

Validação do Método de Determinação de Carbono e Nitrogênio em Amostras de Solo pela Técnica de Combustão

Maria de Fátima Machado Cortelini¹

Introdução

Chama-se validação a comprovação por exame e fornecimento de evidência objetiva de que os requisitos específicos para um determinado uso pretendido são atendidos (ABNT, 2005). De acordo com as atuais exigências dessa norma pode-se utilizar métodos desenvolvidos ou adotados pelo laboratório, ou ainda aqueles especificados pelo fabricante do equipamento, se forem apropriados para o uso e se tiverem sido validados. Assim, o laboratório deve validar os métodos que foram desenvolvidos, otimizados ou modificados pelo seu pessoal após seleção, desenvolvimento e otimização, com a finalidade de demonstrar que os seus resultados são tecnicamente válidos e intercomparáveis.

Na Central Analítica da Embrapa Clima Temperado os métodos utilizados para a determinação de carbono e nitrogênio em amostras de solo, pela técnica de combustão, em um analisador elementar de carbono, hidrogênio e nitrogênio, foram especificados pelo fabricante do equipamento e otimizados para usos específicos no laboratório. Faz-se necessário, portanto, estabelecer meios e critérios objetivos para demonstrar que os métodos empregados no laboratório

conduzem a resultados confiáveis, garantindo a qualidade, idoneidade e credibilidade de seus serviços.

Como os métodos de análise são designados para diferentes usos e não existem procedimentos de validação gerais, a estratégia de validação é específica para cada caso e é influenciada pelo procedimento analítico utilizado, pela natureza e concentração do composto de interesse e pela matriz (CASTRO, 2009). Dessa forma, esse documento apresenta uma proposta para a validação de um método de determinação de C e N em amostras de solo, pela técnica de combustão. Mostra-se a sequência do planejamento e os parâmetros e critérios necessários à validação.

1. Planejamento da validação

A validação de métodos deve ser planejada antes de seu desenvolvimento e execução e o processo deve ser descrito em procedimentos documentados de forma clara, objetiva e completa. Todos os experimentos e resultados devem ser documentados e registrados. Segundo Barros (2002), a documentação inclui o Plano Mestre de Validação, Protocolo, Planilhas de dados e Relatório, que são descritos em procedimentos operacionais padrão (POP's).

¹Química Industrial, MSc. em Química Orgânica, analista da Embrapa Clima Temperado, Pelotas, RS, cortel@cpact.embrapa.br.

O Plano Mestre de Validação é o documento estratégico e contém cronograma de atividades e responsabilidades pelo desempenho das tarefas, inclusive elaboração, revisão e aprovação dos documentos. O objetivo do Plano Mestre é garantir que as práticas de validação sejam efetuadas com eficiência e consistência no laboratório, para o atendimento dos requisitos do cliente, das normas e dos aspectos legais.

O protocolo de validação descreve como o processo de validação deve ser executado no laboratório, incluindo todas as variáveis críticas e suas formas de medição. Desta forma, um dos principais procedimentos operacionais padrão é o POP de validação dos métodos, o qual apresenta o protocolo de validação de forma generalizada. Como um laboratório usa muitos métodos, os dados e as condições usadas para a validação de cada método devem ser descritos nos POP's de cada método específico.

A documentação da validação deve conter, ainda, especificação dos requisitos, características de

desempenho obtidas, critérios de aceitação dos valores obtidos, as características de desempenho em comparação com os requisitos especificados e a afirmação da validade dos resultados quanto ao atendimento das necessidades do problema analítico.

O uso de ferramentas estatísticas adequadas, incluindo testes de hipótese, rejeição de dispersos, análise de variância e regressão linear, entre outras, é indicado para demonstração de evidência objetiva da validade do método. O relatório deve apresentar os resultados obtidos, os critérios de aceitação, comentários e a declaração da validade e se os requisitos foram atendidos ou não.

No planejamento e execução da validação o Inmetro sugere uma sequência de trabalho que pode ser adaptado de acordo com as características do método (INMETRO, 2003), o que resultou em um cronograma conforme o sugerido no QUADRO 1. As etapas não necessitam ser seguidas exatamente nesta ordem e o número de semanas para cumprir cada etapa é somente uma sugestão.

QUADRO 1. Cronograma para validação do método de determinação de carbono e nitrogênio em amostras de solo pela técnica de combustão.

Etapa	Ação	N° de semanas
1	Definição da aplicação, objetivo e escopo do método	1
2	Preparação de um procedimento operacional para execução do método, na rotina	2
3	Desenvolvimento de um procedimento operacional para validação	2
4	Verificação se as características de desempenho do equipamento estão compatíveis com o exigido pelo método em estudo	2
5	Qualificação dos materiais	2
6	Execução dos experimentos preliminares de validação	2
7	Ajuste dos parâmetros do método e/ou critérios de aceitação, se necessário	1
8	Execução dos experimentos completos de validação	4
9	Definição dos critérios de revalidação	1
10	Definição do tipo e frequência de verificações de controle da qualidade analítica para a rotina	1
11	Relatório final	2

Etapa 1 – Definição da aplicação, objetivo e escopo do método:

Nesta etapa são definidos a abrangência, utilidade e aplicação do método escolhido para validação. O

critério para escolha do método que está sendo validado na Central Analítica foi baseado no pior caso: a matriz solo apresenta teores muito variáveis de carbono e nitrogênio e, além disso, alguns tipos de solo apresentam concentrações muito baixas desses

componentes, justificando, dessa forma, a necessidade de determinar, pelo menos, os limites de detecção e de quantificação.

A validação aplica-se ao método utilizado na Central Analítica da Embrapa Clima Temperado para a determinação de carbono e nitrogênio em amostras de solo pela técnica de combustão. O método foi especificado pelo fabricante do equipamento, um analisador elementar de carbono, hidrogênio e nitrogênio.

O equipamento determina o conteúdo de carbono, hidrogênio e nitrogênio em materiais orgânicos homogêneos, incluindo alimentos, sementes oleaginosas, fertilizantes, carnes e solos. Neste equipamento, uma amostra sólida do material sofre combustão rápida e completa em fornos a altas temperaturas, transformando-se em gases de combustão que passam nos detectores infravermelho para detecção de carbono e hidrogênio e numa cela de condutividade térmica para a determinação de nitrogênio.

Para a construção da curva de calibração para ensaios com a matriz solo, utilizou-se um padrão de calibração certificado com os seguintes teores: %Carbono $2,990 \pm 0,060$; %Nitrogênio $0,198 \pm 0,019$ e %Enxofre $0,022 \pm 0,003$. Foram pesadas massas do padrão, em triplicata, variando entre 50 a 200mg para a construção da curva.

Etapa 2 – Preparação de um procedimento operacional para execução do método, na rotina:

Para iniciar o processo de validação na Central Analítica foi elaborado um procedimento operacional para execução do método, na rotina do laboratório, onde constam os parâmetros de desempenho e os critérios de aceitação.

Etapa 3 – Desenvolvimento de um procedimento operacional para validação:

O próximo passo no processo de validação na Central Analítica foi o desenvolvimento de um procedimento operacional para validação com a definição dos experimentos de validação, descritas nas características de desempenho do método.

Etapa 4 - Verificação se as características de desempenho do equipamento estão compatíveis com o exigido pelo método em estudo:

É um conjunto de operações que estabelece, sob condições especificadas, que os resultados dos testes de determinado equipamento demonstram o desempenho previsto. Os instrumentos e sistemas de medição devem estar calibrados.

Na Central Analítica esta etapa teve início com a avaliação da estabilidade do equipamento por meio de cartas de controle, também conhecidas como gráficos de controle. O objetivo das cartas de controle é avaliar a variação dos resultados das leituras das percentagens de C e N em função do tempo, ou seja, em diferentes dias de realização do ensaio.

Etapa 5 – Qualificação dos materiais:

A qualificação dos materiais inclui padrões e reagentes. Devem ser verificados os rótulos, se contém todas as informações necessárias, data de validade, as condições de armazenamento e outras condições que demonstrem que os mesmos são apropriados ao uso.

Na Central Analítica os reagentes utilizados no equipamento são trocados de acordo com um determinado número de análises efetuadas, segundo recomendação do fabricante, e as trocas são registradas em formulários apropriados. A qualificação do padrão foi feita pela análise do padrão de calibração certificado, em triplicata, durante duas semanas e comparado aos valores certificados pelo fabricante.

Etapa 6 - Execução dos experimentos preliminares de validação:

No presente trabalho, os experimentos preliminares de validação envolveram a construção de uma curva analítica de um padrão sem a presença da matriz.

Etapa 7 - Ajuste dos parâmetros do método e/ou critérios de aceitação:

Devem ser efetuados durante a execução dos experimentos de validação, se necessário.

Etapa 8 - Execução dos experimentos completos de validação:

Esta etapa inclui a coleta, análise e seleção de dados necessários à validação, de acordo com os parâmetros de validação selecionados e o tratamento estatístico destes dados.

Etapa 9 - Definição dos critérios de revalidação:

A revalidação será feita sempre que houver alterações significativas que afetem o desempenho do método e a validade dos resultados gerados pelo mesmo, como mudança do padrão para o qual o método foi validado, mudança no equipamento ou no procedimento. Também será considerada a revalidação quando a proposta e/ou o nível de qualidade desejado do método forem alterados, ou quando o método for usado novamente após um longo período de tempo em desuso.

Etapa 10 - Definição do tipo e frequência de verificações de controle da qualidade analítica para a rotina:

Para este processo de validação, especificamente, o controle da qualidade será feito através das cartas de controle. Para iniciar a carta de controle a literatura sugere 20 resultados originados de análises em triplicata (ALBANO e RAYA-RODRIGUES, 2009). Nos demais dias que excederem a 20 os limites de controle serão recalculados a cada 30 pontos plotados na carta.

Etapa 11 - Relatório final:

O relatório final deve apresentar os resultados obtidos, os critérios de aceitação, comentários e a declaração da validade, se os requisitos foram atendidos ou não.

2. Características de desempenho do método

Segundo o Inmetro as características de desempenho do método (ou parâmetros de validação) devem estar claramente declaradas no procedimento documentado e incluir, quando aplicável: especificidade e seletividade; faixa de trabalho e faixa linear de trabalho; linearidade; sensibilidade; limite de detecção; limite de quantificação; exatidão e tendência (bias); precisão; robustez e incerteza de medição (INMETRO, 2003).

No presente trabalho serão propostos os procedimentos para alguns destes parâmetros, somente incluindo seletividade, limite de detecção, limite de quantificação e exatidão. Além destes, será descrito o procedimento para a verificação da estabilidade do equipamento, por fazer parte da rotina do laboratório, e fornecer os dados das análises do padrão que são utilizados para a avaliação de outras características de desempenho do método.

2.1 Estabilidade do equipamento

A estabilidade do equipamento deve ser avaliada pelo uso de cartas de controle. Elas servem para acompanhar o processo de análise do laboratório ao longo do tempo, verificando sua estabilidade. Elas sinalizam as causas especiais de variação do processo e sempre que estas forem identificadas o laboratório deve fazer uma análise crítica e verificar o que ocasionou a variação e sanar o problema, buscando a melhoria contínua de seus processos.

Para a construção das cartas de controle é necessário um histórico de dados que reflita o comportamento do processo a ser controlado. Para iniciar a carta deve-se possuir 20 resultados originados de análises em triplicata (ALBANO e RAYA-RODRIGUES, 2009). Este histórico é validado mediante a construção do gráfico de controle e a verificação dos dados de dispersão/variabilidade do histórico. O histórico validado é utilizado para implementação efetiva do controle do processo, determinando se a variação na qualidade é relevante para uma mudança nas condições do processo ou trata-se de causas aleatórias.

Pode-se utilizar as cartas de controle para a média em conjunto com as cartas de controle para desvio padrão (DP), que indica a variabilidade do processo entre os diferentes dias de realização do ensaio.

O gráfico é composto por uma linha central (a média) e limites de controle superior e inferior (LCS e LCI), os quais são determinados com base no desempenho no processo. Os critérios de aceitação são estipulados em função da precisão almejada. Na Central Analítica estipulou-se que serão considerados como aceitáveis os valores de 2DP; como valores questionáveis os compreendidos entre 2DP e 3DP e insatisfatórios os valores superiores a 3DP.

No caso específico da determinação de carbono e hidrogênio em amostras de solo, pela técnica de combustão, se os valores das percentagens de N e de C para os padrões plotados no gráfico estiverem entre os limites de controle superior e inferior, e livres das tendências anormais, o processo será considerado como sob controle. Sempre que forem identificadas causas especiais, isto é, pontos fora dos limites de controle, o laboratório deverá fazer uma análise crítica, verificar o que ocasionou a variação e implementar ação corretiva.

Procedimentos:

- Coletar os dados das leituras do padrão de solo, analisando-as em triplicata para os diferentes dias de realização do ensaio. Para iniciar a carta de controle a literatura sugere 20 resultados originados de análises em triplicata (ALBANO e RAYA-RODRIGUES, 2009).
- Fazer a média para todos os dias de ensaio realizado em triplicata, que será a linha central da carta.
- Calcular o limite superior de controle (LCS) e o limite inferior de controle (LCI). O limite de controle superior é estipulado pela média mais 3DP das médias; o limite de controle inferior é estipulado pela média menos 3DP das médias.
- Os limites superior, inferior e a linha central devem ser plotados no gráfico de controle juntamente com os pontos referentes aos ensaios realizados.
- Avaliar o processo e verificar se ele está estável. Proceder ao controle da qualidade nos demais dias que excederem a 20; é aconselhável que os limites de controle sejam recalculados a cada 30 pontos plotados na carta.
- Pontos insatisfatórios, ou seja, superiores a 3DP, são considerados causas especiais mas não deixam de aparecer no gráfico, eles apenas não são levados em consideração no momento do cálculo dos limites de controle.
- Sempre que ocorrer pontos insatisfatórios estes são excluídos do cálculo e os novos limites de controle são recalculados.
- O mesmo procedimento é realizado para elaborar as cartas de controle para as leituras do branco, realizadas em triplicata.

2.2. Seletividade

A seletividade será avaliada por meio do método de adição padrão para verificar o efeito da matriz, pois neste caso não é possível obter a matriz (solo) isenta das substâncias de interesse, carbono e nitrogênio. Será construída uma curva analítica com adição das substâncias de interesse na matriz e comparada com uma curva analítica sem a presença da matriz, segundo procedimento sugerido por (ALBANO e RAYA-RODRIGUES, 2009).

Procedimentos:

- Construir uma curva analítica sem a presença da matriz: pesar 6 alíquotas do padrão EDTA (%C: 41,06 ± 0,12; %N: 9,57 ± 0,04), em triplicata; construir outra curva analítica com a presença da matriz: pesar 50% das massas utilizadas para a construção da curva anterior e acrescentar 50% do padrão de solo a cada uma das massas de EDTA.
- Fazer a regressão linear das duas curvas.
- Comparar as duas curvas analíticas; caso elas sejam paralelas pode-se dizer que não há interferência da matriz na determinação das substâncias de interesse.
- Aplicar o teste F para analisar as variâncias das curvas, identificando se existem diferenças significativas entre as curvas com e sem a matriz, de acordo com o procedimento:
- Calcular o valor de $F_{\text{calculado}}$ (comparando a variância média dos valores das diferentes curvas);

$$F = \text{Variância}_{(\text{maior})} / \text{Variância}_{(\text{menor})}$$
- Comparar o valor de $F_{\text{calculado}}$ com F_{tabelado} .
- Para encontrar o F_{tabelado} deve-se analisar os graus de liberdade das curvas. Os graus de liberdade são calculados como sendo n-1, onde n é o grau de repetições que foram realizadas para calcular a variância.
- Se $F_{\text{calculado}}$ for menor do que F_{tabelado} , a precisão das duas curvas com diferentes matrizes não possui diferença significativa.

2.3. Limite de detecção

Quando são realizadas medidas em amostras com baixos níveis do analito, como no método que está sendo avaliado, é importante saber qual o menor valor de concentração que pode ser detectado pelo método.

O Limite de Detecção (LD) é definido como o menor valor detectado, com uma precisão aceitável em função do ruído do equipamento (eletrônica, instrumental, etc). Neste caso, este limite é denominado LDE - Limite de Detecção do Equipamento e definido como a concentração do analito, a qual produz um sinal de três a cinco vezes a razão do sinal/ruído do equipamento. O LDE é correspondente à

concentração que produz um valor do sinal medido três vezes maior do que o nível de ruído médio do branco (ALBANO e RAYA-RODRIGUES, 2009).

O limite de detecção do método (LDM) é definido como a concentração mínima de uma substância medida e declarada com 95% ou 99% de confiança de que a concentração do analito é maior que zero.

O critério mais utilizado equivale à concentração média do branco (contendo a matriz) acrescida de 3 desvios padrão. Se for obtido um sinal na região de interesse inferior ao valor do LD, o resultado deve ser emitido como "ND", ou seja, "Não Detectado". O relatório de ensaio deverá apresentar o Limite de Detecção.

Procedimentos para o cálculo (LDE):

- Selecionar aleatoriamente os valores de 7 leituras do branco, realizadas em triplicata, nas cartas de controle do método, observando que estes não sejam pontos insatisfatórios.
- Calcular a média e o desvio padrão das 7 replicatas.
- Calcular o LDE somando a média do branco a 3DPdas 7 replicatas:

$$\text{LDE} = \text{Média} + 3\text{DP}$$

Procedimentos para o cálculo (LDM):

- Selecionar aleatoriamente os valores de 7 leituras do branco, realizadas em triplicata, nas cartas de controle do método.
- Calcular a média e o desvio padrão das 7 replicatas.
- Calcular o LDM multiplicando o valor de t para 95%, pelos desvios das réplicas, ou seja:

$$\begin{aligned} \text{LDM} &= t_{(n-1, 1-\alpha)} \cdot s \\ \text{LDM (95\%)} &= 1,943 \cdot s \\ \text{LDM (99\%)} &= 3,143 \cdot s \end{aligned}$$

onde:

LDM = Limite de detecção do método

$t_{(n-1, 1-\alpha)}$ = valor de t obtido a partir da distribuição de Student (unilateral) para $(1-\alpha) \times 100\%$ nível de confiança e $(n-1)$ graus de liberdade.

s = desvio padrão das análises em replicata
Ou seja: para 7 alíquotas, temos $7-1 = 6$ graus de

liberdade. O valor de t unilateral, para 95% de confiança é de 1,943; neste caso o LDM será igual a 1,943 vezes o desvio padrão. Para 99% de confiança o valor de t unilateral é de 3,143 e o LDM será igual a 3,143 vezes o desvio padrão.

2.4. Limite de quantificação

O Limite de Quantificação (LQ), algumas vezes também denominado "Limite de Determinação", é a menor concentração do analito que pode ser determinada com um nível aceitável de precisão e exatidão. Pode ser considerado como sendo a concentração do analito correspondente ao valor da média do branco mais 5, 6 ou 10 desvios padrão, de acordo com a precisão desejada: utiliza-se 5 ou 6DP quando se requer maior precisão e 10DP quando a precisão requerida não necessita ser tão elevada. Na prática, corresponde normalmente ao padrão de calibração de menor concentração, excluindo o branco (ALBANO e RAYA-RODRIGUES, 2009).

Procedimentos para o cálculo (LQ):

- Selecionar aleatoriamente os valores de 7 leituras do branco, realizadas em triplicata, nas cartas de controle do método (podem ser utilizados os dados da análise do LDM).
- Calcular a média e o desvio padrão dos dados.
- Estimar o LQ utilizando 5, 6 ou 10 desvios padrão, somados a média das 7 replicatas. Por exemplo, utilizando 5 desvios padrão para estimar o LQ:

$$\text{LQ} = \text{média} + 5s$$

Onde:

LQ = Limite de quantificação

s = desvio padrão das análises em replicata.

2.5. Exatidão

Exatidão é o grau de concordância entre o resultado de uma medição e um valor verdadeiro de referência aceito convencionalmente como verdadeiro (ALBANO e RAYA-RODRIGUES, 2009).

A exatidão pode ser definida como a tendência em apresentar resultado maior ou menor que o valor real,

indicando a existência ou não de erro sistemático, que pode ser expresso pelo desvio absoluto:

$$CV (\%) = \frac{s \times 100}{\text{Média}}$$

Os processos normalmente utilizados para avaliar a exatidão de um método são, entre outros: uso de materiais de referência, participação em comparações interlaboratoriais e realização de ensaios de recuperação (INMETRO, 2003).

Na avaliação da exatidão, utilizando um material de referência, os valores obtidos pelo laboratório, média e o desvio padrão de uma série de ensaios em replicata, devem ser comparados com os valores certificados do material de referência. Para esta comparação podem ser utilizados, entre outros: erro relativo, testes de hipóteses, índice z (z Score) e erro normalizado.

Procedimentos para o cálculo:

- Comparar o valor obtido para a média de carbono e nitrogênio nas cartas de controle com o valor verdadeiro (valor do padrão que consta no certificado do material de referência), através da expressão:

$$\text{Exatidão} = \frac{\text{valor experimental}}{\text{valor teórico}} \times 100$$

- Calcular o erro relativo (ER) através da expressão:

$$ER = \frac{X_{\text{lab}} - X_v}{X_v} \times 100$$

Onde:

X_{lab} = valor obtido experimentalmente ou média aritmética de valores obtidos

X_v = valor aceito como verdadeiro (valor certificado do MRC)

- Calcular o índice z (z Score):

$$Z = \frac{X_{\text{lab}} - X_v}{s}$$

Onde:

X_{lab} = valor obtido pelo laboratório

X_v = valor aceito como verdadeiro (valor certificado do MRC)

s = unidade de desvio (incerteza do MRC)

A avaliação pode ser feita de acordo com a seguinte escala de pontuação:

$|ZI| \leq 2$ = satisfatório;

$2 < |ZI| \leq 3$ = questionável;

$|ZI| > 3$ = insatisfatório.

Nos processos de comparação, caso não se alcance as condições satisfatórias, deve ser efetuado um plano de ação corretiva para verificar as causas e reavaliar o ensaio.

3. Considerações finais

A validação de métodos deve ser planejada antes de seu desenvolvimento e execução porque, apesar de os parâmetros de desempenho serem muito bem definidos na literatura, a estratégia de validação é específica para cada tipo de problema e é influenciada pelo procedimento analítico utilizado, pela natureza e concentração do composto de interesse e pela matriz.

Os procedimentos descritos neste documento são aplicáveis à validação da técnica de combustão para a determinação de carbono e nitrogênio em amostras de solo e abrange diferentes etapas que garantem os requisitos da NBR ISO/IEC 17025:2005.

São mostrados os passos para realizar os estudos de estabilidade do equipamento, seletividade, limite de detecção, limite de quantificação e exatidão. Partindo-se da avaliação dos parâmetros acima, a etapa seguinte incluirá os demais parâmetros, quando aplicáveis e, por fim, o estudo do cálculo de incerteza.

Referências

ABNT. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISO/IEC 17025:2005. **Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaios e de calibração**. Rio de Janeiro, 2005. 31 p.

ALBANO, F. de M.; RAYA-RODRIGUES, M. T. **Validação e garantia da qualidade de ensaios laboratoriais**. Porto Alegre: Rede Metrológica RS, 2009. 136 p.

ANVISA. AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **Guia para validação de métodos analíticos e bioanalíticos**. Resolução RE n° 899, de 29/05/2003. Brasília, 2003. 15 p.

BARROS, C. B. Validação de Métodos Analíticos. **Biológico**, São Paulo, v. 64, n. 2, p. 175-177, jul./dez., 2002.

CASTRO, V. L. S. S. de. **Aspectos gerais da validação de métodos químicos, biológicos e computacionais na gestão de qualidade de resultados de pesquisa**. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente, 2009. 28 p.

INMETRO. INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL. **Orientações sobre validação de métodos de ensaios químicos**. DOQ-CGCRE-008. Revisão 01/2003. Rio de Janeiro, 2003. 36 p.

INMETRO. INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL. **Vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais de metrologia**. 3. ed. Rio de Janeiro, 2003. 75 p.

LEITE, F.; **Validação em análise química**. 3 ed. Campinas: Átomo, 1998. 224 p.

Comunicado Técnico, 226



Exemplares desta edição podem ser adquiridos na:

Embrapa Clima Temperado

Endereço: Caixa Postal 403

Fone/fax: (53) 3275 8199

E-mail: sac@cpact.embrapa.br

1ª edição

1ª impressão 2009: 20 exemplares

Comitê de publicações

Presidente: Ariano Martins de Magalhães Júnior

Secretária- Executiva: Joseane Mary Lopes Garcia

Membros: José Carlos Leite Reis, Ana Paula Schneid Afonso, Giovani Theisen, Luis Antônio Suita de Castro, Flávio Luiz Carpena Carvalho, Christiane Rodrigues Congro Bertoldi e Regina das Graças Vasconcelos dos Santos

Expediente

Supervisor editorial: Antônio Luiz Oliveira Heberlê

Revisão de texto: Antônio Luiz Oliveira Heberlê

Editoração eletrônica: Sérgio Ilmar Vergara dos Santos