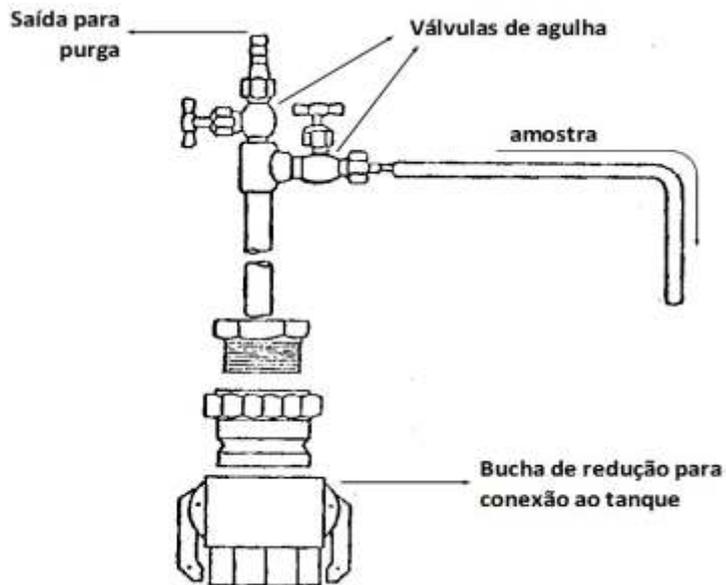
A, B: Bandejas coletoras
C: recipiente alimentador

Bandejas do quarteador

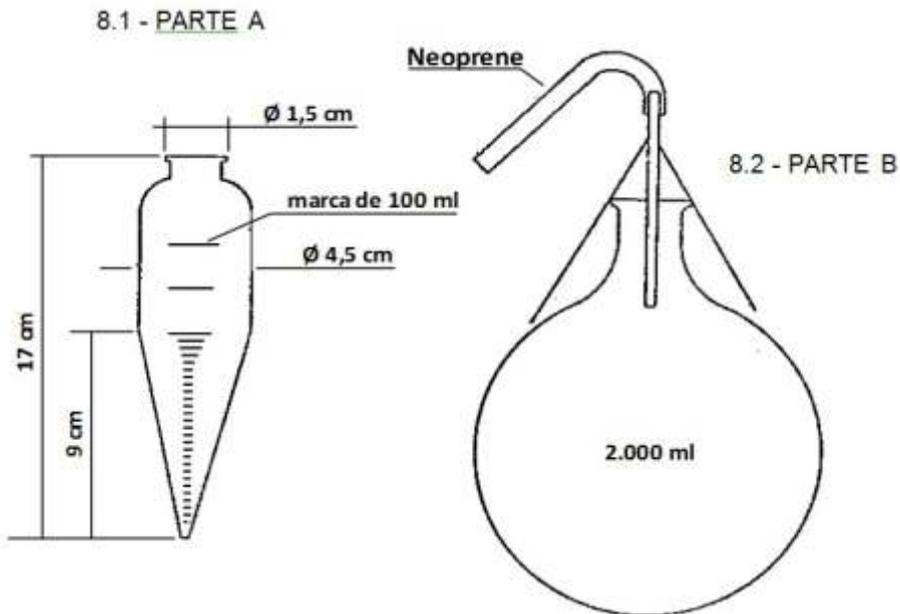
6. O amostrador de soluções límpidas e isentas de amônia anidra e suspensões e soluções com materiais em suspensão, estocados em tanques ou depósitos terá a seguinte especificação:

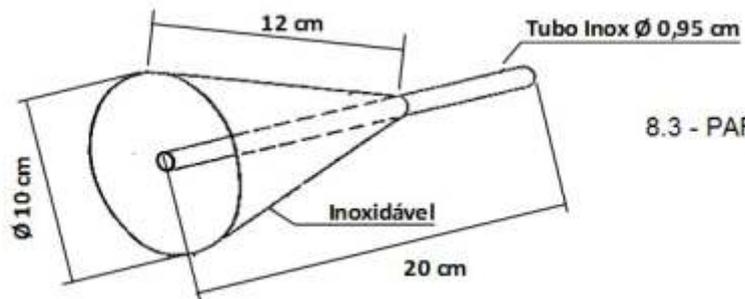


7. Representação esquemática do adaptador para amostragem de soluções amoniacais, estocados em tanques ou depósitos:

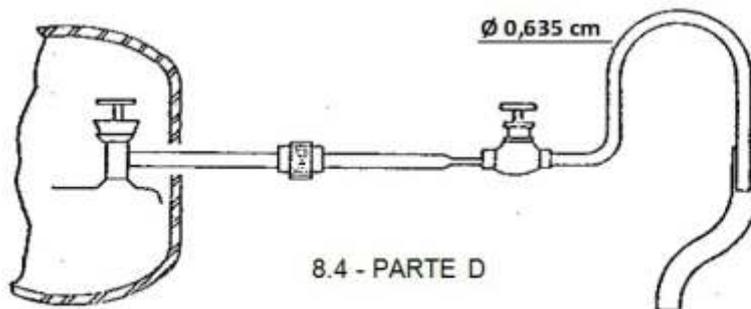


Art. 8. Representação esquemática do aparato para amostragem de amônia anidra, estocados em tanques ou depósitos:





8.3 - PARTE C



8.4 - PARTE D

BIBLIOGRAFIA CONSULTADA

1. ALCARDE, J.C. **Metodologia oficial de análise de corretivos de acidez**, 2ª ed. Rio Claro: Sindicato das Indústrias de Calcário e Derivados para Uso Agrícola no Estado de São Paulo (SINDICAL)/Associação Brasileira dos Produtores de Calcário (ABRACAL), 2009. 58p.
2. KOCHÉ, A.; HANASIRO, J.; SANTOS, A. R. dos; ROMERO, A. M. S.; LAVIGNE, M. de; GUIDOLIN, J. A.; ALCARDE, J. C. **Análise de corretivos agrícolas**. São Paulo: Associação Nacional para a Difusão de Adubos (ANDA), 1989. 30p.
3. MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO – Secretaria de Defesa Agropecuária. **Manual de métodos analíticos oficiais para fertilizantes minerais, orgânicos, organominerais e corretivos**. Brasília: MAPA/DAS/CGAL, 2014. 220p.
4. MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO – Secretaria de Defesa Agropecuária. **Instrução Normativa - SDA nº 3, de 26 de janeiro de 2015**. Aprova os métodos analíticos oficiais para fertilizantes minerais, orgânicos, organominerais e corretivos, constantes no Manual de Métodos Analíticos Oficiais para Fertilizantes e Corretivos indexado ao International Standard Book Number (ISBN) sob o número 978-85-7991-081-4.

Iniciativa:



Rua Comendador Rheigantz, 50 - Sl. 202
Porto Alegre-RS - Cep: 90450-020
e-mail: sindcalc@terra.com.br
(51) 3330-7765



★ SINDICAL ★

Sindicato das Indústrias de Calcário e Derivados para Uso Agrícola do Estado de São Paulo



SINDICALC

SINDICATO DA INDÚSTRIA DE CALCÁRIO NO RIO GRANDE DO SUL



SINDEMCA



SINDICATO DAS INDÚSTRIAS DE EXTRAÇÃO
DE CALCÁRIO DE MATO GROSSO