

SUZANA SABOIA DE MOURA

**INVESTIGAÇÃO DO PROCESSO DE UTILIZAÇÃO DE
MATERIAIS DE REFERÊNCIA: ESTUDO DE CASO DE LABORATÓRIOS DE
ANÁLISES DE ÁGUAS DA NATUREZA**

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado em Sistemas de Gestão, da Universidade Federal Fluminense, como requisito parcial à obtenção do Grau de Mestre em Sistemas de Gestão. Área de Concentração: **Sistema de Gestão pela Qualidade Total.**

Orientadora:

Prof^a Stella Regina Reis da Costa, D.Sc.

**Niterói
2006**

Livros Grátis

<http://www.livrosgratis.com.br>

Milhares de livros grátis para download.

SUZANA SABOIA DE MOURA

**INVESTIGAÇÃO DO PROCESSO DE UTILIZAÇÃO DE
MATERIAIS DE REFERÊNCIA: ESTUDO DE CASO DE LABORATÓRIOS DE
ANÁLISES DE ÁGUAS DA NATUREZA**

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado em Sistemas de Gestão, da Universidade Federal Fluminense, como requisito parcial à obtenção do Grau de Mestre em Sistemas de Gestão. Área de Concentração: **Sistema de Gestão pela Qualidade Total.**

Aprovada em 09 de junho de 2006

BANCA EXAMINADORA

Prof^a Stella Regina Reis da Costa, D.Sc.
Universidade Federal Fluminense

Prof^a. Rosenir Rita de Cássia Moreira da Silva, D.Sc.
Universidade Federal Fluminense

Prof^a. Wilma Araújo Gonzalez, D.Sc.
Instituto Militar de Engenharia

2006

Dedicatória

Ao meu filho Marcos.

Aos meus pais, Zélia e Nelson (*in memoriam*), e à Elza (*in memoriam*).

AGRADECIMENTOS

À minha orientadora, Prof^ª Stella Regina Reis da Costa, pela firmeza e dedicação.

À direção do Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial, em particular a Elizabeth dos Santos Cavalcanti, Coordenadora Geral de Credenciamento, e a João Carlos Antunes de Souza, Chefe da Divisão de Credenciamento de Laboratórios, por me propiciarem a oportunidade de realizar este Mestrado.

À minha prima Beatriz Vasconcelos, à D. Lourdes e à minha família.

À minha secretária Roseni.

Aos meus amigos Kikue Higashi, Alfredo G.H. R. de Oliveira, Renata Borges e Richardson Souza pela valiosa contribuição e troca de idéias.

Aos amigos da Divisão de Credenciamento de Laboratórios, em especial à Luciaurea Cavalcanti pelo incentivo e apoio.

Aos meus amigos da turma de mestrado, Orlando Bandeira, Eliana Viola e Oscar Carneiro.

A todos os colaboradores dos laboratórios que participaram desta pesquisa.

A todos que contribuíram para a realização deste trabalho.

.

RESUMO

A crescente demanda por resultados de medição de procedência conhecida e aceitável pelos clientes requer uma atenção cada vez maior para a rastreabilidade metrológica. Para atingir esses objetivos é necessário o uso de elementos de referência - padrões rastreáveis e/ou materiais de referência - na calibração e validação dos métodos de medição para assegurar uma cadeia segura da rastreabilidade. A rastreabilidade metrológica é um aspecto essencial para a comparabilidade de resultados analíticos. O objetivo geral desta pesquisa exploratória foi diagnosticar as práticas realizadas pelos laboratórios de análise de águas quanto ao uso de materiais de referência, com foco nos certificados que acompanham os materiais e na utilização dos mesmos. Através de pesquisa de campo, via questionário, foram coletadas as informações junto aos laboratórios. Por meio de pesquisa bibliográfica foi possível comparar os requisitos sobre rastreabilidade dos métodos de análise de águas e verificar se os mesmos estavam sendo atingidos. Os resultados obtidos produziram um panorama geral sobre o uso de materiais de referência pelo grupo de laboratórios estudado, e permitiram propor à Coordenação Geral de Credenciamento (Cgcre/Inmetro) ações de curto e médio prazos para apoiar a atividade de acreditação de laboratórios.

Palavras-chave: Materiais de referência; acreditação de laboratórios; água.

ABSTRACT

The growing demand for measurement results of known and acceptable origins by customers requires more and more attention to metrological traceability. To achieve these goals, it is necessary to use reference elements – standards and/or reference materials – in method calibration and validation to assure a safe traceability chain. Metrological traceability is an essential aspect for the comparability of analytical results. The general objective of this exploratory research was to exam the practices adopted by the water analysis laboratories on the use of reference materials, focusing on their certificates and their use. The information obtained from the laboratories, by means of a questionnaire, were tabulated. A bibliographical research was also performed in order to tabulate the traceability requirements of the water analytical methods and make it possible to compare them to the practices used by the laboratories. The results produced an overview of the use of reference materials by the group of laboratories studied, which allowed to propose to the General Accreditation Coordination (Cgcre/Inmetro) short and medium terms actions to support the laboratory accreditation activity.

Key-Words: Reference materials; laboratory accreditation; water.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Estrutura organizacional do Inmetro	29
Figura 2	Estrutura organizacional da Cgcre/Inmetro	30
Figura 3	Família do material de referência	52
Figura 4	Rotas de rastreabilidade possíveis, estabelecidas local, regional ou internacionalmente; ou ainda a uma referência convencionada e adequada ao uso pretendido	65
Figura 5	Metodologia de pesquisa	80

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 Número de laboratórios acreditados nas área de calibração	67
Tabela 2 Número de laboratórios acreditados por Região do Brasil	67
Tabela 3 MRC cadastrados na COMAR, por país	69
Tabela 4 Parâmetros de análise de água prioritários para acreditação, segundo o PROLAB	76
Tabela 5 Demais parâmetros de análise de água para acreditação, segundo o PROLAB	77
Tabela 6 Questionários enviados x respondidos, por categoria	86
Tabela 7 MR utilizados nas medições de pH	89
Tabela 8 pH - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	90
Tabela 9 pH - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/ certificação	90
Tabela 10 MR utilizados nas medições de oxigênio dissolvido (OD)	91
Tabela 11 OD - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	92
Tabela 12 OD - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/ certificação	92
Tabela 13 MR utilizados nas medições de condutividade elétrica	93
Tabela 14 Condutividade elétrica - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	94
Tabela 15 Condutividade elétrica - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	94
Tabela 16 MR utilizados nas medições de temperatura da água	95
Tabela 17 Temperatura da água - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	95
Tabela 18 Temperatura da água - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	96
Tabela 19 MR utilizados nas medições de turbidez	97
Tabela 20 Turbidez - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	97
Tabela 21 Turbidez - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/ certificação	98

Tabela 22 MR utilizados nas medições de cor	99
Tabela 23 Cor - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento ..	99
Tabela 24 Cor - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/ certificação	100
Tabela 25 MR utilizados nas medições de sólidos em suspensão totais	101
Tabela 26 Sólidos em suspensão totais - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	101
Tabela 27 Sólidos em suspensão totais - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	102
Tabela 28 MR utilizados nas medições de sólidos solúveis totais	102
Tabela 29 Sólidos solúveis totais - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	103
Tabela 30 Sólidos solúveis totais - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	103
Tabela 31 MR utilizados nas medições de sólidos sedimentáveis	104
Tabela 32 Sólidos sedimentáveis - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	104
Tabela 33 Sólidos sedimentáveis - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	105
Tabela 34 MR utilizados nas medições de fósforo	106
Tabela 35 Fósforo - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento.....	106
Tabela 36 Fósforo - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/ certificação	107
Tabela 37 MR utilizados nas medições de nitrogênio amoniacal total	108
Tabela 38 Nitrogênio amoniacal total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	109
Tabela 39 Nitrogênio amoniacal total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	109
Tabela 40 MR utilizados nas medições de nitrogênio Kjeldahl total	110
Tabela 41 Nitrogênio Kjeldahl total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	110

Tabela 42 Nitrogênio Kjeldahl total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	111
Tabela 43 MR utilizados nas medições de nitrito	112
Tabela 44 Nitrito - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	112
Tabela 45 Nitrito - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/ certificação	113
Tabela 46 MR utilizados nas medições de nitrato	113
Tabela 47 Nitrato - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	114
Tabela 48 Nitrato - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/ certificação	114
Tabela 49 MR utilizados nas medições de óleos e graxas	115
Tabela 50 Óleos e graxas - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	116
Tabela 51 Óleos e graxas - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	116
Tabela 52 MR utilizados nas medições de cálcio	117
Tabela 53 Cálcio - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento..	118
Tabela 54 Cálcio - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/ certificação	118
Tabela 55 MR utilizados nas medições de magnésio	119
Tabela 56 Magnésio - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	120
Tabela 57 Magnésio - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	120
Tabela 58 MR utilizados nas medições de dureza	121
Tabela 59 Dureza - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	122
Tabela 60 Dureza - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/ certificação	122
Tabela 61 MR utilizados nas medições de carbono orgânico total (COT)	123
Tabela 62 COT - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento...	123

Tabela 63 COT - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/ certificação	124
Tabela 64 MR utilizados nas medições de $DBO_{(5,20)}$	124
Tabela 65 $DBO_{(5,20)}$ - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	125
Tabela 66 $DBO_{(5,20)}$ - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	125
Tabela 67 MR utilizados nas medições de DQO	126
Tabela 68 DQO - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento ...	127
Tabela 69 DQO - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/ certificação	127
Tabela 70 MR utilizados nas medições de coliformes totais	128
Tabela 71 Coliformes totais - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	129
Tabela 72 Coliformes totais - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	129
Tabela 73 MR utilizados nas medições de coliformes termotolerantes	130
Tabela 74 Coliformes termotolerantes - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	131
Tabela 75 Coliformes termotolerantes - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	131
Tabela 76 MR utilizados nas medições de Escherichia coli	132
Tabela 77 Escherichia coli - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	133
Tabela 78 Escherichia coli - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	133
Tabela 79 MR utilizados nas medições de densidade de cianobactérias	134
Tabela 80 Densidade de cianobactérias - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	134
Tabela 81 Densidade de cianobactérias - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	135
Tabela 82 MR utilizados nas medições de clorofila <i>a</i>	135

Tabela 83 Clorofila <i>a</i> - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	136
Tabela 84 Clorofila <i>a</i> - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	136
Tabela 85 MR utilizados nas medições de metais	137
Tabela 86 Metais - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	138
Tabela 87 Metais - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	138
Tabela 88 MR utilizados nas medições de alumínio dissolvido	139
Tabela 89 Alumínio dissolvido - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	140
Tabela 90 Alumínio dissolvido - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	140
Tabela 91 MR utilizados nas medições de arsênio total	141
Tabela 92 Arsênio total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	142
Tabela 93 Arsênio total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	142
Tabela 94 MR utilizados nas medições de bário total	143
Tabela 95 Bário total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	144
Tabela 96 Bário total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	144
Tabela 97 MR utilizados nas medições de cianeto livre	145
Tabela 98 Cianeto livre - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	146
Tabela 99 Cianeto livre - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	146
Tabela 100 MR utilizados nas medições de cloreto total	147

Tabela 101 Cloreto total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	148
Tabela 102 Cloreto total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	148
Tabela 103 MR utilizados nas medições de cloro residual total	149
Tabela 104 Cloro residual total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	150
Tabela 105 Cloro residual total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	150
Tabela 106 MR utilizados nas medições de cromo total	151
Tabela 107 Cromo total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	152
Tabela 108 Cromo total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	152
Tabela 109 MR utilizados nas medições de fenóis totais	153
Tabela 110 Fenóis totais - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	154
Tabela 111 Fenóis totais - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	154
Tabela 112 MR utilizados nas medições de ferro dissolvido	155
Tabela 113 Ferro dissolvido - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	156
Tabela 114 Ferro dissolvido - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	156
Tabela 115 MR utilizados nas medições de fluoreto total	157
Tabela 116 Fluoreto total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	158
Tabela 117 Fluoreto total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	158
Tabela 118 MR utilizados nas medições de mercúrio total	159
Tabela 119 Mercúrio total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	160

Tabela 120 Mercúrio total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	160
Tabela 121 MR utilizados nas medições de selênio total	161
Tabela 122 Selênio total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	162
Tabela 123 Selênio total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	162
Tabela 124 MR utilizados nas medições de sulfeto	163
Tabela 125 Sulfeto - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	164
Tabela 126 Sulfeto - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/ certificação	164
Tabela 127 MR utilizados nas medições de sulfato total	165
Tabela 128 Sulfato total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	166
Tabela 129 Sulfato total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	166
Tabela 130 MR utilizados nas medições de substâncias tensoativas	167
Tabela 131 Substâncias tensoativas - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	168
Tabela 132 Substâncias tensoativas - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	168
Tabela 133 MR utilizados nas medições de agrotóxicos organoclorados	168
Tabela 134 Agrotóxicos organoclorados - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	170
Tabela 135 Agrotóxicos organoclorados - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	170
Tabela 136 MR utilizados nas medições de agrotóxicos organofosforados	171
Tabela 137 Agrotóxicos organofosforados - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	172
Tabela 138 Agrotóxicos organofosforados - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	172
Tabela 139 MR utilizados nas medições de agrotóxicos fenoxi-ácidos	173

Tabela 140 Agrotóxicos fenoxi-ácidos - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	173
Tabela 141 Agrotóxicos fenoxi-ácidos - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	173
Tabela 142 MR utilizados nas medições de outras classes de agrotóxicos	174
Tabela 143 Outras classes de agrotóxicos - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	174
Tabela 144 Outras classes de agrotóxicos - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	175
Tabela 145 MR utilizados nas medições de HPA	176
Tabela 146 HPA - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	176
Tabela 147 HPA - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	177
Tabela 148 MR utilizados nas medições de PCBs	177
Tabela 149 PCBs - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	178
Tabela 150 PCBs - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	178
Tabela 151 MR utilizados nas medições de dioxinas	179
Tabela 152 Dioxinas - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	179
Tabela 153 Dioxinas - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	179
Tabela 154 MR utilizados nas medições de cianotoxinas	180
Tabela 155 Cianotoxinas - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	180
Tabela 156 Cianotoxinas - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	181
Tabela 157 MR utilizados nas medições de toxicidade aguda	182
Tabela 158 Ensaios de toxicidade aguda - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	182
Tabela 159 Ensaios de toxicidade aguda - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	182
Tabela 160 MR utilizados nas medições de toxicidade crônica	183

Tabela 161 Ensaio de toxicidade crônica - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	183
Tabela 162 Ensaio de toxicidade crônica - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	184
Tabela 163 MR utilizados pelos laboratórios de água	185
Tabela 164 Critério de aceitação documental dos MR no recebimento	186
Tabela 165 Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação	186

LISTA DE SIGLAS

A2LA	American Association for Laboratory Accreditation
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ANA	Agência Nacional de Águas
APEC	Asia-Pacific Economic Cooperation
BIPM	Bureau International de Pesos e Medidas / Bureau International de Poids et Mesures
CBM	Comitê Brasileiro de Metrologia
CCDS	Comitê Consultivo para a Definição do Segundo
CCDM	Comitê Consultivo para a Definição do Metro
CCE	Comitê Consultivo de Eletricidade
CCEMR	Comitê Consultivo para os Padrões de Medida das Radiações Ionizantes
CCM	Comitê Consultivo para as Massas e as Grandezas Aparentes
CCP	Comitê Consultivo de Fotometria
CCPR	Comitê Consultivo de Fotometria e Radiometria
CCQM	Comitê Consultivo para Quantidade de Matéria: metrologia química / Comité Consultatif pour la Quantité de Matière: métrologie en chimie
CCT	Comitê Consultivo de Termometria
CCTC	Comitê Consultivo de Termometria e Calorimetria
CCU	Comitê Consultivo das Unidades
CEN	Comitê Europeu de Normalização
CNUMAD	Conferência das Nações Unidas sobre o Meio Ambiente e o Desenvolvimento
COMAR	Code d'Indexation des Matériaux de Référence
CONAMA	Conselho Nacional do Meio Ambiente
Conmetro	Conselho Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial
CQ	Controle da qualidade
CRM	Certified reference material
Dimci	Diretoria de Metrologia Científica e Industrial
DQUIM	Divisão de Metrologia Química do Inmetro

EA	European Co-operation for Accreditation
GA	General assembly
HKAS	Hong Kong Accreditation Service
IAAC	Interamerican Accreditation Cooperation
IAEA	International Atomic Energy Agency
IAF	International Accreditation Forum
IFCC	International Federation of Clinical Chemistry and Laboratory Medicine
ILAC	International Laboratory Accreditation Cooperation
IMEP	International Measurement Evaluation Programme
INM	Instituto Nacional de Metrologia
Inmetro	Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial
INPM	Instituto Nacional de Pesos e Medidas
ISO	International Organization for Standardization
ISO REMCO	ISO Committee on Reference Materials
IUPAC	União Internacional de Química Pura e Aplicada
MCQ	Material de controle da qualidade
MDIC	Ministério do Desenvolvimento, da Indústria e do Comércio Exterior
MMA	Ministério do Meio Ambiente
MR	Material de referência
MRA	Mutual Recognition Arrangement
MRC	Material de referência certificado
NATA	National Association of Testing Authorities
NBR	Norma brasileira registrada
NBS	National Bureau of Standards
NIST	National Institute of Standards and Technology
OAA	Organismo Argentino de Acreditación
OAC	Organismo de avaliação da conformidade
OMC	Organização Mundial do Comércio
OMS	Organização Mundial de Saúde
ONARC	Organo Nacional de Acreditación de la República de Cuba
PBDCT	Plano Básico de Desenvolvimento Científico e Tecnológico

PNM	Plano Nacional de Metrologia
PNRH	Política Nacional de Recursos Hídricos
PNUMA	Programa das Nações Unidas para o Meio Ambiente
PROLAB	Programa Nacional de Acreditação de Laboratórios em Análise da Qualidade da Água
PROMETRO	Programa de Capacitação Científica e Tecnológica para a Metrologia Científica e Industrial
SCC	Standards Council of Canada
SI	Sistema internacional de unidades
SINGREH	Sistema Nacional de Gerenciamento de Recursos Hídricos
Sinmetro	Sistema Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial
SMEWW	Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater
SRM	Standard Reference Material
TBT	Technical barriers to trade
UFF	Universidade Federal Fluminense
UKAS	United Kingdom Accreditation Service
UICN	União Internacional para a Conservação da Natureza
US EPA	US Environmental Protection Agency
VIM	Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia
WMO	Organização Meteorológica Mundial
WWF	Fundo Mundial para a Vida Selvagem

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	23
1.1 APRESENTAÇÃO DO PROBLEMA	24
1.2 OBJETIVOS GERAIS	25
1.3 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	25
1.4 PROBLEMAS DA PESQUISA	25
1.5 JUSTIFICATIVA DO TRABALHO	26
1.6 DELIMITAÇÃO DA PESQUISA	26
2 REFERENCIAL TEÓRICO	27
2.1 O SINMETRO, O CONMETRO E O INMETRO	27
2.1.1 Os Acordos de Reconhecimento Mútuo assinados pela Cgcre/Inmetro na acreditação de laboratórios	31
2.1.2 Acreditação de laboratórios	34
2.2 METROLOGIA	37
2.2.1 A metrologia e a Convenção do Metro	38
2.2.2 O Bureau Internacional de Pesos e Medidas (BIPM) e a Convenção do Metro	40
2.2.2.1 O Sistema Internacional de Unidades (SI)	42
2.2.2.2.1 <i>As duas classes de unidades SI</i>	43
2.2.2.2 A Metrologia Química no BIPM	44
2.2.3 A metrologia no Brasil – Um breve histórico	45
2.3.2.1 A Metrologia Química no Inmetro	49
2.3 MATERIAIS DE REFERÊNCIA	51
2.3.1 ISO REMCO	54
2.3.2 Requisitos sobre materiais de referência na Norma ABNT NBR ISO IEC 17025	55
2.3.2.1 Requisitos da direção – Análise crítica de pedidos, propostas e contratos	55
2.3.2.2 Requisitos da direção – Aquisição de serviços e suprimentos em laboratório de ensaio	56
2.3.2.3 Requisitos técnicos – Métodos de ensaio e calibração e validação de métodos	57

2.3.2.4	Requisitos técnicos – Rastreabilidade de medição	58
2.3.2.5	Requisitos técnicos – Garantia da qualidade dos resultados de ensaio e de calibração	59
2.3.3	Perspectivas para materiais de referência na ILAC	59
2.4	RASTREABILIDADE	61
2.4.1	Rastreabilidade na acreditação de laboratórios	66
2.5	A ÁGUA E SUA IMPORTÂNCIA	70
2.5.1	A gestão de recursos hídricos no Brasil	73
2.5.2	A Cooperação entre a ANA e a Cgcre/Inmetro	75
3	METODOLOGIA DE PESQUISA	79
3.1	CONSIDERAÇÕES TEÓRICAS	79
3.2	ETAPAS DA PESQUISA	79
3.3	O TEMA DA PESQUISA E SUA RELEVÂNCIA	79
3.4	FORMULAÇÃO DO PROBLEMA	80
3.5	UNIVERSO, AMOSTRA E SUJEITOS DA PESQUISA	81
3.6	ESTRATÉGIA METODOLÓGICA	81
3.7	ELABORAÇÃO DO REFERENCIAL TEÓRICO	81
3.8	COLETA DE DADOS	82
3.9	ANÁLISE DOS DADOS E REDAÇÃO DO RELATÓRIO	82
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	84
4.1	PESQUISA BIBLIOGRÁFICA	84
4.1.1	“Melhores práticas” recomendadas pelo <i>Standard Methods</i>	85
4.1.2	Conteúdo essencial de certificados de MRC	85
4.2	PESQUISA DE CAMPO JUNTO AOS LABORATÓRIOS DE ENSAIO DE ÁGUAS	86
4.2.1	Apresentação dos resultados individuais	88
4.2.2	Apresentação dos resultados consolidados	184
4.3	DISCUSSÕES FINAIS.....	187
4.4	PROPOSTA DE POLÍTICA A SER ADOTADA PARA GARANTIR, SEMPRE QUE POSSÍVEL, A RASTREABILIDADE DOS RESULTADOS DE ENSAIOS DOS LABORATÓRIOS	190
5	CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA FUTURAS PESQUISAS	192
5.1	CONCLUSÕES	192

5.2 SUGESTÕES PARA FUTURAS PESQUISAS	194
BIBLIOGRAFIA	195
APÊNDICE A	203
APÊNDICE B	208

CAPÍTULO1 INTRODUÇÃO

A crescente demanda por resultados de medição de procedência conhecida e aceitável requer uma atenção cada vez maior para a rastreabilidade metrológica. Para atingir esses objetivos é necessário o uso de elementos de referência - padrões rastreáveis e/ou materiais de referência - na calibração e validação dos métodos de medição. Sem eles é impossível estabelecer uma cadeia segura de rastreabilidade. A rastreabilidade é um aspecto essencial da garantia da qualidade para se obter aceitação internacional de dados analíticos confiáveis.

O papel dos materiais de referência certificados nas análises químicas é fornecer referências metrológicas para calibrar ou avaliar a exatidão das análises. Se vários laboratórios conseguem atingir o mesmo resultado analítico para um mesmo material de referência certificado, isto mostra que as suas medições podem ser comparáveis. (ISO, 2000)

A Coordenação Geral de Acreditação (Cgcre) do Inmetro é o organismo de acreditação brasileiro operando um sistema de acreditação de laboratórios reconhecido por seus pares signatários do Acordo de Reconhecimento Mútuo da *International Laboratory Accreditation Cooperation* (ILAC). A Cgcre/Inmetro adota a Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 como o critério de reconhecimento de competência técnica de laboratórios, no âmbito do Acordo.

A Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 dá importância especial à demonstração da rastreabilidade da medição. Os materiais de referência estão inseridos nesse contexto pois têm sua aplicação na calibração, na validação de métodos, no controle da qualidade e na verificação do uso correto de um método (Inmetro, 2005). No Brasil, existem poucos materiais de referência certificados produzidos em conformidade com os ISO Guias 30 a 35.

Deve-se ressaltar que a ILAC já decidiu incluir no acordo de reconhecimento mútuo vigente (laboratórios) a acreditação de produtores de materiais de referência, logo que os procedimentos apropriados para essa atividade forem desenvolvidos e acordados.

Em virtude dos materiais de referência terem aplicações e matrizes diversas, optou-se por uma área de interesse - a análise da água, ao invés de se estudar a aplicação dos materiais de referência em geral. A água é um bem essencial à vida, conseqüentemente a qualidade e a preservação dos recursos hídricos são assuntos

de muita importância no Brasil e no mundo. Segundo a Agência Nacional de Águas (ANA), o Brasil detém 13,7% da água doce superficial do mundo.

O Governo Brasileiro, consciente da importância da sustentabilidade, que também está relacionada à gestão de seus recursos hídricos, assinou a Carta de Princípios do Rio (Rio-92) e adotou as suas orientações. A criação da Agência Nacional de Águas (ANA) é uma das ações decorrentes da política de gestão dos recursos hídricos.

Em março de 2005, a ANA lançou o Programa Nacional de Acreditação de Laboratórios em Análise da Qualidade da Água (PROLAB) e assinou com a Cgcre/Inmetro o Termo de Cooperação que visa implementar uma rede de laboratórios acreditados que forneça o suporte legal para as ações de regulação do uso da água e de monitoramento da qualidade das águas interiores, em todo Território Nacional, no âmbito do Sistema Nacional de Gerenciamento de Recursos Hídricos. O PROLAB identifica uma série de parâmetros físico-químicos e químicos, indicadores de matéria orgânica, biológicos e microbiológicos, e elementos e substâncias potencialmente prejudiciais considerados prioritários para o controle da qualidade da água.

Considerando o cenário apresentado, o estudo do uso dos materiais de referência pelos laboratórios de ensaios de água poderá contribuir para futuros trabalhos da Cgcre/Inmetro e para o aprimoramento da acreditação desses laboratórios.

1.1 APRESENTAÇÃO DO PROBLEMA

A competência técnica de um laboratório está amparada nos fatores que influenciam nos resultados dos ensaios, entre eles a rastreabilidade das suas medições. Os materiais de referência são elementos necessários à obtenção dessa rastreabilidade.

Foi feita uma busca nas bases de dados internacionais via Internet de materiais de referência - a COMAR (Code d'Indexation des Matériaux de Référence), a da *International Atomic Energy Agency* (IAEA) e a *CRM Producers – Worldwide listing of CRM producers* - onde só foram encontrados materiais de referência certificados brasileiros que não são aplicáveis aos ensaios de águas. Apesar disso, os laboratórios de análises de água estão trabalhando rotineiramente nesses serviços.

Há de se destacar que os materiais de referência certificados importados são caros e de difícil obtenção, devido aos trâmites burocráticos impostos pelas autoridades alfandegárias, não só do Brasil, mas também dos demais países do mundo. Tal situação está sendo objeto de uma pesquisa pelo ISO REMCO (*ISO Committee on Reference Materials*) com o intuito de conhecer os problemas relacionados ao transporte, importação e exportação e barreiras ao comércio de materiais de referência.

Dessa forma, o estudo visa conhecer quais tipos de materiais estão sendo utilizados pelos laboratórios, como os certificados que os acompanham estão sendo inspecionados e se os mesmos possuem alguma identificação de que houve avaliação por organismo independente (de terceira parte).

1.2 OBJETIVOS GERAIS

O objetivo geral da pesquisa é diagnosticar as práticas realizadas pelos laboratórios de análise de águas quanto ao uso de materiais de referência, com foco no processo de aquisição dos mesmos.

1.3 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- a) Fazer um levantamento dos materiais de referência utilizados pelos laboratórios de análise de água (visto que há dificuldade em obtê-los), os critérios de aceitação dos documentos que acompanham os materiais, à luz do item 4.6 da Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 sobre aquisição de serviços e suprimentos em laboratório de ensaio, e quais as referências à avaliação por terceira parte encontradas nesses documentos.
- b) Estimar o número de laboratórios com capacidade para analisar todo o escopo do Programa Nacional de Acreditação de Laboratórios em Análise da Qualidade da Água (PROLAB).
- c) Propor trabalhos futuros a serem realizados pela Cgcre/Inmetro nesse campo.

1.4 PROBLEMAS DA PESQUISA

Este estudo pretende explorar o tema materiais de referência (MR), no contexto dos laboratórios de análise de parâmetros específicos de águas da natureza, visando obter informações:

- Quais o MR utilizados como padrão nas análises/ensaios?
- Qual o critério adotado para aceitação documental do(s) MR ou padrão(ões) no recebimento?
- Nos Certificados de MR ou de Análise, qual o tipo de certificação/acreditação por uma organização independente (de terceira parte) são encontradas?

1.5 JUSTIFICATIVAS DO TRABALHO

A ANA é a entidade federal de implementação da Política Nacional de Recursos Hídricos no Brasil, que tem como um dos seus objetivos assegurar à atual e às futuras gerações a necessária disponibilidade de água, em padrões de qualidade adequados ao uso. As condições e padrões de lançamento de efluentes estão dispostos na Resolução nº 357, de 17 de março de 2005, do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA), que também classifica os corpos d'água e estabelece diretrizes ambientais para o seu enquadramento.

A Cgcre/Inmetro assinou o Termo de Cooperação com a ANA visando estabelecer uma rede de laboratórios de análises de águas como uma das ferramentas para viabilizar a gestão sistemática de recursos hídricos.

Conforme mencionado no início deste Capítulo, os materiais de referência são um aspecto importante da qualidade da medição e existe uma carência de materiais de referência certificados no Brasil. Desta forma, este estudo se justifica, pois a Cgcre/Inmetro tem a responsabilidade de acreditar laboratórios (atestar competência técnica) que apoiam as decisões da ANA na aplicação de multas e de pedidos de outorga de lançamentos de efluentes.

1.6 DELIMITAÇÃO DA PESQUISA

Esta pesquisa foi aplicada aos laboratórios de ensaios de águas acreditados e postulantes à acreditação junto à Cgcre/Inmetro e os participantes de uma comparação interlaboratorial organizada pela Diretoria de Metrologia Científica e Industrial -Dimci/Inmetro, em parceria com a Cgcre/Inmetro.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 O SINMETRO, O CONMETRO E O INMETRO

Em julho de 1973, por ocasião do lançamento do I Plano Básico de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (PBDCT), o então Ministro do Planejamento e Coordenação Geral iniciou seu pronunciamento dizendo que o sentido essencial do Plano era “colocar a ciência e tecnologia modernas a serviço da sociedade brasileira, nos seus objetivos de desenvolvimento e grandeza.” (SALLES-FILHO, 2002, p.9).

Mais adiante continua o seu discurso enfatizando que “o primeiro ponto a destacar é a definição, para o País, de uma política de ciência e tecnologia que lhe permita acompanhar o progresso científico mundial, obter, para os setores prioritários, a tecnologia mais atualizada e montar internamente uma estrutura capaz de, gradualmente, passar a produzir tecnologia, e não apenas de produzir bens e serviços.” (SALLES-FILHO, 2002, p.10).

Naquela época, dentre as principais áreas de atuação da política científica e tecnológica estavam o fortalecimento institucional e financeiro dos organismos considerados de alto interesse para os setores prioritários – entre eles o Instituto Nacional de Pesos e Medidas (INPM), criado em 1961 e atuante na área de metrologia – e na consolidação da infra-estrutura de pesquisa científica e tecnológica, principalmente na área governamental, por intermédio da modernização e expansão das atividades de propriedade industrial, metrologia, normalização, inspeção e certificação da qualidade industrial (SALLES-FILHO, 2002).

A Exposição de Motivos EM/GM/nº.79 que encaminhou o projeto de Lei para a criação do Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (Inmetro) justificava:

é necessário disciplinar, do ponto de vista qualitativo, a produção e comercialização de bens manufaturados entregues ao consumidor brasileiro, inclusive aqueles importados, os quais nem sempre atendem a requisitos mínimos e razoáveis de qualidade e segurança.

.....torna-se necessário estabelecer normas e procedimentos, técnicos e administrativos, que promovam a melhoria e regulamentem a verificação da qualidade dos produtos industriais destinados à exportação, visto que a sua reputação e competitividade no mercado internacional dependerão, cada vez mais, de sua qualidade dimensional, material e funcional. Ao mesmo tempo, é necessário estudar de forma sistemática as dificuldades e as potencialidades do mercado externo no que diz respeito às normas e

especificações de qualidade, internacionais, peculiares a cada mercado nacional, propondo as medidas adequadas para assegurar a defesa dos interesses do nosso comércio exterior. Torna-se necessário desenvolver de forma racional, integrada e extensiva a todo o território nacional, a normalização, a inspeção, a certificação e a fiscalização das características metrológicas, materiais e funcionais dos bens manufaturados, tanto os produzidos no País quanto os importados.

Considerando a magnitude do problema, o Governo decidiu ampliar e diversificar os serviços prestados pelo INPM, para enfrentar os novos desafios, inclusive a execução de parte do PBDCT. O Projeto de Lei, que deu origem à Lei 5.966, trazia uma proposta de criação do Sistema Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (Sinmetro), constituído pelo conjunto de órgãos, instituições e empresas nacionais interessados nessas atividades. Como órgão normativo e supervisor do Sistema, previa-se a criação do Conselho Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (Conmetro) e como órgão executivo central da política estabelecida pelo Conmetro, estaria o INPM com suas atribuições ampliadas, transformando-o no Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (Inmetro).

Dessa forma, em 11 de dezembro de 1973, a Lei 5.966 instituiu o Sinmetro com “a finalidade de formular e executar a política nacional de metrologia, normalização industrial e certificação de qualidade de produtos industriais”, criou o Conmetro e o Inmetro.

Ao Conmetro compete:

- a) formular, coordenar e supervisionar a política nacional de metrologia, normalização industrial e certificação da qualidade de produtos industriais, prevendo mecanismos de consulta que harmonizem os interesses públicos, das empresas industriais e do consumidor;
- b) assegurar a uniformidade e a racionalização das unidades de medida utilizadas em todo o território nacional;
- c) estimular as atividades de normalização voluntária no País;
- d) estabelecer normas referentes a materiais e produtos industriais; e) fixar critérios e procedimentos para certificação da qualidade de materiais e produtos industriais;
- f) fixar critérios e procedimentos para aplicação de penalidades no caso de infração a dispositivo da legislação referente à metrologia, à normalização industrial, à certificação da qualidade de produtos industriais e aos atos normativos dela decorrentes;
- g) coordenar a participação nacional nas atividades internacionais de metrologia, normalização e certificação de qualidade.
- e) fixar critérios e procedimentos para certificação da qualidade de materiais e produtos industriais;
- f) fixar critérios e procedimentos para aplicação de penalidades no caso de infração a dispositivo da legislação referente à metrologia, à normalização industrial, à certificação da qualidade de produtos industriais e aos atos normativos dela decorrentes;
- g) coordenar a participação nacional nas atividades internacionais de metrologia, normalização e certificação de qualidade.

Ao Inmetro, autarquia federal vinculada ao Ministério do Desenvolvimento, da Indústria e do Comércio Exterior (MDIC), com personalidade jurídica e patrimônio próprio, coube o papel do órgão executivo central do Sistema, “podendo, mediante autorização do Conmetro, credenciar entidades públicas ou privadas para execução de atividades de sua competência, exceto as de metrologia legal.”

Em 20 de dezembro de 1999, a Lei 9.933 estende as competências do Conmetro para “expedir atos normativos e regulamentos técnicos nos campos da metrologia e da avaliação da conformidade de produtos, de processos e de serviços” e do Inmetro para “mediante autorização do Conmetro, credenciar entidades públicas ou privadas para execução de atividades de sua competência” e “elaborar e expedir regulamentos técnicos nas áreas que lhe forem determinadas pelo Conmetro”.

A estrutura organizacional do Inmetro foi revista e nessa ocasião foi criada a Coordenação Geral de Credenciamento (Cgcre/Inmetro) pelo Decreto 4.039, de 13 de dezembro de 2001, posteriormente alterado em outras partes pelo Decreto nº 4.630, de 21 de março de 2003.

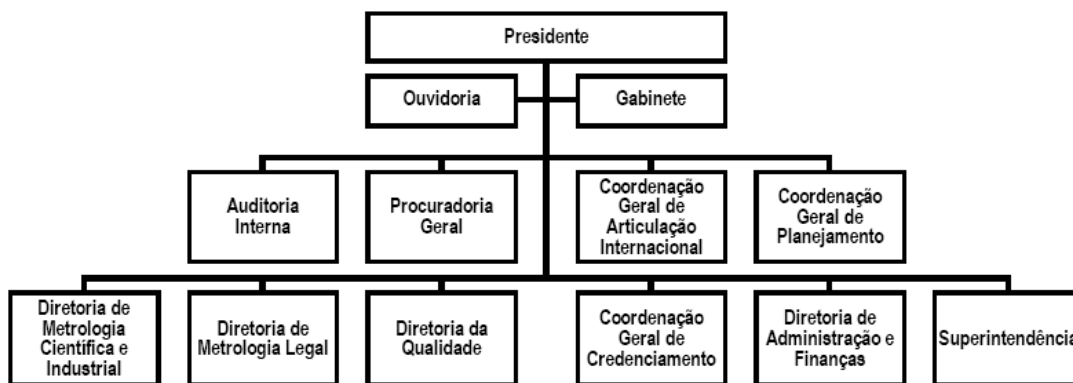


Figura 1: Estrutura organizacional do Inmetro
Fonte: Adaptada do Decreto nº 4.360, de 21 de março de 2003

O Decreto 4.360 estabelece, no artigo 8º, da Seção I do capítulo IV que

À Coordenação-Geral de Credenciamento compete planejar, dirigir, orientar, coordenar e executar as atividades de credenciamento e, especificamente:

- I - atuar como órgão credenciador de organismos de certificação, de inspeção, de verificação de desempenho, de treinamento e de provedor de ensaios de proficiência, bem como órgão credenciador de laboratórios de calibração e de ensaios e de outros organismos necessários ao desenvolvimento da infra-estrutura de serviços tecnológicos no País;
- II - coordenar as ações de reconhecimento internacional e regional relacionadas às atividades de credenciamento; e
- III - participar de fóruns internacionais e regionais relacionados às atividades de credenciamento.

Em julho de 2003, o regimento interno do Inmetro é revisto e aprovado pela Portaria número 116, com a descrição dos aspectos da natureza e competência, da estrutura organizacional, da direção e nomeação, das competências dos órgãos, das atribuições dos dirigentes e das disposições gerais e transitórias.

Em 10 de dezembro de 2003, com a Resolução no. 05 do Conmetro, passou-se a utilizar no âmbito do Sinmetro, o termo “acreditação” para expressar reconhecimento de competência técnica no campo da avaliação da conformidade¹. O termo “credenciamento” adotado até então, trazia dúvidas quanto ao seu significado, em razão da sua utilização para outras finalidades como conferir poder ou autoridade. Esta modificação deverá ser implementada até 31 de dezembro de 2007.

A Figura 2 representa a estrutura organizacional da Cgcre.

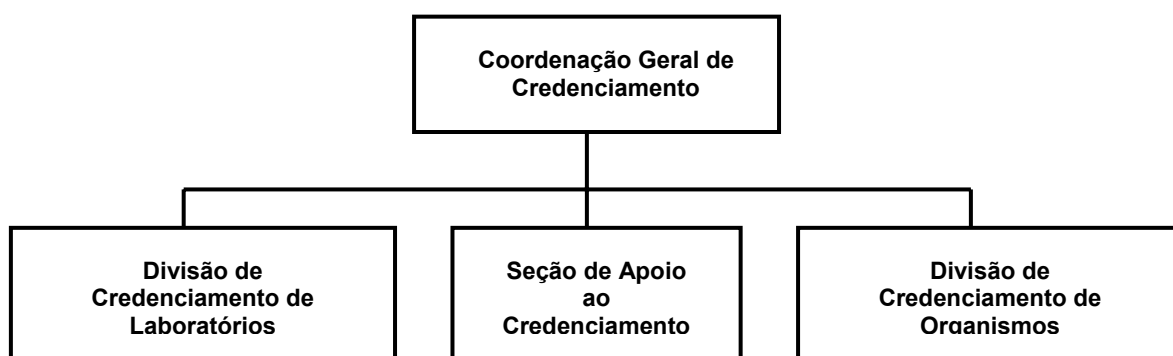


Figura 2: Estrutura organizacional da Cgcre/Inmetro
Fonte: Adaptado do Regimento Interno do Inmetro, de 9 de julho de 2003.

A Seção de Apoio ao Credenciamento é responsável pelo apoio administrativo.

A Divisão de Credenciamento de Organismos é responsável por coordenar, gerenciar e executar as atividades de acreditação de organismos de certificação, de inspeção, de desempenho e certificação de produtos, bem como de outros organismos de avaliação da conformidade necessários ao desenvolvimento da infraestrutura de serviços tecnológicos. Esta Divisão é composta das seguintes unidades:

- Setor de Sistemas e de Treinamento;
- Equipe de Produtos e Pessoal;

- Equipe de Organismos de Inspeção.

A Divisão de Credenciamento de Laboratórios é responsável por coordenar, gerenciar e executar as atividades de acreditação de laboratórios de calibração, de ensaios e de outros organismos de avaliação da conformidade necessários ao desenvolvimento da infra-estrutura de serviços tecnológicos. Esta Divisão é composta das unidades:

- Setor de Confiabilidade Metrológica;
- Equipe de Avaliação de Laboratórios de Calibração;
- Equipe de Avaliação de Laboratórios de Ensaios.

A criação da Cgcre, com atribuições voltadas especificamente para a acreditação, veio ao encontro das exigências dos Acordos Internacionais assinados pela Cgcre:

- a) Acordo de Reconhecimento Mútuo com a *International Laboratory Accreditation Cooperation* (LAC) para acreditação de laboratórios de ensaios e calibração;
- b) Acordo Bilateral de Reconhecimento Mútuo com a *European Co-operation for Accreditation* (EA) para acreditação de laboratórios de ensaios e calibração
- c) Acordo de Reconhecimento Multilateral com o *International Accreditation Forum* (IAF) para acreditação de organismos de certificação de sistemas de gestão da qualidade NBR ISO 9001;
- d) Acordo de Reconhecimento Mútuo com o *Interamerican Accreditation Cooperation* (IAAC), para acreditação organismos de certificação de sistemas de gestão da qualidade NBR ISO 9001 e para acreditação de laboratórios de calibração e ensaio.

Tendo em vista que a ênfase deste trabalho incidirá primordialmente nos laboratórios de ensaios de águas, serão destacados a priori os Acordos relacionados com essa atividade.

2.1.1 Os Acordos de Reconhecimento Mútuo assinados pela Cgcre/Inmetro na acreditação de laboratórios

O princípio do reconhecimento mútuo foi estabelecido a partir da jurisprudência “Cassis de Dijon”, Processo nº. 120/78, do Tribunal de Justiça das

¹ Segundo a ABNT NBR ISO/IEC 17000:2005, o domínio da “avaliação da conformidade” inclui atividades como ensaio, inspeção e certificação, bem como acreditação de organismos de avaliação de conformidade.

Comunidades Européias. Decorre que os Estados-Membros, na falta de normas comunitárias harmonizadas, mantêm a competência para estabelecer regras que orientem a composição e a fabricação, a embalagem e a apresentação dos gêneros alimentícios, por exemplo. Contudo, são obrigados a admitir no respectivo território, gêneros alimentícios legalmente produzidos e comercializados em outros Estados-Membros. O reconhecimento mútuo significa que um Estado-Membro não pode, em princípio, proibir a venda, no seu território, de bens legalmente produzidos e comercializados noutro Estado-Membro, mesmo que esses bens sejam produzidos segundo prescrições técnicas ou qualitativas diferentes das exigidas para os bens nacionais. (PHILIPSON, 2001)

Segundo Soares et al. (2004), o Inmetro deu início ao processo de reconhecimento mútuo na acreditação de laboratórios em 1998, apresentando à *European Accreditation Cooperation* (EA) sua solicitação para um acordo bilateral de reconhecimento. No ano seguinte, a *International Laboratory Accreditation Cooperation* (ILAC) concluiu a estruturação de seu próprio acordo de reconhecimento mútuo. Como o Inmetro já havia assinado um acordo de cooperação com a EA, instrumento administrativo necessário ao andamento do processo de reconhecimento bilateral, a ILAC considerou que a avaliação para o acordo bilateral com a EA seria suficiente para que o Inmetro fosse aceito como signatário do acordo internacional da ILAC. Em abril de 2000 foi realizada a avaliação de pares dos sistemas de acreditação de laboratórios de ensaio e de calibração e, como resultado, o Inmetro assinou em novembro desse mesmo ano o acordo de reconhecimento mútuo com a ILAC, vigente a partir de 31 de janeiro de 2001. A avaliação resultou também no acordo bilateral com a EA, assinado em janeiro de 2001.

Unger (2001) esclarece que o Acordo da ILAC tem o objetivo de desenvolver uma rede global de laboratórios de ensaio e de calibração acreditados, com resultados de medições confiáveis e exatos. O Acordo proporciona uma infraestrutura técnica ao comércio internacional, promovendo a confiança e aceitação além fronteiras pelas partes envolvidas de dados de ensaios e de calibração, ou, em outras palavras, “testado uma vez, aceito em qualquer lugar”².

² A product tested once and accepted everywhere.

Nas Américas, o Acordo Multilateral de Reconhecimento Mútuo da IAAC para a acreditação de laboratórios foi assinado em outubro de 2002. Esse Acordo conta atualmente com cinco signatários: *American Association for Laboratory Accreditation* (A2LA) dos Estados Unidos da América, Coordenação Geral de Credenciamento do Inmetro, do Brasil, *Standards Council of Canada* (SCC), *Organismo Argentino de Acreditación* (OAA) e *Organo Nacional de Acreditación de la República de Cuba* (ONARC). A IAAC conta com 21 membros-pleno, 6 membros associados e 10 membros de terceira parte. O Plano Estratégico da IAAC para o período 2005-2006 tem como uma das metas conseguir o reconhecimento internacional do seu Acordo Multilateral perante a ILAC e o IAF. O reconhecimento irá promover a aceitação dos sistemas de avaliação da conformidade de seus signatários e, por consequência, facilitará a redução de barreiras técnicas ao comércio.

A Cgcre/Inmetro mantém atualmente acordos de reconhecimento com outros 52 organismos de acreditação de laboratórios de 44 economias (ILAC, 2006).

Conforme afirma Donaldson (2002), a adoção do Acordo de Barreiras Técnicas ao Comércio (TBT) da Organização Mundial do Comércio (OMC)³ nos anos 90 aumentou a importância dos acordos de reconhecimento mútuo como um meio de facilitar o comércio. O Acordo encoraja os Membros (governos) a negociarem entre si com vistas a efetivarem acordos de reconhecimento mútuo dos resultados dos procedimentos de avaliação da conformidade.

Segundo o Manual de Barreiras Técnicas às Exportações (Inmetro, 2003), estes acordos têm impacto econômico mais significativo naqueles países que usam a acreditação como um mecanismo para o reconhecimento de laboratórios e a fim de satisfazer exigências regulamentares.

Soares et al. (2004) também concorda ao afirmar que os acordos de reconhecimento mútuo no campo da acreditação de laboratórios têm sido utilizados pelos Governos para a redução de barreiras técnicas ao comércio.

Mais adiante Soares et al. (2004) salienta que os Acordos são instrumentos para que os laboratórios acreditados pela Cgcre possam fornecer ensaios e

³ Definição sugerida baseada nas regras da OMC: Barreiras Técnicas às Exportações são barreiras comerciais derivadas da utilização de normas ou regulamentos técnicos não transparentes ou que não se baseiem em normas internacionalmente aceitas ou, ainda, decorrentes da adoção de procedimentos de avaliação da conformidade não transparentes e/ou demasiadamente dispendiosos, bem como de inspeções excessivamente rigorosas (INMETRO, 2003, p.11).

calibrações que demonstrem a conformidade dos produtos brasileiros com especificações internacionais, tornando a indústria brasileira competitiva tecnicamente nos mercados externos e promovendo a melhoria da qualidade para a competição com novos entrantes no próprio mercado brasileiro. Finalmente, conclui que o Governo Brasileiro pode utilizar os Acordos para eliminar barreiras técnicas ao comércio, por meio da implementação de modelos similares àqueles utilizados pela *APEC (Asia-Pacific Economic Cooperation)* e a União Européia, tanto nas negociações inter-governamentais nas Américas quanto em negociações bilaterais com outros países ou blocos econômicos, ampliando o mercado para a indústria brasileira.

2.1.2 Acreditação de laboratórios

A Norma ABNT NBR ISO/IEC 17000:2005, p.5, define acreditação como “atestação realizada por terceira parte relativa a um organismo de avaliação da conformidade, exprimindo demonstração formal de sua competência para realizar tarefas específicas de avaliação de conformidade”. A mesma Norma define atestação como “emissão de uma afirmação, baseada numa decisão feita após análise crítica, de que o atendimento aos requisitos especificados foi demonstrado” e avaliação da conformidade como “demonstração de que os requisitos especificados relativos a um produto, processo, sistema, pessoa ou organismos são atendidos”. A Norma ainda estabelece que “organismo de acreditação é aquele autorizado a executar a acreditação” e acrescenta na Nota que essa “autoridade é geralmente oriunda do governo”.

Os organismos de acreditação, signatários dos Acordos de Reconhecimento Mútuo, quando avaliam e concedem acreditação para organismos de avaliação da conformidade (OAC), devem obedecer aos requisitos da Norma ISO/IEC 17011. Essa Norma determina que OAC são organizações que fornecem serviços de avaliação da conformidade como ensaios, inspeção, certificação de sistemas de gestão, certificação de pessoal, certificação de produtos e também calibração.

Às organizações que realizam ensaios e/ou calibrações – laboratórios - se aplicam os “Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaios e

calibração” publicados na Norma ISO/IEC 17025. Esta exigência está explícita nos documentos dos Acordos de Reconhecimento Mútuo mantidos pela Cgcre/Inmetro.

O conceito e o mecanismo da acreditação vem se desenvolvendo há 50 anos e começou na área de ensaios. O primeiro sistema nacional de acreditação de laboratórios surgiu no período do pós-guerra, na Austrália, em 1947. O *National Association of Testing Authorities* (NATA), entidade não governamental, foi fruto de um esquema do Governo, de aprovação de laboratórios, que existiu durante a Segunda Guerra Mundial e foi criado com a finalidade de dispor ao mercado interno serviços de ensaio para o benefício da indústria local, do governo e da sociedade (DAVIES, 1996).

A Norma ISO/IEC 17025 publicada em 1999 sucedeu o ISO/IEC Guide 25 de 1990. A forma do ISO/IEC Guide 25 permitia que as organizações desenvolvessem interpretações, aplicações e documentos orientativos de forma desestruturada. Por sua vez, a Norma de 1999 já estava alinhada com a ISO 9001/2:1994, e por isso, apresentava duas seções principais, uma com requisitos da direção e outra com os requisitos técnicos, notas esclarecedoras sobre o texto com exemplos, mas que não eram parte integrante da Norma, e orientações para o estabelecimento de aplicações para áreas específicas. Além da mudança estrutural, para a Europa era vantajoso que a Organização Internacional de Normalização (ISO) publicasse a Norma Internacional, ao invés do Guia. Desta forma, evitaria que os laboratórios utilizassem dois documentos, um para o mercado europeu e outro para o não europeu, pois o acordo existente entre a ISO e o Comitê Europeu de Normalização (CEN) não permite que este desenvolva normas conflitantes com as da ISO (VAN DE LEEMPUT, 2000).

Com a nova edição da ISO 9001 em 2000, foi necessário rever a ISO/IEC 17025:1999. Assim, em maio de 2005 foi aprovada a segunda edição da ISO/IEC 17025. No Brasil, a Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) é a responsável pela elaboração da versão brasileira – ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 - válida a partir de 31 de outubro de 2005.

A Norma contém cinco seções, mas duas delas são as de maior interesse para este trabalho:

- Requisitos da direção (Seção 4);
 - Organização (4.1);
 - Sistema de gestão (4.2);

- Controle de documentos (4.3);
 - Análise crítica de pedidos, propostas e contratos (4.4);
 - Subcontratação de ensaios e calibrações (4.5);
 - Aquisição de serviços e suprimentos (4.6);
 - Atendimento ao cliente (4.7);
 - Reclamações (4.8);
 - Controle de trabalhos de ensaio e/ou calibração não-conforme (4.9);
 - Melhoria (4.10);
 - Ação corretiva (4.11);
 - Ação preventiva (4.12);
 - Controle de registros (4.13);
 - Auditorias internas (4.14);
 - Análise crítica da direção (4.15);
- Requisitos técnicos (Seção 5);
 - Generalidades (5.1);
 - Pessoal (5.2);
 - Acomodações e condições ambientais (5.3);
 - Métodos de ensaio e calibração e validação de métodos (5.4);
 - Equipamentos (5.5);
 - Rastreabilidade de medição (5.6);
 - Amostragem (5.7);
 - Manuseio de itens de ensaio e calibração (5.8);
 - Garantia da qualidade de resultados de ensaio e calibração (5.9);
 - Apresentação de resultados (5.10).

2.2 A METROLOGIA

O Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia (VIM) (INMETRO, 2000) define a metrologia como a “ciência da medição” acrescentando a seguinte observação: “A metrologia abrange todos os aspectos teóricos e práticos relativos às medições, qualquer que seja a incerteza, em quaisquer campos da ciência ou tecnologia”. Moscati (2005) explica que nesse amplo contexto estão incluídos a legislação, o controle metrológico e os instrumentos de validação das medições, quais sejam: rastreabilidade; comparações de medições; qualidade metrológica; acreditação; pesquisa metrológica; definição, realização e disseminação de unidades; atribuição de incertezas; ensino e treinamento; e demais instrumentos de universalização e gestão.

O termo **metrologia** com o significado científico atual tem sido usado desde a fundação do jornal “Metrologia” publicado pelo Bureau International de Pesos e Medidas (BIPM), em 1964. Antigamente o termo metrologia e seus correlatos, derivados da palavra medida em grego, estavam relacionados às ciências históricas e eram utilizados como sinônimos de pesos e medidas (KIND et al., 2003). Roditi (2005), por exemplo, define metrologia como o estudo e descrição dos pesos e medidas de todos os povos e épocas.

Estima-se que cerca de 3% a 6% do PIB nacional dos países industrializados sejam dedicados aos processos de medição. Outros estudos mostraram que em países em desenvolvimento os processos de medição representavam cerca de 15% do PIB. (BIPM,2003)

Segundo as Diretrizes Estratégicas para a Metrologia Brasileira 2003-2007 (CBM, 2003, p.3), nos últimos anos, a importância da metrologia no Brasil e no mundo cresceu significativamente devido, principalmente, a cinco fatores:

- a) a elevada complexidade e sofisticação dos modernos processos industriais, intensivos em tecnologia e comprometidos com a qualidade e a competitividade, requerendo medidas de alto refinamento e confiabilidade para um grande número de grandezas;
- b) a busca constante por inovação, como exigência permanente e crescente para competitividade, propiciando o desenvolvimento de novos e melhores processos e produtos; melhores medidas podem levar a melhorias incrementais da qualidade, bem como a novas tecnologias, ambos importantes fatores de inovação;
- c) a crescente consciência da cidadania e o reconhecimento dos direitos do consumidor e do cidadão, amparados por leis, regulamentos e usos e costumes consagrados – que abrem e garantem o acesso a informações mais detalhadas e transparentes – bem como a grande preocupação com

saúde e meio ambiente, tornando imprescindíveis medidas confiáveis em novas e complexas áreas, especialmente a química. É importante destacar a crescente relevância da metrologia nas áreas de análises clínicas e de equipamentos médicos;

d) a recente aceleração da globalização, potencializando a demanda por metrologia, em virtude da grande necessidade de harmonização nas relações de troca, atualmente muito mais intensas, complexas, e envolvendo um grande número de grandezas a serem medidas com exatidão e credibilidade;

e) no Brasil, especificamente, a entrada em operação das Agências Reguladoras intensificou sobremaneira a demanda por metrologia em áreas que antes não necessitavam de um grande rigor, exatidão e imparcialidade nas medições, como alta tensão, grandes vazões e grandes volumes de fluidos.

Adicionalmente, como decorrência da globalização, outros desafios se impõem à metrologia. Para protegerem seus mercados, os países procuram utilizar vários mecanismos que dificultam o acesso de mercadorias importadas, conhecidas como barreiras comerciais. A maneira mais usual é a utilização de tarifas. Contudo, com as negociações internacionais sobre comércio, foram desenvolvidos novos artifícios para dificultar as importações, as chamadas barreiras não-tarifárias, em especial as barreiras técnicas, que muitas vezes envolvem sutilezas na especificação de grandezas e processos de medição, o que vem ressaltar ainda mais o papel fundamental da metrologia nesse novo cenário. Essa crescente importância da metrologia gerou necessidades novas, que passaram a requerer desenvolvimento substancial de novas áreas, como a metrologia química e a metrologia na saúde, por exemplo. (CBM, 2003)

2.2.1 A metrologia e a Convenção do Metro

Os pesos e medidas foram, desde as primeiras civilizações, a linguagem básica do comércio e podem ser considerados um dos principais fatores que sustentam as sociedades por meio do estabelecimento das relações de troca no comércio, da padronização para medir a produção e do suporte dimensional para as ciências e a tecnologia. Por intermédio das medições, compartilhamos nosso sentimento de equidade, organizamos a distribuição dos bens sociais e padronizamos a produção dos nossos bens materiais. (SILVA, 2004)

No contexto político, os pesos e medidas atuam como fatores determinantes de poder. Em todas as sociedades desenvolvidas era o poder quem dispunha das peças-modelo adotadas como padrão para os pesos e medidas. (SILVA, 2004)

Desde o início da história humana, o estabelecimento de pesos e medidas eram prerrogativas dos reis e imperadores. Os romanos tinham um sistema altamente desenvolvido baseado em “pés” e “libras”, sendo a unidade de capacidade (a ânfora) o “pé” cúbico. A Pilha de Carlos Magno (peso de cerca de 490g), a libra “avoir du poids” de Elizabeth I (453g), o “Pied du Roi” (32,5cm) e o pé (30,5cm) foram definidos com o propósito de padronizar os pesos e medidas para o comércio. Em meados do século XIX, no entanto, ficou claro que a ausência de um acordo internacional sobre unidades de medidas estava se tornando um impedimento ao crescimento internacional do comércio de produtos manufaturados e industriais (QUINN, 2004).

Na época das Grandes Exposições de Londres (1851) e de Paris (1867), o sistema métrico decimal, criado na época da Revolução Francesa, tornou-se amplamente usado na França e também na maioria dos países europeus. Foi após a segunda exposição que foram feitas propostas ao governo francês para considerar a possibilidade de um tratado intergovernamental sobre essas unidades de medidas. O sistema métrico foi escolhido como a base para um sistema internacional de unidades criado pela Convenção do Metro assinada em Paris por representantes de 17 nações, entre elas o Brasil, em 20 de maio de 1875. A Convenção estabeleceu o Bureau Internacional de Pesos e Medidas (BIPM), novos protótipos internacionais do metro e do quilograma, e uma estrutura organizacional permanente dentro da qual os governos membros podem agir em comum acordo sobre todos os assuntos relacionados a unidades de medidas. Foi pela Convenção, um tratado diplomático entre governos, que o Sistema Internacional de Unidades (SI) foi então estabelecido e é mantido até hoje (QUINN, 2004). Segundo Dias (1998), a consolidação do BIPM, simbolizada pela entrega dos trinta padrões do metro e do quilograma aos países signatários da Convenção do Metro, entre 1875 e 1889, representou o ponto final no processo de organização do sistema métrico.

Atualmente a Convenção do Metro inclui todas as nações industrializadas do mundo como signatárias (51 Estados) e 16 Estados em desenvolvimento como Estados e Economias Associadas e continua sendo a base para acordos internacionais sobre unidades de medidas (QUINN, 2004).

Outro marco na metrologia internacional foi a 21^a. Conferência Geral de Pesos e Medidas (CGPM), realizada em 1999, durante a qual os governos membros aprovaram três importantes Resoluções que alteram significativamente a operação

da Convenção do Metro e representam as maiores mudanças que ocorreram desde 1921, quando a Convenção foi estendida para incluir outras grandezas além do metro e do quilograma (QUINN, 2004). A Resolução nº 1 aprovou os termos do arranjo de reconhecimento mútuo (*Mutual Recognition Arrangement - MRA*) sobre padrões de medição nacionais e certificados de calibração emitidos por Institutos Nacionais de Metrologia (INM), lavrado pelo Comitê Internacional de Pesos e Medidas (CIPM) e assinado pelos dirigentes dos NMI de 38 países membros da Convenção do Metro. Cabe esclarecer que o MRA é um acordo técnico entre dirigentes de INM dos Estados Membros da Convenção e não um tratado diplomático, nem uma extensão ou substituição de algum Artigo da Convenção. A Resolução nº 2 reconhece que o MRA é básico para o reconhecimento mútuo de serviços de calibração e ensaio em geral, e convida todos os países membros a participarem do MRA e a utilizarem o Arranjo para esses fins. A Resolução nº 3 criou uma nova categoria de Estado ou Economia Associada a qual permite que muitas nações, que ainda não queiram ou não possam se tornar membros da Convenção do Metro, participem do MRA. (QUINN, 2004)

2.2.2 O Bureau Internacional de Pesos e Medidas (BIPM) e a Convenção do Metro

O Bureau Internacional de Pesos e Medidas, criado pela Convenção do Metro, tem sua sede perto de Paris, nos domínios do Pavilhão *Breteuil* (43.520 m²) (Parque de *Saint-Cloud*), posto à sua disposição pelo governo francês; e sua manutenção no que se refere às despesas é assegurada pelos Estados Membros da Convenção do Metro (INMETRO, 2003).

O Bureau Internacional, que tem por missão assegurar a unificação mundial das medidas físicas, é encarregado (INMETRO, 2003):

- de estabelecer os padrões fundamentais e as escalas das principais grandezas físicas, e de conservar os protótipos internacionais;
- de efetuar a comparação dos padrões nacionais e internacionais;
- de assegurar a coordenação das técnicas de medidas correspondentes;
- de efetuar e de coordenar as determinações relativas às constantes físicas que intervêm naquelas atividades.

O Bureau Internacional funciona sob a fiscalização exclusiva do Comitê Internacional de Pesos e Medidas (CIPM), sob autoridade da Conferência Geral de Pesos e Medidas (CGPM) (INMETRO, 2003).

A Conferência Geral é formada de delegados de todos os Estados Membros da Convenção do Metro e reúne-se, atualmente, de quatro em quatro anos. Ela recebe em cada uma de suas sessões o Relatório do Comitê Internacional sobre os trabalhos executados, e tem por missão (INMETRO, 2003):

- discutir e provocar as medidas necessárias para assegurar a propagação e o aperfeiçoamento do Sistema Internacional de Unidades (SI), forma moderna do Sistema Métrico;
- sancionar os resultados das novas determinações metrológicas fundamentais e as diversas resoluções científicas de cunho internacional;
- adotar as decisões importantes concernentes à organização e ao desenvolvimento do Bureau Internacional.

O Comitê Internacional é composto de 18 membros pertencentes a Estados diferentes, reunindo-se atualmente todos os anos. A principal missão do Comitê Internacional é garantir a unificação mundial das unidades de medidas, tratando diretamente ou submetendo propostas à Conferência Geral. Limitadas, inicialmente, às medidas de comprimento e de massa e aos estudos metrológicos relacionados com essas grandezas, as atividades do Bureau Internacional foram estendidas aos padrões de medidas elétricas (1927), fotométricas (1937), radiações ionizantes (1960) e às escalas de tempos (1988). (INMETRO, 2003).

Diante da extensão das tarefas confiadas ao BIPM, em 1927, o Comitê Internacional instituiu os Comitês Consultivos, órgãos destinados a esclarecer as questões que ele submete a seu exame. Os Comitês Consultivos, que podem criar “Grupos de Trabalho” temporários ou permanentes para o estudo de assuntos particulares, são encarregados de coordenar os trabalhos internacionais efetuados nos seus domínios respectivos, e de propor ao Comitê Internacional as recomendações concernentes às unidades. Os Comitês Consultivos têm um regulamento comum. (INMETRO, 2003)

Os Comitês são atualmente em número de nove: (INMETRO, 2003).

1 - Comitê Consultivo de Eletricidade (CCE), criado em 1927.

2 - Comitê Consultivo de Fotometria e Radiometria (CCPR), novo nome dado em 1971 ao Comitê Consultivo de Fotometria (CCP), criado em 1933 (de 1930 a 1933, as questões eram tratadas pelo Comitê precedente, CCE).

3 - Comitê Consultivo de Termometria (CCT), antes denominado Comitê Consultivo de Termometria e Calorimetria (CCTC), criado em 1937.

4 - Comitê Consultivo para a Definição do Metro (CCDM), criado em 1952.

5 - Comitê Consultivo para a Definição do Segundo (CCDS), criado em 1956.

6 - Comitê Consultivo para os Padrões de Medida das Radiações Ionizantes (CCEMR), criado em 1958. Em 1969, este Comitê Consultivo instituiu quatro seções: Seção I (Raios X e γ , Elétrons), Seção II (Medida dos Radionuclídeos), Seção III (Medidas Neutrônicas), Seção IV (Padrões de Energia α), sendo que esta última Seção foi dissolvida em 1975 e seu domínio de atividade confiado à Seção II. (INMETRO, 2003).

7 - Comitê Consultivo das Unidades (CCU), criado em 1964 (este Comitê Consultivo substituiu a “Comissão do Sistema de Unidades”, instituída pelo CIPM em 1954).

8 - Comitê Consultivo para as Massas e as Grandezas Aparentes (CCM), criado em 1980.

9 - Comitê Consultivo para a Quantidade de Matéria (CCQM), criado em 1993.

2.2.2.1 O Sistema Internacional de Unidades (SI)

Em 1948 a 9ª Conferência Geral de Pesos e Medidas (CGPM), por sua Resolução 6, encarregou o Comitê Internacional de Pesos e Medidas (CIPM) de: “estudar o estabelecimento de uma regulamentação completa das unidades de medida”; “proceder, com esse intuito, a um inquérito oficial sobre a opinião dos meios científicos, técnicos e pedagógicos de todos os países”; “emitir recomendações atinentes ao estabelecimento de um sistema prático de unidades de medidas, suscetível de ser adotado por todos os países signatários da Convenção do Metro”. A mesma Conferência Geral adotou também a Resolução 7, que fixou princípios gerais para a grafia dos símbolos de unidades e forneceu uma lista de unidades com nomes especiais. (INMETRO, 2003, p.16).

A 10ª CGPM (1954), por meio de sua Resolução 6, e a 14ª CGPM, (1971), em sua Resolução 3, decidiram adotar, como unidades de base deste “sistema prático

de unidades”, as unidades das sete grandezas seguintes: comprimento, massa, tempo, intensidade de corrente elétrica, temperatura termodinâmica, quantidade de matéria e intensidade luminosa. (INMETRO, 2003).

A 11ª CGPM (1960), por intermédio de sua Resolução 12, adotou finalmente o nome **Sistema Internacional de Unidades**, com abreviação internacional **SI**, para este sistema prático de unidades de medida, e instituiu regras para os prefixos, para as unidades derivadas e as unidades suplementares, além de outras indicações, estabelecendo, assim, uma regulamentação de conjunto para as unidades de medidas. (INMETRO, 2003).

2.2.2.2.1 As duas classes de unidades SI

No SI distinguem-se duas classes de unidades: unidades de base e unidades derivadas. Sob o aspecto científico, a divisão das unidades SI nessas duas classes é arbitrária porque não é uma imposição da física. (INMETRO, 2003).

Entretanto, a Conferência Geral considerou as vantagens de se adotar um sistema prático único para ser utilizado mundialmente nas relações internacionais, no ensino e no trabalho científico e decidiu basear o Sistema Internacional em sete unidades perfeitamente definidas, consideradas como independentes sob o ponto de vista dimensional: o metro, o quilograma, o segundo, o ampère, o kelvin, o mol e a candela. Estas unidades SI são chamadas unidades de base. (INMETRO, 2003).

A segunda classe de unidades SI abrange as unidades derivadas, isto é, as unidades que podem ser formadas combinando-se unidades de base segundo relações algébricas que interligam as grandezas correspondentes. Diversas destas expressões algébricas, em razão de unidades de base, podem ser substituídas por nomes e símbolos especiais, o que permite sua utilização na formação de outras unidades derivadas. (INMETRO, 2003).

As unidades SI destas duas classes constituem um “sistema coerente de unidades”, isto é, sistema de unidades ligadas pelas regras de multiplicação e divisão, sem qualquer fator numérico diferente de 1. (INMETRO, 2003)

Segundo a Recomendação 1 do CIPM, as unidades desse conjunto coerente de unidades são designadas sob o nome de unidades SI. (INMETRO, 2003)

É importante acentuar que cada grandeza física tem uma só unidade SI, mesmo que esta unidade possa ser expressa sob diferentes formas. Porém o

inverso não é verdadeiro: a mesma unidade SI pode corresponder a várias grandezas diferentes. (INMETRO, 2003).

2.2.2.2 A Metrologia Química no BIPM

A globalização do comércio e da indústria requer medições confiáveis e comparáveis. As calibrações, medições e resultados de ensaio com incertezas declaradas não devem ser colocados em dúvida e recusados. O reconhecimento internacional e aceitação de resultados confiáveis devem também ser garantidos. Na agenda do Comitê de Barreiras Técnicas ao Comércio da Organização Mundial do Comércio (OMC) temas como normalização, acreditação e metrologia são considerados áreas com muito a ser feito. Relatórios sobre a situação dessas áreas em muitos países ainda mostram a falta de infraestrutura metrológica internacionalmente reconhecida e aceita, o que constitui um entrave na melhoria e aumento das exportações e comércio (KAARLS, 2005).

No entanto, a metrologia química além da indústria, exportação e comércio está envolvida nas áreas de meio ambiente, de alimentos, de saúde e segurança, de assuntos legais, de produtos farmacêuticos, de petróleo e derivados, de bens de consumo de biotecnologia entre outras, pois todos esses temas requerem medições comparáveis, exatas, rastreáveis a referências estáveis como o SI. (KAARLS, 2005)

O Comitê Consultivo para a Quantidade de Matéria – Metrologia Química (CCQM), estabelecido pelo CIPM em 1993, trata de todos os assuntos relativos à metrologia química. O CCQM desenvolveu-se rapidamente e é atualmente o maior Comitê Consultivo do CIPM. O CCQM tem cerca de 40 organizações membros e observadoras, INMs e diversas outras organizações intergovernamentais e internacionais, como WMO (Organização Meteorológica Mundial), OMS (Organização Mundial de Saúde), IFCC (*International Federation of Clinical Chemistry and Laboratory Medicine*), IAEA (Agência Internacional de Energia Atômica), IUPAC (União Internacional de Química Pura e Aplicada), ISO REMCO (*ISO Committee on Reference Materials*), CITAC (*Co-operation on International Traceability in Analytical Chemistry*) e ILAC (*International Laboratory Accreditation Cooperation*). O Comitê se reúne uma vez ao ano e os sete grupos de trabalho, duas vezes ao ano. (KAARLS, 2005)

O objetivo do CCQM é estabelecer comparabilidade⁴ a nível mundial por meio da rastreabilidade ao Sistema Internacional de Unidades (SI) e, onde não for (ainda) viável, por meio de outras referências internacionalmente acordadas, como por exemplo, as Unidades Internacionais da Organização Mundial de Saúde (OMS) para a atividade biológica. Ademais, as atividades do CCQM compreendem: desenvolvimento e entendimento de métodos primários, atenção aos materiais de referência primários puros, à validação de métodos rastreáveis e ao cálculo da incerteza de medição. Compreendem também o vocabulário especializado e discussão final sobre qualidade e validade das calibrações, capacidades de medição e dos materiais de referência certificados declaradas pelos INM como confiáveis, e na maneira de declarar rastreabilidade aos seus clientes. As atividades do CCQM compreendem os estudos (pesquisas, etc) e comparações-chave. (KAARLS, 2005)

As comparações-chave são utilizadas para avaliar as capacidades e competências dos INM participantes e outros institutos designados. Os resultados gerados permitem determinar a equivalência entre os INM participantes e o quanto eles são comparáveis. Os resultados das comparações-chave são publicados no *website* do BIPM. (KAARLS, 2005)

O Brasil participa do CCQM na categoria de membro observador (BIPM, 2006).

2.2.3 A metrologia no Brasil – Um breve histórico

No Brasil, ao longo do período colonial, as unidades de medidas adotadas foram trazidas pelos portugueses, sendo as mais comuns a *vara* (comprimento), a *canada* (capacidade para gêneros secos) e o *almude* (para líquidos). Os produtos importados traziam consigo suas próprias medidas e, quanto mais geograficamente restrita uma atividade econômica, mais específico era o sistema de medidas utilizado. (DIAS, 1998).

A primeira menção expressa à atividade metrológica, em documentos coloniais, refere-se à fiscalização do funcionamento dos mercados locais. Com a vinda da família real em 1808 e o aumento das atividades comerciais no Brasil, os

⁴ Comparabilidade, segundo proposto por Papadakis et al. (1997), é a capacidade dos resultados de medição serem comparados, a fim de determinar se são iguais ou diferentes (maiores, menores). Isto se consegue expressando-os na mesma escala de medição, de preferência que seja acordada internacionalmente.

ofícios metrológicos se ampliaram na administração colonial e com isto a multiplicidade dos padrões utilizados e a conseqüente corrupção em sua aplicação. (DIAS, 1998)

Após a Independência, a Constituição imperial de 1824 incluiu o estabelecimento de padrões de pesos e medidas entre as atribuições do poder legislativo. O *status* de nação independente, com atribuições administrativas decorrentes, elevou o nível do tratamento dos assuntos ligados à metrologia. A preocupação com a uniformização dos pesos e medidas em uso no país provocou um debate científico e político sobre o sistema de pesos e medidas a ser adotado no Brasil, iniciado quando o país não completara uma década de independência. Tal rapidez, refletiu a reação mundial à criação e adoção, pela França, do sistema métrico decimal. O mundo expressava, assim, uma clara percepção das vantagens científicas e econômicas de um sistema decimal de medidas, sustentado por constantes fundamentais da física. (DIAS, 1998)

No início da década de 1850, o Imperador D. Pedro II começara a manifestar grande interesse por estudos e discussões científicas, reunindo em torno de si um círculo de professores de ciências naturais da Escola Central. Uma das primeiras manifestações concretas deste novo movimento é o extenso artigo de Cândido Baptista de Oliveira, deputado e antigo professor de matemática de D. Pedro II, publicado em 1859, no Jornal do Commercio. Na verdade, tratava-se de um relatório provocado pelo então Ministro da Fazenda e presidente do Conselho de Ministros para que Cândido analisasse a adoção do sistema métrico decimal no Brasil. A proposta era a implantação gradual ao longo de um prazo de dez anos para efetivação de seu uso nas repartições governamentais, a exposição do sistema métrico como parte do ensino básico de matemática em todas as escolas e o estabelecimento de tabelas de conversão para as antigas medidas. (DIAS, 1998)

Outra manifestação proveniente de elementos ligados diretamente ao Imperador advém do trabalho elaborado pela comissão composta por Antônio Gonçalves Dias, Giácomo Raja Gabaglia e Capanema, formada para tomar parte na Exposição Universal de Paris em 1855. O objetivo original da missão era adquirir os instrumentos científicos necessários à Comissão Científica de Exploração, que deveria realizar uma viagem científica pelo interior do Ceará. Seus membros, porém, acabaram participando também da reunião internacional que discutiu a adoção universal do sistema métrico francês. Os três autores assinaram um parecer cujo

texto se iniciava com o compromisso firmado por eles no sentido de envidar esforços para a adoção do sistema métrico francês. O parecer destacava a racionalidade e a facilidade das transações que o tomam por base, e estabelecia um cronograma para a aplicação, em cinco anos, dos dispositivos do futuro decreto que determinasse a adoção daquele sistema. (DIAS, 1998)

As manifestações de Cândido de Oliveira e Capanema indicavam que a transformação era iminente. Em 26 de junho de 1862, foi aprovada a Lei 1.157 que substituiu todo o sistema de pesos e medidas até então em uso no Império pelo sistema métrico francês, segundo os termos sugeridos por Cândido de Oliveira. Ainda assim, a implementação do sistema métrico seria lenta e traumática, pois rompeu tradições seculares nas transações comerciais, e o Regulamento definitivo com as instruções para execução da Lei foi aprovado em dezembro de 1872. (DIAS, 1998)

Dessa maneira, a situação do sistema métrico, nas últimas décadas do Império, encontrava-se consolidada, do ponto de vista legal, inclusive na adesão à Convenção do Metro, e as dificuldades em tornar vigentes as unidades métricas não constituíam um panorama muito diverso da experiência mundial: falta de recursos para a divulgação do sistema, uso secular das medidas relacionadas às atividades agrícolas tradicionais e assim por diante. (DIAS, 1998)

As diversas transformações políticas do Brasil provocaram retrocessos na efetiva implantação da metrologia no país. A não ratificação pelo Congresso brasileiro, prevista pelo texto de 1875, deixou o país de fora da Convenção do Metro, levando à nova adesão em outubro de 1921. Porém, sem recursos para o pagamento das parcelas anuais exigidas, o governo finalmente se desligou da Convenção em julho de 1931. Mais tarde, em 1953, o Brasil seria reintegrado à Convenção, efetivando o pagamento da contribuição, voltando o país ao *status* de co-proprietário dos bens do Bureau. (DIAS, 1998)

Mas o grande passo no sentido do desenvolvimento científico e tecnológico ocorreu em dezembro de 1973 quando foi instituído o Sinmetro, pela Lei 5.966. Em 1984 foram inaugurados os primeiros laboratórios da Divisão de Acústica e Vibrações, em 1987 os laboratórios da Divisão de Mecânica e em 1989 os laboratórios da Divisão de Metrologia Elétrica. Com esta infra-estrutura, o Inmetro, por intermédio da sua Diretoria de Metrologia Científica e Industrial (DIMCI), passou a oferecer uma gama variada de serviços de calibração de instrumentos e criou as

condições para a condução de um real programa de pesquisa metrológica no Brasil. Atualmente, a DIMCI conta ainda com a Divisão de Metrologia Térmica, a Divisão de Metrologia Óptica e a Divisão de Metrologia Química - esta última será detalhada adiante. (INMETRO)

Dentro desse contexto, o Inmetro se estruturou e se desenvolveu segundo várias funções: instituto nacional de metrologia (INM), responsável pelos padrões nacionais; órgão responsável pela metrologia legal no País; organismo acreditador de laboratórios; órgão articulador e estruturador de ações de avaliação da conformidade. (CBM, 2003)

O Conmetro em julho de 2002 aprovou a Resolução nº 3, que confirmou o Inmetro como “Instituto Nacional de Metrologia”, à semelhança de outros países que possuem órgãos com essa mesma finalidade, designação essa internacionalmente consagrada, que permite exercer plenamente as funções características dos institutos nacionais de metrologia (INM) de forma integrada com os interesses do Brasil e em harmonia com o MRA do CIPM, mencionado anteriormente, do qual o Inmetro é signatário. (CBM, 2003)

Em janeiro de 2003 foi aprovado pelo Comitê Brasileiro de Metrologia (CBM) e em agosto de 2003 pelo Conmetro o documento *Diretrizes Estratégicas para a Metrologia Brasileira 2003-2007*, que reformula as diretrizes para a metrologia brasileira estabelecidas para o período de 1998 a 2002 no Plano Nacional de Metrologia – PNM.

Um dos objetivos das *Diretrizes Estratégicas* é organizar e harmonizar a visão e os conceitos sobre a metrologia e seu papel no Brasil. O documento aborda a metrologia brasileira desdobrando em quatro focos: o Inmetro como o Instituto Nacional de Metrologia do Brasil (ponto de partida para a longa cadeia de laboratórios); a Metrologia Legal (uma função exclusiva do Estado); a Estrutura Nacional para Garantia da Confiabilidade das Medições (laboratórios de ensaio e de calibração); e, a Educação e a Metrologia (foco no consumidor). (CBM, 2003)

Um aspecto que convém ser destacado é que, embora as atividades da Diretoria de Metrologia Científica e Industrial (DIMCI) sejam desvinculadas das atividades de acreditação, ela exerce a função do Instituto Nacional de Metrologia brasileiro, e como tal, deve executar tarefas de cunho científico, mas também garantir a rastreabilidade aos padrões metrológicos dos diversos laboratórios do País, e disseminar conhecimentos de metrologia para a sociedade. Essa missão

vem ao encontro dos interesses da Cgcre/Inmetro, pois a metrologia fornece a sustentação necessária para a competência técnica dos laboratórios.

2.2.3.1 A Metrologia Química no Inmetro

No País, o marco da Metrologia Química surgiu no Seminário *Metrology in Chemistry – A New Challenge for the Americas*, realizado no Rio de Janeiro em novembro de 1997. (INMETRO, 2006)

Reconhecendo essa área como de fundamental importância estratégica para a competitividade dos produtos e serviços brasileiros, o Inmetro criou em junho de 2000 a Divisão de Metrologia Química (DQUIM), no âmbito da Diretoria de Metrologia Científica e Industrial, atuando nos campos da eletroquímica, química orgânica, química inorgânica, química do estado gasoso, motores a combustão, combustíveis e lubrificantes. (INMETRO, 2006)

A DQUIM, dentro do seu escopo de atuação, tem a competência de realizar ou reproduzir as unidades de medida, bem como manter e conservar os padrões metrológicos nacionais que se acham sob sua responsabilidade; desenvolver pesquisas no campo da metrologia científica e industrial; realizar calibração de padrões e de instrumentos de medir. Cabe à DQUIM ainda, realizar o rastreamento dos padrões metrológicos nacionais aos internacionais por intermédio de comparações-chave, comparações internacionais e comparações regionais; colaborar e manter intercâmbio com o Bureau Internacional de Pesos e Medidas (BIPM) e outros organismos nacionais e internacionais, no âmbito da metrologia científica e industrial. (INMETRO, 2003)

A DQUIM é também responsável pela implantação de métodos primários, desenvolvimento de materiais de referência e coordenação de ensaios de proficiência nacionais. (De SOUZA, 2006)

Os trabalhos realizados ou em desenvolvimento pela DQUIM, segundo de Souza (2006), são: o desenvolvimento de métodos primários de medição pH; implantação de métodos primários de condutividade e coulometria; método primário por diluição isotópica; e, implantação do método primário de gravimetria. Desenvolvimento de materiais de referência: etanol em água; metais em água (Fe, Cu, Cr, Zn); solução tampão de pH (4,00 e 6,86); cachaça (cobre, carbamato de etila e metanol); solução padrão de condutividade. Participação de comparações interlaboratoriais internacionais do Sistema Interamericano de Metrologia (SIM), do

Comitê Consultivo para Quantidade de Matéria (CCQM) - BIPM, coordenação regional do *International Measurement Evaluation Programme – IMEP*.

A infraestrutura brasileira para metrologia química, embora recente, foi projetada e opera alinhada às regras internacionais. Recentemente, o Inmetro e o Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) lançaram o edital do Programa de Capacitação Científica e Tecnológica para a Metrologia Científica e Industrial do Inmetro (Prometro), para a seleção de novos pesquisadores doutores. O objetivo do Prometro é garantir, através de um programa de bolsas especiais, que os laboratórios do Inmetro possam contar com os melhores especialistas para desenvolver atividades nas áreas de metrologia, entre elas a química criando condições de estímulo ao trabalho de pesquisa, desenvolvimento e inovação na área de metrologia. (INMETRO, 2006)

2.3 MATERIAIS DE REFERÊNCIA

O Comitê sobre Materiais de Referência da ISO (*Committee on Reference Materials – ISO REMCO*) aprovou em abril de 2005, durante a sua reunião anual, novas definições para **materiais de referência** e **materiais de referência certificados**.

Segundo Emmons et al. (2006) as definições da ISO Guia 30 e do VIM foram desenvolvidas na década de 1980 e eram baseadas nas necessidades e experiências das principais comunidades usuárias da época. Com o aumento da conscientização da garantia da qualidade analítica e o aumento dos organismos de normalização, de acreditação e dos reguladores que estão envolvidos nesse tema, foi preciso considerar outros aspectos na explicação desses termos para evitar confusão sobre conceitos.

As novas definições aprovadas são:

Material de referência (MR)

Material, suficientemente homogêneo e estável em relação a uma ou mais propriedades especificadas, o qual foi estabelecido como adequado ao uso pretendido em um processo de medição.

Nota 1: MR é um termo genérico.

Nota 2: As propriedades podem ser quantitativas ou qualitativas, por exemplo, identidade de substâncias ou espécies.

Nota 3: Os usos podem incluir a calibração de um sistema de medição, avaliação de um procedimento de medição, valores designados ou outros materiais, e controle da qualidade.

Nota 4: Um MR só pode ser usado para um único propósito em uma dada medição.

Fonte: Tradução livre de Emmons et al, 2006.

Emmons (2005) explica, e De Bièvre (2006) concorda, que a Nota 1 da nova definição visa esclarecer que o termo **material de referência** refere-se a uma família de materiais e, para facilitar a compreensão, ilustra na Figura 03 os “membros” da família.

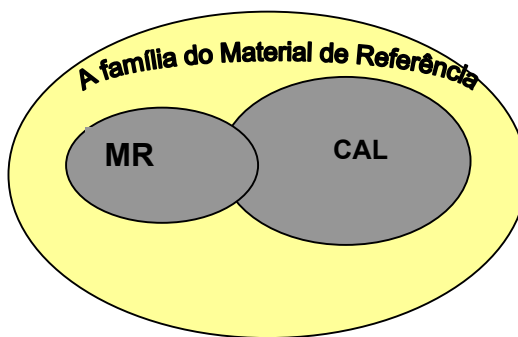


Figura 3: Família do Material de Referência

MCQ – Material de controle da qualidade;

MRC – Material de referência certificado;

CAL – Calibrantes (*calibrant*).

Fonte: The “RM family”. Emmons, 2005.

Todos os materiais que tenham estabilidade e homogeneidade adequadas para controle da qualidade de uma medição, pertencem à família do MR. Aqueles que não são acompanhados de um certificado são, em geral, denominados materiais de referência não certificados. Mas também são utilizados muitos outros termos como materiais produzidos internamente, materiais de controle do laboratório, materiais de referência do laboratório. Emmons (2005) afirma que o termo “material de controle da qualidade” (MCQ) é preferível para este subgrupo de materiais que somente atende às características de estabilidade e homogeneidade adequadas ao uso pretendido. Majcen (2005) relata que no entendimento do ISO REMCO, o MCQ é um subgrupo de MR, que:

- pode ser produzido pelo laboratório ou por produtores comerciais,
- pode ser utilizado somente como material de controle da qualidade interno (exclui o controle da qualidade externo, e por consequência os materiais usados em ensaios de proficiência);
- não pode ser usado na validação de novos métodos ou novos procedimentos, somente na verificação de procedimentos validados;
- não pode ser usado para o estabelecimento da rastreabilidade metrológica.

Emmons (2005) também concorda que os MCQ não são suficientemente caracterizados para serem usados em calibração de método ou para fornecer rastreabilidade metrológica de um resultado de medição.

Outro subgrupo é o dos materiais de referência certificados (MRC), definidos pelo ISO REMCO como:

Material de referência certificado (MRC)

Material de referência, caracterizado por um procedimento metrologicamente válido para uma ou mais propriedades, acompanhado de um certificado que fornece o valor da propriedades especificada, sua incerteza associada, e uma declaração da rastreabilidade metrológica.

Nota 1: O conceito de valor inclui atributos qualitativos como identidade ou sequência. As incertezas para esses atributos podem ser expressas como probabilidades.

Nota 2: Procedimentos metrologicamente válidos para a produção e certificação de materiais de referência são dados nos ISO Guias 34 e 35, entre outros.

Nota 3: O ISO Guia 31 dá orientação sobre o conteúdo de certificados.

Fonte: Tradução livre de Emmons et al, 2006

O material de referência pertencente a este subgrupo possui um certificado, um ou mais valores certificados, suas incertezas associadas e uma declaração sobre a rastreabilidade metrológica.

Emmons (2005) ainda define o subgrupo de materiais de referência utilizados em calibração. Esses materiais são tradicionalmente chamados “padrões analíticos”, “padrões de calibração”, etc. Basicamente, os materiais para calibração, denominados na Figura 03 como “calibrantes”⁵(CAL), devem ter estabilidade e homogeneidade suficientes para assegurar que o valor atribuído à propriedade e à incerteza associada são válidos para qualquer calibração de amostra, utilizada de acordo com as especificações.

De Bièvre (2006) relembra que até alguns anos atrás os MRs eram “artefatos estáveis” usados na física e na engenharia. A preocupação com a estabilidade limitada dos materiais surgiu no contexto da química, pois os chamados MRs químicos são por natureza menos estáveis do que os inertes MRs denominados físicos. Foi assim que surgiu a noção de vida de prateleira dos MRs (período durante o qual é válido o valor de quantidade certificado e sua incerteza associada).

De Bièvre (2006) afirma que o valor da quantidade e a incerteza de medição associada são atributos mais importantes do que o material em si, pois são esses os números necessários para a calibração dos sistemas de medição. A importância do material propriamente dito está nos seus efeitos como a matriz que “carrega” os valores da quantidade (efeitos dependentes da matriz). Portanto os efeitos da matriz devem ser corrigidos e a incerteza de medição da correção incorporada à incerteza final do resultado de medição.

2.3.1 ISO REMCO⁶

Segundo Parkany et al (2001), a história moderna dos materiais de referência começou em 906 quando os primeiros MRs de ferro fundido, denominados na época “amostras padrão” (*standard samples*), foram preparados pelo *National Bureau of Standards* (NBS) junto com a Associação Americana de Fundições dos Estados Unidos. O *National Institute of Standards and Technology* (NIST), nome atual do NBS, utiliza até hoje a marca comercial “Standard Reference Material” (SRM) para materiais de referência. Os termos padrão⁷ e materiais de referência estão ligados e por vezes são utilizados indistintamente.

Historicamente, padrão está associado a medidas e conformidade. As medidas físicas – massa, comprimento e volume, por exemplo - também eram materializadas (artefatos) e as referências denominadas padrão. Descrição de *commodities* e requisitos dos diferentes níveis de qualidade tornaram-se “padrões escritos” ou “especificações padrão” (*standard specifications*)⁸. Classificação por níveis, a maneira de inspecionar, os métodos de ensaio escritos também eram denominados “padrões”. Cada vez mais eram utilizados os “padrões” com descrição de bens comercializados, sem realmente se referir a amostras de material.

Na segunda metade do século XX, o uso dos métodos de análise instrumentais – “caixas pretas mágicas”, segundo Parkany et al (2001) - requeriam a calibração dos instrumentos com a utilização de amostras homogêneas, cuidadosamente analisadas, dos materiais a serem ensaiados (amostras de MR).

A questão de se referir a MRs de maneira confusa resultou numa recomendação do Conselho da ISO⁹ de criação do Comitê sobre Materiais de Referência da ISO (ISO REMCO). A primeira reunião do Comitê foi em 1976, em Genebra. (PARKANY et al, 2001)

O Comitê é responsável pela elaboração e revisão dos ISO Guias 30 a 35 que fornecem orientações sobre (ISO, 2006):

⁵ *Calibrant* em inglês.

⁶ REMCO é a sigla para **RE**ference **M**aterial **CO**mmittee

⁷ Segundo o VIM (1995, item 6.1), “padrão” é medida materializada, instrumento de medição, material de referência ou sistema de medição destinado a definir, realizar, conservar ou reproduzir uma unidade ou um ou mais valores de uma grandeza para servir como referência.

⁸ No âmbito do Sinmetro utiliza-se o termo “norma técnica” ou “norma”.

⁹ Órgão diretor da ISO.

- Termos e definições relacionados com materiais de referência (ISO Guia 30);
- Conteúdo de certificados e rótulos de materiais de referência (ISO Guia 31);
- Calibração em química analítica e uso de materiais de referência certificados (ISO Guia 32);
- Utilização de materiais de referência certificados (ISO Guia 33);
- Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência (ISO Guia 34);
- Princípios gerais e estatísticos para certificação de materiais de referência (ISO Guia 35).

2.3.2 Requisitos sobre materiais de referência na Norma ABNT NBR ISO IEC 17025

A Norma ABNT NBR ISO IEC 17025 inclui alguns requisitos referentes à seleção e uso de materiais de referência. Esses requisitos estão escritos sob a perspectiva das boas práticas de gestão e técnicas de um laboratório. A Norma dá importância especial à demonstração da rastreabilidade da medição, trazendo novos desafios aos laboratórios na seleção e uso de materiais de referência, especialmente na área química e biológica (STUART et al, 2004).

2.3.2.1 Requisitos da direção – Análise crítica de pedidos, propostas e contratos

Sob o enfoque das boas práticas de gestão, Bednářová (2004) e van de Veen (2003) citam o item 4.4 da ABNT NBR ISO IEC 17025 “Análise crítica de pedidos, propostas e contratos”, onde está explícito que o laboratório deve:

- ...estabelecer e manter procedimentos para a análise crítica de pedidos, propostas e contratos. As políticas e procedimentos para as análises críticas que originem um contrato para ensaio e calibração devem garantir que:
 - a) os requisitos, inclusive os métodos a serem utilizados, sejam adequadamente definidos, documentados e entendidos;
 - b) o laboratório tenha capacidade e recursos para atender aos requisitos;

- c) seja selecionado o método de ensaio e/ou calibração apropriado e capaz de atender aos requisitos dos clientes

Mais adiante é esclarecido numa observação da Norma que um contrato pode ser qualquer acordo verbal ou escrito para prestação de serviços ao cliente.

Este requisito da Norma, itens 4.4.1 a 4.4.5, trata de políticas e procedimentos, registros da análise crítica, notificação ao cliente sobre desvios ao contrato e mudanças no contrato. O laboratório deve esclarecer junto ao cliente sobre as suas expectativas antes de começar o trabalho e sobre a finalidade da utilização do resultado do ensaio e/ou calibração pelo cliente. Os aspectos legais do seu trabalho também estão no escopo deste requisito. (VAN DER VEEN, 2003)

Portanto, o laboratório deve possuir os recursos (inclusive os materiais de referência) apropriados para operar os métodos e procedimentos, capazes de atender aos requisitos do cliente.

2.3.2.2 Requisitos da direção - Aquisição de serviços e suprimentos em laboratório de ensaio

A ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 trata da aquisição de serviços e suprimentos para laboratório no item 4.6:

4.6.1 O laboratório deve ter uma política e procedimento(s) para a seleção e compra de serviços e suprimentos utilizados que afetem a qualidade dos ensaios e/ou calibrações. Devem existir procedimentos para a compra, recebimento e armazenamento de reagentes e materiais de consumo do laboratório que sejam importantes para os ensaios e as calibrações.

4.6.2 O laboratório deve garantir que os suprimentos, reagentes e materiais de consumo adquiridos que afetem a qualidade dos ensaios e/ou calibrações não sejam utilizados até que tenham sido inspecionados ou verificados de alguma outra forma, quanto ao atendimento a especificações de normas ou requisitos definidos nos métodos de ensaios e/ou calibrações em questão. Estes serviços e suprimentos devem atender a requisitos especificados. Devem ser mantidos registros das ações tomadas para verificar a conformidade.

4.6.3 Os documentos de aquisição dos itens que afetam a qualidade do resultado do laboratório devem conter dados que descrevam os serviços e suprimentos solicitados. Estes documentos devem ter seu conteúdo técnico analisado criticamente e aprovado antes da liberação.

4.6.4 O laboratório deve avaliar os fornecedores dos materiais de consumo, suprimentos e serviços que afetem a qualidade de ensaios e calibrações, e deve manter registros dessas avaliações e listar os que foram aprovados.

Os parágrafos do item 4.6 referem-se, respectivamente, a políticas e procedimentos, verificação, documentos de compra e fornecedores aprovados. Todos os serviços e suprimentos tratados nesse item são aqueles que afetam a qualidade dos ensaios e/ou calibrações. O tipo de serviço mais comum ao qual se

refere o requisito é a calibração de equipamentos (A2LA, 2006). Este serviço interfere na qualidade dos resultados de ensaios, pois está diretamente relacionado à manutenção da rastreabilidade das medições. Pelo mesmo motivo, quando são adquiridos materiais de referência num laboratório de ensaios químicos, deve-se ter o cuidado de selecionar aqueles adequados ao uso pretendido. Uma vez assegurada a rastreabilidade metrológica, o requisito 5.6 da ABNT NBR ISO/IEC fica válido.

2.3.2.3 Requisitos técnicos – Métodos de ensaio e calibração e validação de métodos

A ABNT NBR ISO IEC 17025 trata deste requisito no item 5.4 (5.4.1 a 5.4.7), abordando aspectos gerais, seleção de métodos, métodos desenvolvidos pelo laboratório, métodos não normalizados, validação de métodos, estimativa da incerteza de medição e controle de dados.

No aspecto geral, a Norma estabelece que o laboratório deve utilizar métodos e procedimentos apropriados para todos os ensaios e/ou calibrações dentro do seu escopo de trabalho, deve ter todas as instruções necessárias, atualizadas e disponíveis ao seu pessoal, e garantir que desvios aos métodos sejam documentados, tecnicamente justificados, autorizados e aceitos pelo cliente. Utilizar “métodos e procedimentos apropriados” significa que estes devem ser adequados para um determinado propósito ou fim, que já foi previamente acordado com o cliente, conforme visto acima na análise crítica de contrato.

Quando o laboratório propõe ao cliente a realização do serviço segundo um determinado método e procedimento, este deve de preferência ter sido publicado em normas internacionais, regionais ou nacionais ou por organizações técnicas relevantes. Pode estar requerido no método a utilização de materiais de referência para fins de controle da qualidade, por exemplo, tema este tratado especificamente no item 5.9 da Norma.

No entanto, o laboratório pode utilizar métodos desenvolvidos internamente ou métodos não normalizados que devem ser validados¹⁰, e nesse processo a necessidade de utilização de materiais de referência deve ser considerada.

Para estimar a incerteza de medição dos ensaios e calibrações realizados segundo “métodos e procedimentos”, o laboratório deve considerar todos os componentes de incerteza importantes para uma determinada situação. Uma das fontes de incerteza pode ser o material de referência utilizado.

2.3.2.4 Requisitos técnicos – Rastreabilidade de medição

A ABNT NBR ISO IEC 17025 trata deste requisito no item 5.6 (5.6.1 a 5.6.3), abordando os aspectos gerais, requisitos específicos para calibração e ensaio e padrões de referência e materiais de referência.

Nos aspectos gerais prescreve que todo equipamento utilizado em ensaios e/ou em calibrações que tenha efeito significativo sobre a exatidão ou a validade do resultado do ensaio, calibração ou amostragem deve ser calibrado antes de entrar em serviço. O laboratório também deve estabelecer um programa e procedimento para a calibração dos equipamentos, e é recomendável que sejam incluídos os padrões e materiais de referência.

Para laboratório de ensaios, deve haver um programa de calibração para os equipamentos de medição e ensaio utilizados com funções de medição, operado de forma a assegurar que as medições feitas pelo laboratório sejam rastreáveis ao SI. Nos casos em que a rastreabilidade das medições às unidades SI não for possível e/ou não for pertinente, a Norma dispõe que se deve utilizar MRCs e métodos e/ou padrões de consenso (todas as partes envolvidas) como referências para obter-se rastreabilidade.

A Norma dispõe mais adiante sobre materiais de referência, verificações intermediárias para a manutenção da confiança na situação destes e cuidados no transporte e manuseio:

Os materiais de referência devem, sempre que possível, ser rastreáveis às unidades de medida SI, ou a materiais de referência certificados. Materiais de referência internos devem ser verificados na medida em que isso for técnica e economicamente praticável.

¹⁰ Segundo a ABNT NBR ISO IEC 17025, validação é a confirmação por exame e fornecimento de evidência objetiva de que os requisitos específicos para um determinado uso pretendido são atendidos.

O laboratório deve ter procedimentos para efetuar em segurança o manuseio, transporte a armazenamento e uso dos padrões de referência e dos materiais de referência de forma a prevenir contaminação ou deterioração e proteger sua integridade.

Conforme já mencionado no início deste item, a Norma ABNT NBR ISO IEC 17025 dá ênfase especial à **rastreabilidade da medição** para laboratórios; por essa razão o assunto será tratado com mais detalhes em item específico deste trabalho.

2.3.2.5 Requisitos técnicos – Garantia da qualidade dos resultados de ensaio e calibração

A ABNT NBR ISO IEC 17025 trata da garantia da qualidade dos resultados de ensaio e calibração no requisito 5.9 (5.9.1 e 5.9.2), abordando o controle da qualidade (CQ) e a ação resultante da análise dos dados de CQ.

O requisito estabelece que sejam implementadas medidas de CQ para o monitoramento da validade dos ensaios e calibrações. São sugeridas algumas técnicas, incluindo o uso regular de materiais de referência certificados e/ou controle interno da qualidade com materiais de referência secundários. Convém que as técnicas utilizadas sejam apropriadas para o tipo e volume do trabalho realizado.

2.3.3 Perspectivas para materiais de referência na ILAC

Desde a Assembléia Geral realizada na África do Sul, em outubro de 2004, a ILAC vem tratando da acreditação de produtores de materiais de referência. Foram aprovadas duas Resoluções com o intuito de preparar as bases para um futuro acordo de reconhecimento mútuo, muito importante para a consolidação da rastreabilidade na metrologia química. (ILAC, 2004)

A Resolução GA 8.11 reconhece que a avaliação da competência técnica de organismos que produzem materiais de referência com valores designados constitui acreditação de uma atividade de avaliação da conformidade. Esta interpretação permite que organismos como a Cgcre/Inmetro, que operam sistemas de acreditação segundo a ISO IEC 17011, estendam o escopo de suas atividades para materiais de referência (ILAC, 2004).

A Resolução GA 8.12 determina que a acreditação dos organismos mencionados será conduzida com critérios harmonizados baseados numa

combinação do ISO Guia 34 e da ISO IEC 17025. Foi criado um grupo de trabalho específico para tratar dos critérios harmonizados, cujos trabalhos ainda estão em andamento (ILAC, 2004).

Na última Assembléia Geral ocorrida na Nova Zelândia, em outubro de 2005, foi aprovada a Resolução GA 9.28, confirmando a tendência para um acordo de reconhecimento mútuo a nível internacional. Foi decidido que a acreditação baseada na combinação do ISO Guia 34 e da ISO IEC 17025 será incluída no acordo da ILAC em vigor quando os procedimentos apropriados para essa atividade forem desenvolvidos e acordados pela ILAC (ILAC NEWS, 2005).

Entretanto, existem alguns poucos organismos que já estão acreditando produtores de materiais de referência: a *American Association for Laboratory Accreditation* dos Estados Unidos (A2LA), o *National Association of Testing Authorities* da Austrália (NATA) e o Beltest da Bélgica (A2LA, 2006; NATA, 2006; BELTEST, 2006).

2.4 RASTREABILIDADE

O Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia (VIM, 2003, item 6.10) define **rastreadibilidade** como:

Propriedade do resultado de uma medição ou do valor de um padrão estar relacionado a referências estabelecidas, geralmente a padrões nacionais ou internacionais, através de uma cadeia contínua de comparações, todas tendo incertezas estabelecidas.

Define também **incerteza de medição** (VIM, 2003, item 3.9) como “parâmetro, associado ao resultado de uma medição, que caracteriza a dispersão dos valores que podem ser fundamentadamente atribuídos a um mensurando”.

A definição determina que a rastreabilidade é uma propriedade do resultado de medição e, portanto a frase “rastreadível à instituição X” é uma simplificação de “rastreadível a um valor de referência mantido pela instituição X”. Da mesma forma, “rastreadível ao SI” é uma simplificação de “rastreadível ao valor de referência obtido pelas realizações das unidades do SI acordadas” (ELLISON et al., 2003).

Segundo o *New Oxford Dictionary of English* (2001), o verbo *to trace* (de onde veio *traceability*, traduzida para o português como rastreabilidade) significa encontrar ou descrever a origem ou desenvolvimento de algo.

A definição implica em necessidade de um esforço, a nível nacional e internacional, para prover padrões de referências amplamente aceitos, e em nível individual do laboratório, demonstrar a necessidade de relacionar-se a esses padrões nacionais e internacionais (ELLISON et al., 2003).

De Bièvre (2000) explica a definição de rastreabilidade: O VIM define **medição** como o “conjunto de operações que tem por objetivo determinar um valor de uma grandeza”; De Bièvre define **operação** (da medição do valor de uma grandeza) como a realização de uma comparação de um valor desconhecido com um valor conhecido da mesma grandeza. Daí a questão é estabelecer a rastreabilidade do valor “conhecido”, o qual, por sua vez deve ser comparado com outro valor “conhecido”, e assim sucessivamente, até chegar-se a um **valor realmente conhecido** porque foi assim convencionado. Conseqüentemente, uma definição de cadeia de rastreabilidade segue naturalmente como “uma cadeia de comparações sucessivas (medições) de um valor com outro valor, a qual termina no valor da unidade escolhida por nós para expressar o resultado de nossa medição.”

Todos os resultados de medições “rastreadáveis” a valores de uma escala comum (ou ao valor de uma unidade) são comparáveis, significando literalmente que podem ser comparados um com o outro; o que não implica que sejam concordantes. A escala de medição deve ser, sempre que possível, uma unidade de base ou derivada do SI, tendo em vista que existe um acordo internacional consolidado. (DE BIÈVRE, 2000)

Atualmente todas as empresas têm que pensar estrategicamente, pois os mercados nacionais não são mais suficientes para assegurar a obtenção da economia de escala. Para exportar, devem ser seguidas normas internacionais e muitas vezes as empresas precisam produzir fora de seus países de origem para conseguir vantagens de custo de mão-de-obra. Os mercados operam globalmente e por isso as empresas não devem se restringir a pensar somente na infra-estrutura nacional de rastreabilidade. Em paralelo, há um movimento dos governos e de órgãos internacionais para reduzir ou eliminar barreiras não tarifárias ao comércio de forma a, entre outros, abrir mercados e beneficiar os consumidores (WALLARD, 2003).

No mercado global de hoje, resultados comparáveis são necessários a fim de evitar duplicação de medições que custam tempo e dinheiro. A necessidade de reconhecimento mútuo – a habilidade de comparar resultados diretamente e com transparência – explica a ênfase na rastreabilidade na Norma ISO IEC 17025. Resultados comparáveis só podem ser atingidos se apoiados em uma base comum, preferencialmente a uma que seja reconhecida mundialmente (PAPADAKIS et al., 2000).

Os signatários da Convenção do Metro, cuja razão de ser primordial é a rastreabilidade, reconheceram claramente o mérito de se produzir e se comercializar com resultados de medição rastreáveis. Conseqüentemente, é crucial saber como a rastreabilidade de resultados é melhor obtida nas medições químicas. Isso deve ser visto à luz de dois elementos-chave na produção de resultados rastreáveis:

- Referências declaradas e/ou internacionalmente acordadas; e
- Uma declaração da incerteza da medição, de acordo com os princípios do Guia para Expressão da Incerteza de Medição (ISO GUM), cujo principal papel é nos permitir julgar a “adequação ao uso” de um resultado (PAPADAKIS et al., 2000).

A rastreabilidade é tão importante para os laboratórios quanto para os clientes, pois significa o reconhecimento imediato de que um valor exato só pode ser

declarado dentro dos limites indicados pela incerteza de medição, o que ajuda a dar uma visão clara dos limites de validade dos resultados. Mais ainda, quando a incerteza de medição é estimada de acordo com o ISO GUM, é dado um intervalo em torno do resultado e é possível decidir de forma quase direta se este é compatível ou não com os limites de especificação ou limites estabelecidos em legislação. (PAPADAKIS et al., 2000)

De maneira geral, um laboratório de ensaio está no final da cadeia de rastreabilidade. Como consequência e com o objetivo de produzir resultados rastreáveis, o laboratório deve ter confiança em todas as referências do processo de medição, além da validação do método. Um pré-requisito para o fornecimento de um resultado confiável é que os valores de todas as referências sejam também rastreáveis a outras referências e que estejam acompanhadas de declaração de incerteza confiável. A competência técnica do laboratório, reconhecida pela acreditação, assegura o uso adequado e o manuseio dessas referências e de todas as amostras. (PAPADAKIS et al., 2000)

A determinação da quantidade de matéria requer, muitas vezes, medições de diferentes propriedades, tais como: massa da amostra medida em uma balança comparada com a massa de referência; identidade analítica por comparações com referências, que podem ser um espectrômetro e uma base de dados de componentes conhecidos; ou a quantificação de um analito por comparação, por exemplo, com um material de referência. Cada propriedade do resultado deve ser rastreável e cada uma pode contribuir para a incerteza total do resultado relatado. Por isso, as declarações sobre rastreabilidade de um resultado devem incluir não somente uma descrição das referências e estimativas das incertezas para possibilitar comparações, como também uma descrição da cadeia de rastreabilidade (PAPADAKIS et al., 2000).

Segundo De Bièvre (2000), na química existem muitos resultados de medição que não podem ser “rastreáveis” a (valores de) unidades do SI e dessa forma deve-se usar o conceito mais empírico de escalas de medição com unidades empíricas ou mesmo arbitrárias, contanto que sejam acordadas a priori entre as pessoas que desejam comparar resultados.

É importante observar que a função principal de um material de referência é “carregar” um valor.

De Bièvre (2000, p.5:426) conclui que os elementos-chave na rastreabilidade de resultados de medições químicas e que necessitam ser acordados são:

1. Rastreabilidade trata de valores de resultados de medição.
2. Os valores estão ligados por operações de medição formando uma cadeia.
3. Uma cadeia de rastreabilidade é uma cadeia de comparações de valores em relação a um valor estabelecido por convenção.
4. O valor estabelecido por convenção é o valor definido de uma unidade de medida (ou a leitura em escala de medição acordada), o qual está ancorado em valores trazidos por materiais de referência convencionados.
5. Uma cadeia de rastreabilidade acarreta em incertezas, pois contém medições (as ligações da cadeia).
6. Uma cadeia de rastreabilidade é, em consequência, um pré-requisito para o estabelecimento da estimativa da incerteza de medição (as incertezas estão associadas às ligações da cadeia), resultando que:
7. Podem existir cadeias de rastreabilidade com incertezas grandes ou pequenas oriundas dos valores e das ligações ao longo das mesmas, e, por conseguinte, com grandes ou pequenas incertezas totais.
8. As cadeias de rastreabilidade são as estruturas básicas para se atrelar incertezas e estas não podem ser avaliadas sem as primeiras: incerteza está relacionada com solidez das ligações da cadeia e não com a existência delas.

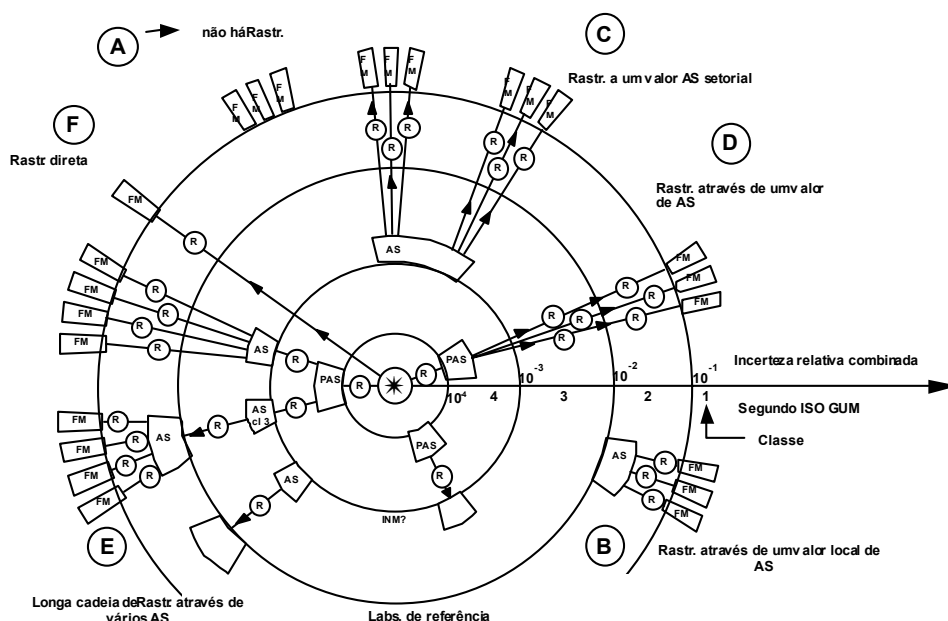
Para De Bièvre (2000) o conceito de cadeia de valores leva naturalmente à base primária da rastreabilidade (ao SI ou outros valores internacionalmente acordados) sempre que possível. A ilustração da Figura 4 a seguir, proposta por De Bièvre, mostra as diferentes possibilidades de rastreabilidade a “referências estabelecidas”, dependendo do nível de incerteza requerido. A realização da rastreabilidade a um *cluster* ou a uma referência local é perfeitamente possível, com incertezas maiores se isto for suficiente para o uso pretendido.

Rastreabilidade “referências estabelecidas” de valores obtidos em medições químicas em campo

Estabelecer a rastreabilidade é comparar o valor medido "desconhecido" com o valor "conhecido" (e sua incerteza) o qual, por sua vez, está ligado ao valor "conhecido" etc; cada valor "conhecido" tem uma incerteza menor do que o valor "desconhecido" anterior.

Notas: 1. rastreabilidade (Rastr.) implica em um suporte fornecido por uma autoridade de medição de qualidade metrológica mais alta, isto é, por um valor da unidade estabelecida com incerteza menor, representado no esquema pelo sentido das setas.

2. quanto menor a incerteza relativa, maior a confiabilidade e mais forte as ligações da cadeia de rastreabilidade.



Legenda:

- FM = Medições químicas em campo
- (P)AS = valor fornecido pelo padrão de quantidade (primário)
- cl = classe
- * = "referência estabelecida" = valor da medição na unidade escolhida
- R = valor de um coeficiente de medição

Figura 4: Rotas de rastreabilidade possíveis, estabelecidas local, regional ou internacionalmente; ou ainda a uma referência convencional e adequada ao uso pretendido.

Fonte: De Bièvre, 2000, p.5:427

2.4.1 Rastreabilidade na acreditação de laboratórios

Na acreditação de laboratórios, a política da Cgcre/Inmetro sobre rastreabilidade ao Sistema Internacional (SI) de unidades está harmonizada com o requisito correspondente (5.6) da ABNT NBR ISO IEC 17025. A política exige que o laboratório garanta que a calibração de seus padrões de referência e instrumentos sejam realizadas em laboratórios que possam demonstrar competência, capacidade de medição e rastreabilidade para a calibração específica a ser executada (INMETRO, 2003).

A Cgcre/Inmetro considera que os seguintes laboratórios atendem a esses requisitos (INMETRO, 2003, p.2):

- Laboratórios integrantes do Inmetro (Instituto Nacional de Metrologia brasileiro), do Serviço da Hora do Observatório Nacional (SH/ON) ou do Instituto de Radioproteção e Dosimetria (IRD);
- Institutos Nacionais de Metrologia de outros países que sejam signatários do Acordo de Reconhecimento Mútuo do Comitê Internacional de Pesos e Medidas (CIPM) e que participem das comparações-chave (key-comparisons) organizadas pelo BIPM ou por Organizações Regionais de Metrologia;
- Laboratórios de calibração acreditados pela Cgcre/Inmetro para essa calibração específica;
- Laboratórios de calibração, acreditados para essa calibração específica, por organismos de acreditação de laboratórios signatários dos Acordos de Reconhecimento Mútuo da ILAC e/ou da EA e/ou da IAAC para a acreditação de laboratórios de calibração.

No relatório da “Pesquisa da Demanda Nacional por Serviços Tecnológicos”, efetuada ao longo de 2002, com a participação de 627 empresas no Brasil, somente 2% delas declararam ter dificuldades em encontrar no país os serviços de metrologia das grandezas físicas (CARDOSO et al, 2002). Os dados sinalizam que a rede de laboratórios de calibração acreditados (Rede Brasileira de Calibração - RBC) pela Cgcre/Inmetro, vem atendendo às demandas por esses serviços tecnológicos.

A disponibilidade atual de serviços de calibração, para grandezas físicas, de laboratórios acreditados pela Cgcre/Inmetro está apresentada na Tabela 1 e a distribuição desses serviços por região do País, na Tabela 2.

Tabela 1: Número de laboratórios acreditados nas área de calibração.

Áreas de calibração (grandezas físicas)	No.laboratórios acreditados
Acústica e vibrações	5
Dimensional	67
Eletricidade	35
Força, torque e dureza	33
Massa	45
Óptica	2
Pressão	46
Rádio-freqüência	2
Temperatura e umidade	22
Tempo e freqüência	14
Vazão	5
Viscosidade	1
Volume e massa específica	14
T O T A L	277

Fonte: Baseada no *site* da Rede Brasileira de Calibração, acessado em 18 fev. 2006

Tabela 2: Número de laboratórios acreditados por Região do Brasil.

Regiões do Brasil	No. laboratórios da RBC
Norte	4
Nordeste	13
Centro-oeste	4
Sudeste	221
Sul	34
Distrito Federal	1
T O T A L	277

Fonte: Baseada no *site* da Rede Brasileira de Calibração, acessado em 18 fev. 2006.

No entanto, o mesmo não parece estar ocorrendo na metrologia química em relação à disponibilidade de materiais de referência nacionais, visto que o Brasil encontra-se distante dos principais centros produtores, como mostrado a seguir. Em consulta à COMAR (***CO**de d'Indexation des **MA**tériaux de **R**éférence*), base de dados internacional via Internet para materiais de referência certificados, dos cerca de 11.000 materiais de referência certificados (MRC) cadastrados, produzidos em diversos países do mundo, constam 105 do Brasil, representando aproximadamente 1% do total. A Tabela 3 mostra que o Brasil está à frente de outros 10 países, em relação ao número de MRC cadastrados na COMAR, como a África do Sul (63),

Bulgária (56), Finlândia (2), Holanda (81), Índia (45), México (39), Mongólia (31), Noruega (12), Polônia (77) e Ucrânia (65). Em relação às demais regiões, a Europa contribui com 59,5%, a Ásia-Pacífico com 25,9%, as Américas com 14,0% e a África com 0,6%. Os campos de aplicação definidos para cadastro na COMAR são: ferrosos, não ferrosos, inorgânicos, orgânicos, propriedades físicas, biológicos, qualidade de vida e indústria.

Somente uma instituição brasileira consta nessa base de dados, o Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de S.Paulo (IPT), cujos materiais foram classificados nos campos de aplicação¹¹:

- Ferrosos – 52 MRCs;
- Não ferrosos – 5 MRCs;
- Inorgânicos – 15 MRCs;
- Orgânicos – 10 MRCs
- Propriedades físicas – 20 MRCs
- Biológicos – nenhum;
- Qualidade de vida – nenhum;
- Industrial – 17 MRCs;

A COMAR possui atualmente informações de cerca de 250 produtores de 26 países e, apesar de existirem outras bases de dados, é a única que não possui vínculo com produtores de MRC.

Os materiais de referência produzidos pelo IPT também estão cadastrados em outras bases de dados internacionais como a da *International Atomic Energy Agency* (IAEA) e a *CRM Producers – Worldwide listing of CRM producers*.

¹¹ Alguns MRC estão cadastrados em dois tipos de aplicação.

Tabela 3: MRC cadastrados na COMAR, por país.

PAÍSES NA COMAR	Nº de MRC na COMAR	(%)
Europa	6.545	59,5
Alemanha	1.060	9,6
Áustria	115	1,0
Bélgica	684	6,2
Bulgária	56	0,5
Eslováquia	174	1,5
Finlândia	2	---
França	1.119	10,2
Holanda	81	0,7
Noruega	12	0,1
Polônia	77	0,7
Reino Unido	2.254	20,5
República Tcheca	338	3,1
Suécia	255	2,3
Suíça	253	2,3
Ucrânia	65	0,6
Ásia-Pacífico	2.851	25,9
Austrália	120	1,1
China	1.062	9,6
Federação Russa	643	5,8
Índia	45	0,4
Japão	950	8,6
Mongólia	31	0,3
Américas	1.548	14,0
Brasil	105	1,0
Canadá	356	3,2
Estados Unidos	1.048	9,5
México	39	0,3
África	63	0,6
África do Sul	63	0,6
TOTAL	11.007	100,0

Fonte: Baseada na COMAR International Database, disponível em <<http://www.comar.bam.de>>, Acessado em 18 fev. 2006.

2.5 A ÁGUA E SUA IMPORTÂNCIA

Declaração Universal dos Direitos da Água

- 1 - A água faz parte do patrimônio do planeta. Cada continente, cada povo, cada nação, cada região, cada cidade, cada cidadão, é plenamente responsável aos olhos de todos.
- 2 - A água é a seiva de nosso planeta. Ela é condição essencial de vida de todo vegetal, animal ou ser humano. Sem ela não poderíamos conceber como são a atmosfera, o clima, a vegetação, a cultura ou a agricultura.
- 3 - Os recursos naturais de transformação da água em água potável são lentos, frágeis e muito limitados. Assim sendo, a água deve ser manipulada com racionalidade, precaução e parcimônia.
- 4 - O equilíbrio e o futuro de nosso planeta dependem da preservação da água e de seus ciclos. Estes devem permanecer intactos e funcionando normalmente para garantir a continuidade da vida sobre a Terra. Este equilíbrio depende em particular, da preservação dos mares e oceanos, por onde os ciclos começam.
- 5 - A água não é somente herança de nossos predecessores; ela é, sobretudo, um empréstimo aos nossos sucessores. Sua proteção constitui uma necessidade vital, assim como a obrigação moral do homem para com as gerações presentes e futuras.
- 6 - A água não é uma doação gratuita da natureza; ela tem um valor econômico: precisa-se saber que ela é, algumas vezes, rara e dispendiosa e que pode muito bem escassear em qualquer região do mundo.
- 7 - A água não deve ser desperdiçada, nem poluída, nem envenenada. De maneira geral, sua utilização deve ser feita com consciência e discernimento para que não se chegue a uma situação de esgotamento ou de deterioração da qualidade das reservas atualmente disponíveis.
- 8 - A utilização da água implica em respeito à lei. Sua proteção constitui uma obrigação jurídica para todo homem ou grupo social que a utiliza. Esta questão não deve ser ignorada nem pelo homem nem pelo Estado.
- 9 - A gestão da água impõe um equilíbrio entre os imperativos de sua proteção e as necessidades de ordem econômica, sanitária e social.
- 10 - O planejamento da gestão da água deve levar em conta a solidariedade e o consenso em razão de sua distribuição desigual sobre a Terra.

Organização das Nações Unidas, 22 de março de 1992

Fonte: Cetesb, disponível em <www.cetesb.sp.gov.br>

A Conferência das Nações Unidas sobre o Meio Ambiente e o Desenvolvimento (CNUMAD), também conhecida como a Cúpula da Terra, foi realizada no Rio de Janeiro, em junho de 1992. Foi um evento histórico que chamou a atenção do mundo para entender que a proteção do meio ambiente e a gestão dos recursos naturais estão intimamente relacionadas às condições econômicas e sociais, como a pobreza. Foi reconhecido que as necessidades sociais, ambientais e econômicas devem ser balanceadas para obter-se resultados sustentáveis a longo prazo. (USDA, 2002)

Resultaram da CNUMAD a Declaração do Rio sobre o Meio Ambiente e o Desenvolvimento (Carta de Princípios do Rio), a Agenda 21 e A Declaração dos

Princípios para Gestão Sustentável das Florestas que foram adotadas por 178 governos presentes. Outros tratados e acordos internacionais também foram produzidos, entre os principais estão o tratados das alterações climáticas e da proteção da biodiversidade. Em dezembro de 1992 foi criada a Comissão sobre Desenvolvimento Sustentável para assegurar um acompanhamento efetivo da CNUMAD, monitorar e relatar sobre a implementação dos acordos nos níveis locais, regionais, nacionais e internacional. (UNITED NATIONS, 2006)

Discutida e aprovada durante a CNUMAD, a Agenda 21 constitui um plano de ação abrangente a ser implementado ao longo do século XXI pelas organizações do Sistema das Nações Unidas, Governos e pelos grupos importantes em cada área na qual haja impacto humano sobre o meio ambiente. (UNITED NATIONS, 2006).

A Ministra do Meio Ambiente, Marina Silva, confirma:

A Agenda 21 reúne o conjunto mais amplo de premissas e recomendações sobre como as nações devem agir para alterar seu vetor de desenvolvimento em favor de modelos sustentáveis e a iniciarem seus programas de sustentabilidade.

A Agenda 21 culminou um processo de 20 anos de iniciativas e ações de âmbito local, regional e internacional, para deter e reverter a constante degradação dos ecossistemas vitais para a manutenção da vida, bem como alterar as políticas que resultaram em brutais desigualdades entre os países e, no seio das sociedades nacionais, entre as diferentes classes sociais. (NOVAES, 2006)

Novaes (2006) destaca os marcos importantes do processo:

- A Declaração de Estocolmo (1972), aprovada durante a Conferência das Nações Unidas sobre o Meio Ambiente Humano, que, pela primeira vez, introduziu na agenda política internacional a dimensão ambiental como condicionante e limitadora do modelo tradicional de crescimento econômico e do uso dos recursos naturais.
- A publicação do documento "A Estratégia Mundial para a Conservação" (Nova York, 1980), elaborado sob o patrocínio e supervisão do Programa das Nações Unidas para o Meio Ambiente (PNUMA), da União Internacional para a Conservação da Natureza (UICN) e do Fundo Mundial para a Vida Selvagem (WWF). Esse documento explora, basicamente, as interfaces entre conservação de espécies e ecossistemas e entre manutenção da vida no planeta e a preservação da diversidade biológica, introduzindo pela primeira vez o conceito de "desenvolvimento sustentável".

- O "Nosso Futuro Comum", documento publicado em 1982 e mais conhecido como "Relatório Brundtland", elaborado pela Comissão Mundial sobre o Meio Ambiente e o Desenvolvimento, criada pelas Nações Unidas e presidida por Gro Brundtland, primeira-ministra da Noruega. O relatório Brundtland conceitua como **desenvolvimento sustentável** o modelo que “atende às necessidades do presente sem comprometer a capacidade das futuras gerações atenderem às suas próprias necessidades” e consolida uma visão crítica do modelo de desenvolvimento adotado pelos países industrializados e seguido pelas nações em desenvolvimento, ressaltando a incompatibilidade entre os padrões de produção e consumo vigentes nos primeiros e o uso racional dos recursos naturais e a capacidade de suporte dos ecossistemas.
- A resolução da Assembleia Geral das Nações Unidas, em dezembro de 1989, solicitando a organização de uma reunião mundial, a CNUMAD (Rio-92), para elaborar estratégias objetivando deter e reverter os processos de degradação ambiental e promover o desenvolvimento sustentável e ambientalmente racional. A Agenda 21 foi elaborada como resposta à referida resolução.

A Agenda 21 contém 40 capítulos, distribuídos em quatro Seções:

Seção I – Dimensões econômicas e sociais (capítulos 2 a 8);

Seção II – Conservação e gestão de recursos para o desenvolvimento (capítulos 9 a 22);

Seção III – Fortalecimento do papel dos grupos principais (capítulos 23 a 32);

Seção IV – Meios de implementação (capítulos 33 a 40).

O Capítulo 18, dedicado à água doce, é intitulado “Proteção da qualidade e fornecimento de recursos de água doce: Aplicação de abordagens integradas para o desenvolvimento, gestão e uso dos recursos hídricos”.

O início do capítulo define o objetivo geral das políticas relativas à água doce:

A água é necessária em todos os aspectos da vida. O objetivo geral é assegurar que se mantenha uma oferta adequada de água de boa qualidade para toda a população do planeta, ao mesmo tempo em que se preserve as funções hidrológicas, biológicas e químicas dos ecossistemas, adaptando as atividades humanas aos limites da capacidade da natureza e combatendo vetores de moléstias relacionadas com a água.

O programa de implementação da Agenda 21 e os compromissos para com a Carta de Princípios do Rio foram confirmados durante a Cúpula de Joanesburgo, Rio+10, em 2002. (MMA, 2006)

2.5.1 A gestão de recursos hídricos no Brasil

A primeira legislação brasileira específica para os recursos hídricos foi o Código de Águas Brasileiro de 1934. Mesmo voltado para a priorização da energia elétrica, o Código de Águas de 34, como ficou conhecido, inicia um trabalho de mudança de conceitos relativos ao uso e a propriedade da água. No transcorrer das mudanças econômicas e sociais que se deram no Brasil e no mundo abriu-se espaço para o estabelecimento de uma Política Nacional de Gestão de Águas.

A Constituição Federal de 1988 trouxe profundas alterações em relação às Constituições anteriores, caracterizando a água como um recurso econômico. Determina que "são bens da União os lagos, rios e quaisquer correntes de água em terrenos de seu domínio, ou que banhem mais de um Estado, ou sirvam de limites com outros países, ou se estendam a território estrangeiro ou dele provenham, os terrenos marginais e as praias fluviais" (Art 20). Estabelece como bens dos Estados "as águas superficiais ou subterrâneas, fluentes, emergentes e em depósito, ressalvadas, neste caso, na forma da lei, as decorrentes de obras da União" (Art. 26). Dispõe que compete privativamente à União legislar sobre águas (Art. 22).

Assim, em 08 de janeiro de 1997, foi sancionada a Lei nº 9.433 que instituiu a Política Nacional de Recursos Hídricos, estabeleceu e regulamentou o Sistema Nacional de Gerenciamento de Recursos Hídricos (SINGREH).

São fundamentos da Política:

- I - a água é um bem de domínio público;
- II - a água é um recurso natural limitado, dotado de valor econômico;
- III - em situações de escassez, o uso prioritário dos recursos hídricos é o consumo humano e a dessedentação de animais;
- IV - a gestão dos recursos hídricos deve sempre proporcionar o uso múltiplo das águas;
- V - a bacia hidrográfica é a unidade territorial para implementação da Política Nacional de Recursos Hídricos e atuação do Sistema Nacional de Gerenciamento de Recursos Hídricos;
- VI - a gestão dos recursos hídricos deve ser descentralizada e contar com a participação do Poder Público, dos usuários e das comunidades.

A mesma Lei definiu em seu Art. 33 os integrantes do SINGREH: o Conselho Nacional de Recursos Hídricos, os Conselhos de Recursos Hídricos do Estados e do Distrito Federal, os Comitês de Bacia Hidrográfica, órgãos dos poderes públicos federal, estaduais do Distrito Federal e municipais afins e as Agências de Água.

No entanto, foi no discurso proferido em 27 de julho de 1999 durante a cerimônia de abertura do seminário "Água, O Desafio do Próximo Milênio", realizado no Palácio do Planalto, que o Presidente Fernando Henrique Cardoso delineou as bases do que seria a Agência Nacional de Águas, um órgão com autonomia e continuidade administrativa e que atuaria no gerenciamento dos recursos hídricos no Brasil.

É preciso, portanto, não apenas pensar nessa matéria em termos de construção de obras, de açudes. É muito mais do que isso. É um gerenciamento inteligente do conjunto de rios, de bacias, de açudes, de adutoras, de canais, de irrigação, de água para beber. Enfim, é todo um sistema muitíssimo mais complexo e temos que regular, portanto, o gerenciamento da oferta de água, sempre com essa preocupação, que apenas menciono, de democratizar também a utilização desses recursos e não apenas de fazer com que existam obras que possam ter alguma importância.

.....

Agora, também temos que discutir não apenas a oferta da água mas, também, a demanda da água. A água tem usos múltiplos. Muitos desses usos são concorrentes, quando não são, eventualmente, até conflitantes. E é preciso regulamentar melhor essa questão para que a água seja um bem público e que não reine aí a lei da "selva hídrica", que exime o usuário do rio de ter responsabilidade com o uso da água.

.....

Foi por isso que nós decidimos mandar ao Congresso Nacional a Agência Nacional de Águas – ANA - com autonomia e com continuidade administrativa para que esse processo possa ser conduzido de uma maneira adequada. Precisamos, portanto, fazer com que essa questão do gerenciamento deixe de ser apenas uma boa idéia para ser uma realidade.

Dessa forma foi criada a Agência Nacional de Águas – ANA - pela Lei nº 9.984, em julho de 2000. O mesmo instrumento legal atualizou a composição do SINGREH, com a inclusão da ANA.

A ANA é uma agência reguladora criada dentro de uma nova forma de estrutura do Estado. As agências reguladoras são órgãos que se fazem de elo entre o consumidor, a população mais ampla, o cliente, o investidor privado e a Administração Pública. A sua ação regulatória se dá por meio de leis, regulamentos e outras regras editadas pelo poder público e por entidades às quais os governos delegam poderes regulatórios ou normativos.

2.5.2 A Cooperação entre a ANA e a CGCRE/INMETRO

A Agência Nacional de Águas (ANA) é uma entidade federal com as atribuições de implementar a Política Nacional de Recursos Hídricos (PNRH), integrante do SINGREH, estabelecendo regras para a sua atuação, sua estrutura administrativa e suas fontes de recursos.

Portanto, cabe à ANA a criação de ferramentas para viabilizar a gestão sistemática dos recursos hídricos, sem dissociação dos aspectos de quantidade e qualidade, inclusive com competência para disciplinar, em caráter normativo, a implementação, a operacionalização, o controle e a avaliação dos instrumentos da PNRH, dentre os quais se inclui o enquadramento dos corpos d'água.

No dia 22 de março de 2005, a ANA assinou com a Cgcre/Inmetro o Termo de Cooperação Técnica para implementação do Programa Nacional de Acreditação de Laboratórios em Análises da Qualidade da Água (PROLAB), embasado nos instrumentos legais pertinentes.

O PROLAB tem como objetivo criar uma rede de laboratórios acreditados, em parceria com a Cgcre/Inmetro, para dar credibilidade e segurança jurídica aos resultados das análises das amostras de água coletadas em todo o País.

A rede de laboratórios fornece suporte legal às ações da ANA e dos órgãos gestores estaduais de regulação do uso da água e de monitoramento da qualidade das águas interiores em todo território nacional, no âmbito do SINGREH. Os laudos emitidos podem, por exemplo, subsidiar as decisões sobre pedidos de outorga de lançamento de efluentes e as multas aos usuários poluidores, podendo, ainda, ser utilizados por estes últimos como contra-prova. O laboratório acreditado é a “última instância” na análise da água.

No PROLAB estão definidos os parâmetros para a acreditação, considerados como prioritários para a ANA, e de uso comum aos órgãos ligados à gestão dos recursos hídricos, dentro do escopo da Resolução CONAMA nº 357, de 17 de março de 2005. São, basicamente, os indicadores da qualidade da água utilizados sistema de informações hidrológicas e os parâmetros considerados como fundamentais pela área de fiscalização. Os parâmetros prioritários estão indicados nas Tabelas 4 e 5.

Tabela 4: Parâmetros de análise de água prioritários para acreditação, segundo o PROLAB

Parâmetros físico-químicos
PH
Oxigênio dissolvido (OD)
Condutividade elétrica
Temperatura da água
Turbidez
Cor verdadeira e aparente
Sólidos em suspensão totais
Sólidos dissolvidos totais
Sólidos sedimentáveis
Fósforo total
Nitrogênio amoniacal total
Nitrogênio Kjeldhal total
Nitrito
Nitrato
Parâmetros indicadores de matéria orgânica
Demanda bioquímica de oxigênio (DBO _{5,20})
Demanda química de oxigênio (DQO)
Parâmetros biológicos
Coliformes totais
Coliformes termotolerantes
<i>Escherichia coli</i>
Densidade de Cianobactérias
Clorofila <i>a</i>

Fonte: Documento-base do Programa Nacional de Acreditação de Laboratórios em Análises da Qualidade da Água – PROLAB, 2005

Tabela 5: Demais parâmetros de análise de água para acreditação, segundo o PROLAB

Parâmetros físico-químicos	
Óleos e graxas	
Cálcio	
Magnésio	
Dureza	
Carbono orgânico total (COT)	
Elementos e substâncias potencialmente prejudiciais	
(Metais): Cádmio total, Chumbo total, Cobalto total, Cobre dissolvido, Níquel total, Prata total, Zinco total	
Alumínio dissolvido	
Arsênio total	
Bário total	
Cianeto livre	
Cloreto total	
Cloro Residual Total	
Cromo Total	
Fenóis totais	
Ferro dissolvido	
Fluoreto total	
Mercúrio total	
Selênio total	
Sulfeto	
Sulfato total	
Substâncias tensoativas (que reagem com o Azul de Metileno)	
Agro-tóxicos	Organo-clorados
	Organo-fosforados
	Fenoxi-ácidos
	Outras classes
Hidrocarbonetos Policíclicos Aromáticos (HPAs)	
Bifenilas Policloradas (PCBs)	
Dioxinas	
Parâmetros biológicos e microbiológicos	
Cianotoxinas	
Ensaio de toxicidade aguda	
Ensaio de toxicidade crônica	
Outros ensaios ecotoxicológicos	

Fonte: Documento-base do Programa Nacional de Acreditação de Laboratórios em Análises da Qualidade da Água – PROLAB, 2005

O PROLAB estabeleceu critérios para um laboratório de análise de água participar do programa. Dentre as exigências estão que os laboratórios devem seguir os requisitos da ABNT NBR ISO IEC 17025 e os parâmetros a serem analisados e respectivos métodos analíticos devem estar em conformidade com as Normas Técnicas Brasileiras e/ou do Mercosul ou, na ausência destas, normas técnicas internacionais cientificamente reconhecidas.

As Normas da ABNT sobre água são em grande parte de 1997 ou anteriores e não cobrem toda a gama de parâmetros do PROLAB. A metodologia de ensaio de águas da natureza mais difundida é a do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (SMEWW) e para quase todos os parâmetros mencionados existe um método correspondente. A coletânea de métodos foi publicada primeiramente em 1905 e, segundo seus autores, “representa as melhores práticas atuais dos analistas de água americanos”. Recomendam implementar um programa de garantia da qualidade, definido em um sistema da qualidade documentado do laboratório. Dentre “as melhores práticas” está a garantia da rastreabilidade das medições (SMEWW, 2005).

Outros métodos utilizados nas análises da água são os estabelecidos pela Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos (*Environmental Protection Agency – EPA*), que foram também adotados como referência para dois parâmetros, agrotóxicos organofosforados e dioxinas.

3 METODOLOGIA DE PESQUISA

Este capítulo tem como objetivo detalhar os procedimentos adotados durante a elaboração deste estudo.

3.1 CONSIDERAÇÕES TEÓRICAS

Para a classificação da pesquisa tomou-se como base o critério proposto por Vergara (2005), que a qualifica em relação a dois aspectos: quanto aos fins e quanto aos meios de investigação.

Quanto aos fins, a pesquisa é classificada em exploratória e aplicada. Exploratória, pois “é realizada em área na qual há pouco conhecimento acumulado e sistematizado. Por sua natureza de sondagem, não comporta hipóteses que, todavia, poderão surgir durante ou ao final da pesquisa” (VERGARA, 2005, p.47). Aplicada porque é motivada pela necessidade de resolver problemas concretos.

Quanto aos meios, o trabalho compreendeu pesquisa de campo, bibliográfica e estudo de caso. Na pesquisa de campo foi aplicado um questionário; na pesquisa bibliográfica, foi estudada uma coletânea de métodos de ensaios, publicada em livros, acessível ao público em geral; e, estudo de caso, pois focaliza um grupo de laboratórios de ensaios que realizam análises de águas da natureza.

3.2 ETAPAS DA PESQUISA

As etapas da pesquisa foram adaptadas daquelas sugeridas por Vergara (2005, p.17) e estão esquematizadas na Figura 5.

3.3 O TEMA DA PESQUISA E SUA RELEVÂNCIA

O tema da pesquisa é materiais de referência usados nos laboratórios de ensaio de águas. A confiabilidade das medições realizadas pelos laboratórios tem por base a rastreabilidade metrológica e os materiais de referência são necessários para se conseguir a rastreabilidade dos resultados de ensaios em química analítica.

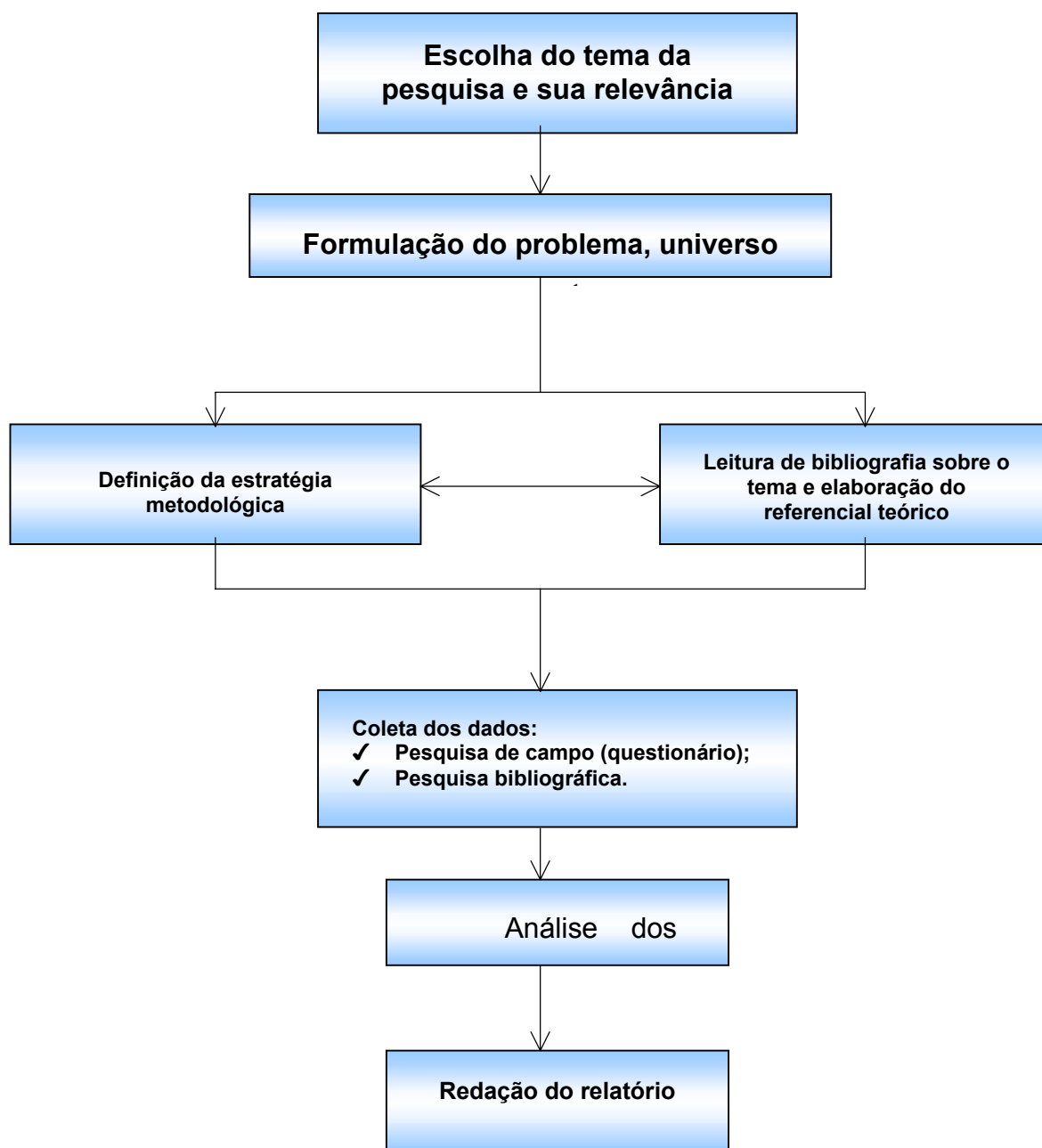


Figura 5: Metodologia da pesquisa

3.4 FORMULAÇÃO DO PROBLEMA

O exercício constante da atividade de acreditação na Cgcre/Inmetro, o contato diário com os laboratórios, com os avaliadores e o público em geral, tem mostrado que há uma dificuldade no cumprimento dos requisitos técnicos da ABNT

NBR ISO IEC 17025 relacionados a materiais de referência químicos. A pouca disponibilidade de materiais de referência químicos no Brasil constitui uma limitação que os laboratórios enfrentam no seu dia-a-dia. Para a Cgcre/Inmetro o problema é importante, pois dificulta o cumprimento dos critérios de acreditação pelos laboratórios.

3.5 UNIVERSO, AMOSTRA E SUJEITOS DA PESQUISA

O universo da pesquisa de campo compreendeu os laboratórios de ensaios de águas acreditados, postulantes à acreditação e os participantes de um programa interlaboratorial organizado pela Dimci/Inmetro, em parceria com a Cgcre/Inmetro.

O universo da pesquisa bibliográfica compreendeu a metodologia de ensaios *do Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (SMEWW) e, na ausência desta, a do *U.S. Environmental Protection Agency* (EPA).

O tamanho da amostra ficou definido pelo número de respondentes ao questionário padronizado, pois o mesmo foi enviado a todos os laboratórios do universo mencionado. A amostra da pesquisa bibliográfica compreendeu os métodos de ensaio aplicáveis aos parâmetros definidos no Programa Nacional de Acreditação de Laboratórios em Análises da Qualidade da Água (PROLAB).

Os sujeitos da pesquisa foram os gerentes técnicos ou os gerentes da qualidade dos laboratórios.

3.6 ESTRATÉGIA METODOLÓGICA

A estratégia adotada para explorar o problema objeto deste estudo, constou da aplicação de um questionário enviado por correio eletrônico aos laboratórios, com três perguntas sobre materiais de referência, cada uma delas com opções de respostas múltiplas. As respostas foram então comparadas com os requisitos sobre rastreabilidade contidos nos métodos de análise de água para verificar se os mesmos estavam sendo obedecidos.

3.7 ELABORAÇÃO DO REFERENCIAL TEÓRICO

Para elaboração do referencial teórico, estudou-se a literatura especializada sobre metrologia, materiais de referência, rastreabilidade, métodos de ensaios de

água, normas, guias e legislação brasileira sobre a avaliação da conformidade, legislação pertinente às políticas de gestão de recursos hídricos, complementados por pesquisas em sítios relevantes da Internet .

3.8 COLETA DE DADOS

A pesquisa bibliográfica, efetuada pela pesquisadora e validada por uma avaliadora técnica de laboratório qualificada pela Cgcre/Inmetro, constou do levantamento dos métodos de ensaios pertinentes e dos requisitos de rastreabilidade voltados ao uso de materiais de referência, consolidados na tabela do Apêndice B.

O questionário da pesquisa de campo foi elaborado pela pesquisadora em planilha Excel para facilitar a compilação dos dados dos respondentes. Antes de encaminhá-lo aos laboratórios selecionados para a enquete, foram consultados gerentes técnicos de dois laboratórios acreditados pela Cgcre/Inmetro e dois avaliadores técnicos de laboratórios, visando obter críticas e sugestões de melhoria para validar o questionário.

Foram usados no questionário alguns termos como “padrão”, “reagente padrão primário” e “padrão produzido internamente” ao invés de “material de referência” por serem mais conhecidos pelos laboratórios. No entanto foram fornecidas as definições de “material de referência” e de “material de referência certificado”, aprovadas pelo Comitê de Materiais de Referência da ISO (ISO/REMCO) em 2005, para balizar as respostas ao questionário.

Em alguns casos, foi necessário confirmar as respostas fornecidas. No questionário foi pedido aos laboratórios que dessem somente uma resposta – a que ocorria com mais frequência. Mesmo assim, alguns laboratórios forneceram duas ou mais respostas à mesma pergunta, o que levou a não considerá-las nos cálculos.

Cada laboratório foi identificado por um número para manter a confidencialidade das informações fornecidas.

3.9 ANÁLISE DOS DADOS E REDAÇÃO DO RELATÓRIO

A análise dos dados consistiu na discussão das respostas do questionário relativamente às respostas esperadas, tendo como referência a metodologia de

ensaio do *Standard Methods*, da *US Environmental Protection Agency* (EPA), e a Norma ABNT NBR ISO IEC 17025.

O relatório com os dados da pesquisa bibliográfica e da pesquisa de campo foi elaborado com o auxílio de tabelas.

A Norma ABNT NBR ISO IEC 17025 trata da seleção e uso de materiais de referência em alguns dos seus requisitos, conforme abordado no Capítulo 2. O foco desta pesquisa é o item 4.6 da Norma, que trata da “aquisição de serviços e suprimentos em laboratórios”. Mais especificamente, a ênfase é nos certificados que acompanham os materiais de referência adquiridos pelos laboratórios de ensaios de águas da natureza. O laboratório deve ter uma política e procedimento(s) para a seleção e compra de suprimentos que afetem a qualidade dos ensaios. Os documentos de aquisição dos itens que afetam a qualidade do resultado do laboratório devem conter dados que descrevam os suprimentos solicitados. Estes documentos devem ter seu conteúdo técnico analisado criticamente e aprovado antes da liberação. No Capítulo 4, a seguir, serão apresentados os resultados desta pesquisa.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Este capítulo apresenta os resultados da pesquisa sobre a seleção e o uso de materiais de referência pelos laboratórios de ensaios de água do ambiente, acreditados e em fase de acreditação pela Cgcre/Inmetro, e participantes do programa interlaboratorial realizado em parceria com a Agência Nacional de Águas (ANA) e a Cgcre/Inmetro.

O estudo compreendeu pesquisa de campo e pesquisa bibliográfica nas metodologias do *Standards Methods for the Examination of Water and Wastewater* (SMEWW) 21^a. edição, e da *Environmental Protection Agency* (EPA), dos Estados Unidos, para embasar a análise crítica dos resultados da pesquisa de campo.

4.1 PESQUISA BIBLIOGRÁFICA

A pesquisa bibliográfica constou da identificação dos requisitos de rastreabilidade relativos a materiais de referência, contidos nos métodos de ensaio do *Standard Methods* (SMEWW) e da *Environmental Protection Agency* (EPA).

O Apêndice B mostra na primeira coluna os parâmetros do Programa Nacional de Acreditação de Laboratórios de Análises da Qualidade da Água (PROLAB); na segunda, os métodos de ensaio do *Standard Methods* ou *EPA* (estes últimos somente para agrotóxicos organofosforados e dioxinas); e na terceira os requisitos de rastreabilidade baseados no uso de materiais de referência (MR).

Foi constatado que para alguns parâmetros uma grande maioria dos laboratórios pesquisados não está fazendo as análises. Por essa razão, não foi feito levantamento dos requisitos de rastreabilidade dos mesmos. São eles: carbono orgânico total (COT), densidade de cianobactérias, clorofila *a*, PCBs, dioxinas, cianotoxinas, outros grupos de agrotóxicos, ensaios de toxicidade aguda e crônica.

O *Standard Methods* prescreve, para quase todos os métodos, requisitos de rastreabilidade e conseqüente uso de materiais de referência, tais como solução tampão do NIST, necessidade de construir curva de calibração (material de referência usado como calibrante) e padronização de soluções para titulação (materiais de referência usados para quantificar moles do analito).

Nas determinações de óleos e graxas, por exemplo, se utilizam solventes para extrair substâncias de interesse, o que torna o resultado do ensaio

dependente do tipo de solvente. Por conseguinte, mesmo que não sejam materiais de referência, o laboratório deve adquirir reagentes de boa qualidade, de fornecedores qualificados e possuir um controle da qualidade desses materiais no recebimento. Da mesma forma, deve-se proceder ao controle da qualidade do processo de ensaio propriamente dito, utilizando solventes padrões para verificar a recuperação do método.

4.1.1 “Melhores práticas” recomendadas pelo *Standard Methods*

No capítulo da Introdução, o *Standard Methods* recomenda implantar um programa de garantia da qualidade no laboratório, com um manual da qualidade, procedimentos escritos, instruções de trabalho e registros. Convém que seja estabelecida uma política da qualidade definindo os limites de confiança estatísticos usados para expressar tendência, precisão e níveis de limites de detecção. No programa de garantia da qualidade recomenda incluir processos de controle e avaliação da qualidade para assegurar a qualidade dos dados analíticos produzidos pelo laboratório e para demonstrar competência técnica. Destaca também que sistemas da qualidade são essenciais para qualquer laboratório que busca acreditação. No planejamento da garantia da qualidade, recomenda a necessidade de procedimentos documentados sobre manutenção preventiva dos equipamentos e instrumentos, pois reduz o mau funcionamento dos mesmos, os custos e tempos de parada, e mantém o *status* da calibração. Deve estar documentada a rastreabilidade metrológica ao Instituto Nacional de Metrologia¹¹ para garantir a integridade das medições e calibrações do laboratório (SMEWW, 2005, Section 1020 A).

Embora não esteja mencionada explicitamente, as prescrições do *Standard Methods* para a garantia da qualidade estão consistentes com as da Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025.

4.1.2 Conteúdo essencial de certificados de MRC

O ABNT ISO Guia 31 resume o conteúdo essencial de um certificado de MRC: nome do material; produtor e código do produtor para o material; descrição geral do material; uso pretendido; instruções para o uso apropriado; instruções para as condições de armazenamento; valor(es) de propriedade certificado(s), cada um

acompanhado de uma declaração de incerteza; método(s) empregado(s) para a obtenção de valores de propriedade (com detalhes completos quando os valores forem dependentes do método de medição); e, prazo de validade, se apropriado.

4.2 PESQUISA DE CAMPO JUNTO AOS LABORATÓRIOS DE ENSAIO DE ÁGUAS

A pesquisa de campo constou de um questionário enviado por correio eletrônico aos laboratórios. A Tabela 6 apresenta um quantitativo das respostas à pesquisa de campo.

Tabela 6. Questionários enviados x respondidos, por categoria

Categorias de laboratórios	Ques tionários enviados	Questionários respondidos		
	Núme ro	N úmero	% respostas por categoria, em relação aos respondentes	% respostas em relação ao total consultado
Laboratórios acreditados	23	17	54,8	27,4
Laboratórios postulantes à acreditação	28	09	29,0	14,5
Laboratórios participantes da comparação interlaboratorial não acreditados/postulantes	11	05	16,2	8,1
Total	62	31	---	50,0

No total, foram consultados 62 laboratórios sobre cada um dos 52 parâmetros. Em relação ao total de laboratórios consultados, 31 laboratórios responderam ao questionário (50%), sendo que 17 destes foram laboratórios acreditados (54,8% dos respondentes); 9 postulantes à acreditação (29,0% dos respondentes); e, 5 participantes do programa interlaboratorial (16,2% dos respondentes).

Os parâmetros pesquisados foram todos aqueles listados no PROLAB, para acreditação a curto e médio prazos, relacionados a seguir. As respostas obtidas para cada parâmetro estão mostradas no item 4.2.1. O Programa agrupa os parâmetros em: parâmetro físico-químicos e químicos; parâmetros indicadores de

¹¹ O *Standard* recomenda rastreabilidade ao NIST, dos Estados Unidos, e a utilização dos *Standard Reference Materials* (SRM). No Brasil, a política de rastreabilidade da Cgcre/Inmetro está descrita no documento NIT-DICLA-030, disponível na Internet.

matéria orgânica; parâmetros biológicos e microbiológicos; e, elementos e substâncias potencialmente prejudiciais.

Parâmetros físico-químicos e químicos:

- pH
- Oxigênio dissolvido (OD)
- Condutividade elétrica
- Temperatura da água
- Turbidez
- Cor verdadeira e aparente
- Sólidos em suspensão totais
- Sólidos dissolvidos totais
- Sólidos sedimentáveis
- Fósforo total
- Nitrogênio
 - Nitrogênio amoniacal total
 - Nitrogênio Kjeldhal total
 - Nitrito
 - Nitrato
- Óleos e graxas
- Cálcio
- Magnésio
- Dureza

Parâmetros indicadores de matéria orgânica:

- Carbono orgânico total (COT)
- DBO_(5,20)
- DQO

Parâmetros biológicos:

- Grupo dos coliformes:
 - Coliformes totais
 - Coliformes termotolerantes
- *Escherichia coli*
- Densidade de Cianobactérias
- Clorofila *a*

Elementos e substâncias potencialmente prejudiciais:

- Metais: cádmio total, chumbo total, cobre total, nitrogênio total, prata total e zinco total.
- Alumínio dissolvido
- Arsênio total

- Bário total
- Cianeto livre
- Cloreto total
- Cloro Residual Total
- Cromo Total
- Fenóis totais
- Ferro dissolvido
- Fluoreto total
- Mercúrio total
- Selênio total
- Sulfeto
- Sulfato total
- Substâncias tensoativas
- Agrotóxicos: Organo-clorados
- Agrotóxicos: Organo-fosforados
- Agrotóxicos: Fenoxi-ácidos
- Agrotóxicos: Outras classes
- H P A (hidrocarbonetos aromáticos polinucleares)
- Bifenilas Policloradas (PCBs)
- Dioxinas

Parâmetros biológicos e microbiológicos:

- Cianotoxinas
- Ensaios de toxicidade aguda
- Ensaios de toxicidade crônica

As perguntas e as opções de respostas do questionário desta pesquisa estão mostradas no Apêndice A.

4.2.1 Apresentação dos resultados individuais

Os resultados da pesquisa com valores iguais ou maiores do que 10,0% estão em destaque. As respostas com percentuais menores do que 10,0% não foram comentadas, na maioria das vezes. Os parâmetros carbono orgânico total (COT), densidade de cianobactérias clorofila *a*, PCBs, dioxinas, cianotoxinas, outros grupos de agrotóxicos, ensaios de toxicidade aguda, crônica e outros ensaios toxicológicos apresentaram respostas com percentuais menores do que 10,0% na primeira pergunta da pesquisa. Por esse motivo não foi feita discussão dos resultados.

1. Parâmetro: pH

O pH é um dos ensaios de água mais importantes e mais utilizados, está associado à poluição de origem industrial, à qualidade das águas para consumo

humano e industrial e para manutenção das comunidades aquáticas. Praticamente todas as fases do tratamento de água, seja no fornecimento ou na devolução aos corpos hídricos, dependem do pH.

O *Standard Methods* recomenda no método 4500 H⁺ B (método eletrométrico) o uso de solução tampão do NIST, que no Brasil seria correspondente a uma solução tampão produzida pelo Inmetro.

Um material “rastreado ao NIST” é aceitável (46,7% dos laboratórios responderam esta opção), desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreado ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

O reagente PA (16,7% das respostas) não fornece a rastreabilidade adequada.

Tabela 7: MR utilizados nas medições de pH

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	16,7
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	3,3
Reagente P.A.	16,7
Reagente padrão primário	6,7
MR “rastreado ao NIST”	46,7
MR do NIST	6,7
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	3,3

A maioria dos laboratórios (66,6%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 8: pH - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	16,7
Não responderam	6,6
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	23,3
Aceita o MR “rastreado ao NIST” sem inspecionar no recebimento	3,3
Inspeciona o MR “rastreado ao NIST”	43,3
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	3,3
Inspeciona o certificado do MR do NIST	3,3
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (46,7%) não faz nenhum tipo de referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 26,7%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 9: pH - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	16,7
Não responderam	3,3
Referência à certificação ISO 9001	26,7
Acreditação ISO/IEC 17025	3,3
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,3
Nenhuma dessas referências	46,7

2. Parâmetro: Oxigênio dissolvido (OD)

O OD está associado à poluição de origem industrial e doméstica, à qualidade das águas para manutenção das comunidades aquáticas. Os níveis de OD em águas naturais e rejeitos depende das atividades químicas, físicas e bioquímicas do

corpo hídrico. É um ensaio importante para o controle da poluição e do tratamento dos rejeitos.

O *Standard Methods* recomenda nos procedimentos 4500-O (métodos iodométricos) e 4500-O (método eletrométrico), os quais incluem etapa de padronização de solução para titulação.

A maioria dos laboratórios (22,6%) que analisa este parâmetro, não utiliza padrão; uma parcela menor, 19,4%, utiliza reagente PA, que não fornece a rastreabilidade adequada. O resultado final de OD é expresso em função de uma solução padronizada, cujas características devem ser conhecidas, qualitativa e quantitativamente.

Tabela 10: MR utilizados nas medições de OD

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	35,5
Não aplicável	9,7
Não utilizam padrão	22,6
Reagente P.A.	19,4
Reagente padrão primário	----
MR "rastreável ao NIST"	3,2
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	6,4
Outros	3,2

Os laboratórios que utilizam reagente PA (19,4%) responderam que efetuam a inspeção no recebimento dos certificados que acompanham os materiais e verificam sua adequação ao uso. Os mesmos laboratórios responderam que os certificados recebidos pelos laboratórios não fazem nenhum tipo de referência a reconhecimento por terceira parte.

Tabela 11: OD - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	35,5
Não responderam	16,1
Não aplicável	16,1
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	9,7
Inspeciona o certificado de análise	19,4
Aceita o MR "rastreadável ao NIST" sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR "rastreadável ao NIST"	----
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

Os 41,9% que responderam não haver referência a reconhecimento por terceira parte incluem os laboratórios que utilizam reagente PA e os que não utilizam padrão.

Tabela 12: OD - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	35,5
Não responderam	16,1
Referência à certificação ISO 9001	3,2
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	41,9

3. Parâmetro: Condutividade elétrica

A condutividade é uma medida da habilidade de uma solução aquosa em conduzir corrente elétrica. A habilidade depende da presença de ions, da sua concentração total, mobilidade, valência e da temperatura da medição. A maioria dos componentes inorgânicos são condutores relativamente bons. Contrariamente,

as moléculas dos componentes orgânicos não se dissociam em solução aquosa e quase não conduzem corrente elétrica.

A determinação em laboratório da condutividade elétrica permite avaliar o grau de mineralização da água e o efeito da concentração total de íons no equilíbrio químico e nos efeitos fisiológicos sobre as plantas e animais.

O *Standard Methods* recomenda no procedimento 2510 B (medição em laboratório – condutivímetro), o preparo de uma solução padrão de referência.

A maioria dos laboratórios (43,3%) respondeu que utiliza material de referência “rastreadável ao NIST”. Um material “rastreadável ao NIST” é aceitável, desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreadável ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

O reagente PA (13,3% dos respondentes) não fornece a rastreabilidade adequada. O padrão produzido internamente (10,0% dos respondentes), pode ter sido preparado a partir de um reagente PA ou de um reagente padrão primário, que não fornecem a rastreabilidade adequada.

Tabela 13: MR utilizados nas medições de Condutividade Elétrica

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	23,3
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	3,3
Reagente P.A.	13,3
Reagente padrão primário	----
MR “rastreadável ao NIST”	43,3
MR do NIST	3,3
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	10,0
Outros	3,3

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (66,6%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 14: Condutividade elétrica - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	23,3
Não responderam	3,3
Não aplicável	3,3
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	23,3
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	3,3
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	43,3
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (45,2%) não faz nenhum tipo de referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor (22,6%) relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 15: Condutividade elétrica - Certificados de MR ou Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	22,6
Não responderam	3,2
Referência à certificação ISO 9001	22,6
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	45,2

4. Parâmetro: Temperatura da água

Nos estudos limnológicos¹² são efetuadas leituras da temperatura da água nas diversas profundidades. Temperatura elevadas resultantes de descargas de água aquecida pode acarretar impactos ambientais significativos. A identificação de

fontes de água, em poços profundos, é possível com o auxílio somente de medidas de temperatura.

O *Standard Methods* recomenda o procedimento 2550 B (medição da temperatura em campo e em laboratório) que não requer uso de material de referência.

Tabela 16: MR utilizados nas medições de temperatura da água

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	32,3
Não aplicável	32,3
Não utilizam padrão	19,3
Reagente P.A.	----
Reagente padrão primário	----
MR “rastreadável ao NIST”	3,2
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	12,9

Tabela 17: Temperatura da água - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	32,3
Não responderam	12,9
Não aplicável	45,2
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	3,2
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	----
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	6,4
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

¹² Limnologia: ciência que estuda tudo o que se refere às águas doces, como lagos, pântanos, etc. (CALDAS AULETE, 2004. p. 494).

Tabela 18: Temperatura da água - Certificados de MR ou Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	32,3
Não responderam	12,9
Referência à certificação ISO 9001	3,2
Acreditação ISO/IEC 17025	6,4
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	45,2

5. Parâmetro: Turbidez

A limpidez da água é importante para o consumo humano e em muitas operações de produção. Na produção de bebidas, no processamento de alimentos e nas estações de tratamento de água, a separação de partículas por meio da sedimentação e filtração é utilizada para aumentar a limpidez da água e torná-la aceitável para consumo. A limpidez da água natural é, portanto, um indicador da sua condição e produtividade.

A turbidez da água é causada por material em suspensão e coloidal, como argila, areia, matéria orgânica e inorgânica finamente dividida, plancton e outros organismos microscópicos. A turbidez é uma expressão da propriedade ótica que faz com que a luz seja dispersa e absorvida, ao invés de ser transmitida sem alteração na sua direção ou no nível do fluxo através da amostra.

O *Standard Methods* recomenda no procedimento 2130 B (método nefelométrico) o uso de uma suspensão padrão de referência, que pode ser preparada no laboratório. Os resultados desse ensaio são expressos em NTU (unidades de turbidez nefelométrica).

Trinta e dois por cento dos laboratórios responderam que utilizam reagente PA e outros 12,9% que usam padrão produzido internamente.

Tabela 19: MR utilizados nas medições de turbidez

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	25,8
Não aplicável	6,4
Não utilizam padrão	3,2
Reagente P.A.	32,6
Reagente padrão primário	3,2
MR "rastreadável ao NIST"	6,4
MR do NIST	3,2
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	12,9
Outros	6,4

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (38,8%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 20: Turbidez - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	25,8
Não responderam	6,4
Não aplicável	6,4
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	6,4
Inspeciona o certificado de análise	38,8
Aceita o MR "rastreadável ao NIST" sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o MR "rastreadável ao NIST"	6,4
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	6,4

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (41,9%) não faz nenhum tipo de referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 19,5%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de

sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 21: Turbidez - Certificados de MR ou Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	25,8
Não responderam	9,7
Referência à certificação ISO 9001	19,5
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	41,9

6. Parâmetro: Cor

A cor da água pode ser resultante da presença de ions metálicos naturais, humus, restos de vegetais, plancton, rejeitos industriais, etc. Remove-se a coloração da água para adequá-la ao consumo e às aplicações industriais em geral.

Considera-se a cor verdadeira da água a cor após a remoção da turbidez.

O *Standard Methods* recomenda nos procedimentos 2120 B (comparação visual), 2120 C (método espectrofotométrico, com único comprimento de onda), 2120 D (método espectrofotométrico utilizando vários comprimentos de onda), 2120 E (método espectrofotométrico do tristímulus) e 2120 F (método espectrofotométrico do ADMI). Os ensaios requerem medição de pH, pois a cor varia em função deste. O método 2120 F é o único que requer curva de calibração.

Dentre os que analisam cor, 19,5% afirmaram utilizar reagente PA, 16,1% consideram não aplicável o uso de material de referência e 12,9% não utilizam padrão, dependendo do método.

Tabela 22: MR utilizados nas medições de Cor

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	29,0
Não aplicável	16,1
Não utilizam padrão	12,9
Reagente P.A.	19,5
Reagente padrão primário	----
MR “rastreadável ao NIST”	9,7
MR do NIST	3,2
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	9,7

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (25,8%) respondeu que não é aplicável a inspeção no recebimento de materiais de referência. Uma parcela menor, 16,1% efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 23: Cor - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	29,0
Não responderam	9,7
Não aplicável	25,8
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o certificado de análise	16,1
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	9,7
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	3,2

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (41,9%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Outra parcela dos laboratórios, 19,4%, não respondeu.

Tabela 24: Cor - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	29,0
Não responderam	19,4
Referência à certificação ISO 9001	6,4
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	41,9

7. Parâmetro: Sólidos

Os sólidos são materiais suspensos ou dissolvidos em água ou rejeitos. Os sólidos podem afetar a qualidade da água de maneira adversa. Quando existem altos teores de sólidos dissolvidos, há alteração do sabor e podem induzir a uma reação fisiológica desfavorável no consumidor. Águas com altos teores de minerais também são inadequadas ao uso industrial. As análises de sólidos são importantes nos controles biológicos e físicos dos processos de tratamento de efluentes.

a) Sólidos em suspensão totais

O *Standard Methods* recomenda o procedimento 2540 D (sólidos em suspensão totais secos a 103-105°C) que não requer o uso de material de referência.

A maioria dos laboratórios não utiliza padrão (32,6%) ou respondeu que não se aplica o uso de materiais de referência (19,5%). Alguns laboratórios (12,9%) responderam utilizar reagente PA. O método prescreve o uso de filtro com especificação definida, mas não há requisito para reagente.

Tabela 25: MR utilizados nas medições de sólidos em suspensão

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	25,8
Não aplicável	19,5
Não utilizam padrão	32,6
Reagente P.A.	12,9
Reagente padrão primário	----
MR "rastreadável ao NIST"	----
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	6,4
Outros	3,2

Quanto à inspeção do certificado do MR, dentre os que analisam este parâmetro, 41,9% responderam que a inspeção não é aplicável, 12,9% não responderam e 16,1% afirmam inspecionar o certificado de análise.

Tabela 26: Sólidos em suspensão - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	25,8
Não responderam	12,9
Não aplicável	41,9
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspecciona o certificado de análise	16,1
Aceita o MR "rastreadável ao NIST" sem inspecionar no recebimento	----
Inspecciona o MR "rastreadável ao NIST"	----
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspecciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos laboratórios (61,3%) que analisam este parâmetro, responderam não haver referência a reconhecimento de terceira parte ou não responderam à essa questão, respostas coerentes com o prescrito no método.

Tabela 27: Sólidos em suspensão - Certificados de MR ou Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	25,8
Não responderam	22,6
Referência à certificação ISO 9001	9,7
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	38,7

b) Sólidos solúveis (dissolvidos) totais

O *Standard Methods* recomenda o procedimento 2540 C (sólidos dissolvidos totais secos a 180°C) que não requer o uso de material de referência.

A maioria dos laboratórios não utiliza padrão (32,6%) ou respondeu que não se aplica o uso de materiais de referência (25,8%).

Tabela 28: MR utilizados nas medições de sólidos solúveis (dissolvidos)

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	22,6
Não aplicável	25,8
Não utilizam padrão	32,6
Reagente P.A.	9,7
Reagente padrão primário	----
MR "rastreável ao NIST"	----
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	6,4
Outros	3,2

Quanto à inspeção do certificado do MR, dentre os que analisam este parâmetro, 45,2% responderam que a inspeção não é aplicável, 12,9% não responderam e 16,1% afirmam inspecionar o certificado de análise.

Tabela 29: Sólidos solúveis (dissolvidos) - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	22,6
Não responderam	12,9
Não aplicável	45,2
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o certificado de análise	16,1
Aceita o MR “rastreado ao NIST” sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR “rastreado ao NIST”	----
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos laboratórios (54,8%) que analisam este parâmetro, responderam não haver referência nos certificados a reconhecimento de terceira parte ou não responderam à essa questão, respostas coerentes com o prescrito no método. No entanto, 12,9% afirmaram encontrar referência à certificação ISO 9001 nos certificados de análise.

Tabela 30: Sólidos solúveis (dissolvidos) - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	22,6
Não responderam	12,9
Referência à certificação ISO 9001	12,9
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	41,9

c) Sólidos sedimentáveis

O *Standard Methods* recomenda o procedimento 2540 F (sólidos sedimentáveis - método do cone Imhoff e o método gravimétrico) que não requer o uso de material de referência.

A maioria dos laboratórios não utiliza padrão (35,5%) ou respondeu que não se aplica o uso de materiais de referência (29,0%).

Tabela 31: MR utilizados nas medições de Sólidos Sedimentáveis

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	29,0
Não aplicável	29,0
Não utilizam padrão	35,5
Reagente P.A.	3,2
Reagente padrão primário	----
MR "rastreadável ao NIST"	3,2
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

Quanto à inspeção do certificado do MR, dentre os que analisam este parâmetro, 51,6% responderam que a inspeção não é aplicável.

Tabela 32: Sólidos sedimentáveis - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	29,0
Não responderam	9,7
Não aplicável	51,6
Não estabeleceu critério de aceitação	3,2
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	3,2
Aceita o MR "rastreadável ao NIST" sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR "rastreadável ao NIST"	3,2
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos laboratórios (64,5%) que analisam este parâmetro, responderam não haver referência no certificado a reconhecimento de terceira parte ou não responderam à essa questão, respostas coerentes com o prescrito no método.

Tabela 33: Sólidos sedimentáveis- Certificados de MR ou Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	29,0
Não responderam	22,6
Referência à certificação ISO 9001	6,4
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	41,9

8. Parâmetro: Fósforo

O fósforo ocorre em águas naturais quase que exclusivamente sob a forma de fosfatos. Eles ocorrem em soluções, em partículas ou detritos ou nos corpos dos organismos aquáticos.

As formas de fosfatos são oriundas de diversas fontes: durante o tratamento da água; águas de lavanderias ou de limpeza, pois os fosfatos estão presentes em muitos materiais de limpeza; de fertilizantes; de processos biológicos; de lixo alimentar; dos processos de tratamento biológico; de sedimentos do fundo da água e lama biológica; etc.

O fósforo é essencial ao crescimento de organismos e pode ser o nutriente limitante à produtividade de um corpo d'água, pois um excesso pode estimular o crescimento de organismos.

O *Standard Methods* recomenda nos procedimentos 4500-P C (colorimétrico - vanádio), 4500-P D (método do cloreto de estanho), 4550-P E (método do ácido ascórbico) e 4550-P F (método do ácido ascórbico automatizado) a preparação de curva de calibração (uso de material de referência como calibrante).

Um material “rastreado ao NIST” é aceitável (31,0% dos laboratórios responderam esta opção), desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreado ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente

combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

O reagente PA não fornece a rastreabilidade apropriada.

Tabela 34: MR utilizados nas medições de Fósforo

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	34,5
Não aplicável	3,4
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	24,1
Reagente padrão primário	6,9
MR "rastreável ao NIST"	31,0
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (48,4%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 35: Fósforo - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	32,3
Não responderam	6,4
Não aplicável	3,2
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o certificado de análise	25,8
Aceita o MR "rastreável ao NIST" sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o MR "rastreável ao NIST"	22,6
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (38,7%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 22,6%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 36: Fósforo - Certificados de MR ou Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	32,3
Não responderam	3,2
Referência à certificação ISO 9001	22,6
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	38,7

8. Nitrogênio

Nas águas e rejeitos as formas de nitrogênio de maior interesse são, respectivamente, estado de oxidação, nitrato, nitrito, amônia e nitrogênio orgânico. Todas essas formas, incluindo o gás nitrogênio (N_2) são bioquimicamente interconvertíveis e compõem o ciclo do nitrogênio.

Analiticamente, o nitrogênio orgânico e o nitrogênio amoniacal podem ser determinados juntos e são denominados nitrogênio “kjeldhal”, nome da técnica de ensaio utilizada.

O nitrogênio total oxidado é a soma de nitrato e nitrito. Os dois podem causar um tipo de anemia se presentes na água em quantidade inadequada. O nitrito, dependendo do meio, pode formar nitrosaminas, substâncias cancerígenas.

A amônia é encontrada naturalmente nas águas de superfície e nos rejeitos.

a) Parâmetro: Nitrogênio amoniacal total

O *Standard Methods* recomenda nos procedimentos 4500-NH₃ B (destilação preliminar) medições de pH. No procedimento 4500-NH₃ C (método titrimétrico) há uma padronização de solução para titulação. O resultado final é expresso em função de uma solução padronizada, cujas características devem ser conhecidas, qualitativa e quantitativamente.

Nos procedimentos 4500-NH₃ D (método do eletrodo seletivo de amônia), 4500-NH₃ E (método do eletrodo seletivo com adição conhecida), 4500-NH₃ F (método do fenato) e 4500-NH₃ G (método do fenato automático) é necessária a construção da curva de calibração (uso de material de referência como calibrante).

A maioria dos laboratórios (36,7%) respondeu que utiliza reagente PA que não fornece a rastreabilidade adequada. Dez por cento responderam que usam reagente padrão primário, que geralmente tem uma pureza maior do que o reagente PA. Outros 13,3% afirmaram utilizar material “rastreável ao NIST”, o que é aceitável, desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreável ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

Tabela 37: MR utilizados nas medições de Nitrogênio amoniacal

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	26,7
Não aplicável	3,3
Não utilizam padrão	3,3
Reagente P.A.	36,7
Reagente padrão primário	10,0
MR “rastreável ao NIST”	13,3
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	6,7
Outros	----

Quanto à inspeção do certificado no recebimento, 45,2% declararam inspecioná-lo no recebimento e verificar a sua adequação ao uso.

Tabela 38: Nitrogênio amoniacal - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	25,8
Não responderam	6,4
Não aplicável	3,2
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	6,4
Inspeciona o certificado de análise	45,2
Aceita o MR “rastreado ao NIST” sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR “rastreado ao NIST”	9,7
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (35,5%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 25,8%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 39: Nitrogênio amoniacal - Certificados de MR ou Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	25,8
Não responderam	6,4
Referência à certificação ISO 9001	25,8
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	35,5

b) Parâmetro: Nitrogênio Kjeldahl total

O *Standard Methods* recomenda nos procedimentos 4500-N_{org} B (método Kjeldahl macro), 4500-N_{org} C (método Kjeldahl semi-micro) e 4500-N_{org} D (digestão

em bloco e análise por injeção de fluxo) medições de pH, titulação e/ou construção de curva de calibração (uso de material de referência como calibrante).

A maioria dos laboratórios que analisa este parâmetro (23,3%) respondeu que utiliza reagente PA que não fornece a rastreabilidade apropriada. Dez por cento não utilizam padrão e 10,0% usam reagente padrão primário, que em geral tem pureza maior do que o reagente PA.

Tabela 40: MR utilizados nas medições de Nitrogênio Kjeldahl

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	43,3
Não aplicável	3,3
Não utilizam padrão	10,0
Reagente P.A.	23,3
Reagente padrão primário	10,0
MR "rastreável ao NIST"	6,7
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	3,3
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (35,5%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 41: Nitrogênio Kjeldahl - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	41,9
Não responderam	6,4
Não aplicável	9,7
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspecciona o certificado de análise	35,5
Aceita o MR "rastreável ao NIST" sem inspecionar no recebimento	----
Inspecciona o MR "rastreável ao NIST"	3,2
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspecciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (25,8%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 19,5%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 42: Nitrogênio Kjeldahl - Certificados de MR ou Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	41,9
Não responderam	9,7
Referência à certificação ISO 9001	19,5
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	25,8

c) Parâmetro: Nitrito

O *Standard Methods* requer no procedimento 4500-NO₂ B (método colorimétrico) a medição de pH e a preparação de curva de calibração (uso de material de referência como calibrante).

A maioria dos laboratórios que analisa nitrito (31,0%) utiliza material de referência “rastreadável ao NIST”. Esse material é aceitável, desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreadável ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

Um percentual menor (17,2%) utiliza reagente PA que não fornece a rastreabilidade apropriada.

Tabela 43: MR utilizados nas medições de Nitrito

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	31,0
Não aplicável	3,4
Não utilizam padrão	3,4
Reagente P.A.	17,2
Reagente padrão primário	6,9
MR “rastreadável ao NIST”	31,0
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	6,9
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (48,4%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento dos certificados de análise ou dos certificados dos MR “rastreadáveis ao NIST” que acompanham o material e verificam a sua adequação ao uso.

Tabela 44: Nitrito - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	29,0
Não responderam	6,4
Não aplicável	3,2
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	6,4
Inspeciona o certificado de análise	25,8
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	22,6
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (38,7%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor,

19,5%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 45: Nitrito - Certificados de MR ou Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	29,0
Não responderam	6,4
Referência à certificação ISO 9001	19,5
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	38,7

d) Parâmetro: Nitrato

O *Standard Methods* requer a medição de pH e a construção de curva de calibração, nos procedimentos 4500-NO₃ B (método espectro-fotométrico UV), 4500-NO₃ D (eletrodo de nitrato), 4500-NO₃ E (método da redução de cádmio), 4500-NO₃ F (método automatizado da redução de cádmio), 4500-NO₃ H (método automatizado da redução de hidrazina) e 4500-NO₃ I (método da redução de cádmio por injeção de fluxo).

Tabela 46: MR utilizados nas medições de Nitrato

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	31,0
Não aplicável	3,4
Não utilizam padrão	3,4
Reagente P.A.	20,7
Reagente padrão primário	6,9
MR "rastreadável ao NIST"	31,0
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	3,4
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (48,4%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento dos certificados de análise ou dos certificados dos MR "rastreadáveis ao NIST" que acompanham o material e verificam a sua adequação ao uso.

Tabela 47: Nitrato - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	29,0
Não responderam	6,4
Não aplicável	3,2
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	6,4
Inspeciona o certificado de análise	25,8
Aceita o MR “rastreado ao NIST” sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o MR “rastreado ao NIST”	22,6
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (45,2%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 16,1%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 48: Nitrato - Certificados de MR ou Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	29,0
Não responderam	3,2
Referência à certificação ISO 9001	16,1
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	45,2

9. Parâmetro: Óleos e graxas

Na determinação de óleos e graxas, não se mede uma quantidade de uma substância específica. Ao invés disso, se determinam grupos com características físicas semelhantes, baseados na solubilidade em comum no solvente orgânico

utilizado na extração. “Óleos e graxas” são, nesse contexto, quaisquer materiais recuperados como substâncias solúveis no solvente.

Alguns constituintes medidos na análise de óleos e graxas podem influenciar o tratamento dos despejos. Se presentes em quantidade excessiva, pode haver uma interferência nos processos biológicos aeróbicos e anaeróbicos, levando a uma ineficiência do tratamento dos despejos. Quando óleos e graxas estão presentes nos despejos ou efluentes, pode-se formar filmes superficiais levando a uma degradação do meio ambiente. O conhecimento da quantidade de óleos e graxas presentes auxilia no projeto e operação adequados dos sistemas de tratamento de efluentes.

O *Standard Methods* prescreve para determinação de óleos e graxas os procedimentos analíticos 5520 B (método da partição gravimétrico), 5520 C (método da partição por infravermelho), 5520 D (método da extração Soxhlet), 5520 E (método da extração para lama), 5520 F (hidrocarbonetos) e 5520 G (método da partição gravimétrico, fase sólida).

Os métodos 5520 B, 5520 F e 5520 G requerem padrões para verificar a recuperação do método. O procedimento 5520 C requer construção de curva de calibração.

Os procedimentos 5520 D e E não requerem uso de materiais de referência.

Dentre os laboratórios que analisam óleos e graxas, 16,7% responderam que não utilizam padrão, 13,3% que não se aplica o uso de material de referência e 10,0% produzem padrão interno.

Tabela 49: MR utilizados nas medições de óleos e graxas

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	46,7
Não aplicável	13,3
Não utilizam padrão	16,7
Reagente P.A.	6,7
Reagente padrão primário	6,7
MR “rastreadável ao NIST”	----
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	10,0
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (25,8%) respondeu que não se aplica a inspeção no recebimento do certificado; mas 19,4% responderam que inspecionam o certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 50: Óleos e graxas - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	45,2
Não responderam	3,2
Não aplicável	25,8
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	6,4
Inspecciona o certificado de análise	19,4
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	----
Inspecciona o MR “rastreadável ao NIST”	----
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspecciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (32,3%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte.

Tabela 51: Óleos e graxas - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	45,2
Não responderam	12,9
Referência à certificação ISO 9001	6,4
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	32,3

10. Parâmetro: Cálcio

Na crosta terrestre existe cerca de 4,9% de cálcio. As formas mais comuns de cálcio são os carbonatos de cálcio (calcita) e de cálcio e magnésio (dolomita). A presença de cálcio na água se deve à sua passagem por depósitos de calcário, dolomita, gipsita, etc. Os compostos de cálcio são largamente utilizados em

medicamentos, soluções para fotografia, degelo de sais, pigmentos, fertilizantes e gesso. A dureza da água é baseada na concentração de sais de cálcio e magnésio, e freqüentemente utilizada como uma medida da qualidade da água. Pequenas concentrações de carbonato de cálcio formando uma fina camada nas tubulações, podem ajudar a protegê-las contra a corrosão. No entanto, a precipitação de calcita pode causar danos às tubulações e trocadores de calor, acarretando na necessidade de se controlar a dureza das águas domésticas e industriais.

O cálcio é necessário à nutrição vegetal e animal e é um componente essencial dos ossos, das conchas e da estrutura das plantas.

O *Standard Methods* recomenda no procedimento 3500-Ca B (método titrimétrico) uma etapa de padronização de solução para titulação. O resultado final é expresso em função de uma solução padronizada, cujas características devem ser conhecidas, qualitativa e quantitativamente.

A maioria dos laboratórios (41,4%) que analisa este parâmetro afirma utilizar MR “rastreadável ao NIST”. Essa opção é aceitável, desde que o MR seja acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreadável ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

Uma parcela menor de respondentes (17,2) declarou utilizar reagente PA que não fornece a rastreabilidade apropriada.

Tabela 52: MR utilizados nas medições de Cálcio

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	34,5
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	17,2
Reagente padrão primário	3,4
MR “rastreadável ao NIST”	41,4
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	3,4
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (51,6%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 53: Cálcio - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	32,3
Não responderam	3,2
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspecciona o certificado de análise	22,6
Aceita o MR "rastreável ao NIST" sem inspecionar no recebimento	6,4
Inspecciona o MR "rastreável ao NIST"	29,0
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspecciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (41,9%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 19,4%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 54: Cálcio - Certificados de MR ou Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	32,3
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	19,4
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	41,9

11. Parâmetro: Magnésio

Na crosta terrestre existe cerca de 2,1% de magnésio. O magnésio ocorre mais comumente nos minérios de magnesita e dolomita. O magnésio é utilizado em ligas, *flashes* para máquina fotográfica, produtos de tinturaria, refratários, fertilizantes, medicamentos e alimentos. As condições para precipitação direta da dolomita em águas naturais não são comuns.

O magnésio contribui para a dureza da água e quando os seus sais são aquecidos, eles se decompõem e formam uma camada dura de material nos aquecedores.

O magnésio é um elemento essencial à clorofila e às células vermelhas do sangue.

O *Standard Methods* prescreve o procedimento 3500-Mg B (método do cálculo). A quantidade de magnésio é estimada indiretamente por diferença entre dureza total e dureza devida ao cálcio.

A maioria dos laboratórios que analisam magnésio (41,4%) afirma utilizar MR “rastreadável ao NIST” e uma parcela menor (13,8%) utiliza reagente PA.

Tabela 55: MR utilizados nas medições de Magnésio

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	34,5
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	13,8
Reagente padrão primário	3,4
MR “rastreadável ao NIST”	41,4
MR do NIST	3,4
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	3,4
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (51,7%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 56: Magnésio - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	32,3
Não responderam	3,2
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o certificado de análise	19,4
Aceita o MR "rastreado ao NIST" sem inspecionar no recebimento	6,4
Inspeciona o MR "rastreado ao NIST"	32,3
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (41,9%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, %, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001.

Tabela 57: Magnésio - Certificados de MR ou Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	32,3
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	19,4
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	41,9

11. Parâmetro: Dureza

Originalmente, a dureza da água era entendida como a sua capacidade de precipitar sabão. O sabão se precipita principalmente na presença de íons cálcio e magnésio.

Atualmente a dureza é definida como a soma das concentrações de cálcio e magnésio, ambas expressas em termos de carbonato de cálcio, em miligramas por litro.

O *Standard Methods* recomenda dois procedimentos, 2340 B (dureza calculada) e 2340 C (método titrimétrico do EDTA). O primeiro não requer uso de material de referência e o segundo requer uma etapa de padronização de solução para titulação. O resultado final é expresso em função de uma solução padronizada, cujas características devem ser conhecidas, qualitativa e quantitativamente.

A maioria dos laboratórios (27,6%) respondeu que usa MR “rastreável ao NIST”, 17,2% utilizam reagente PA; e 10,3% reagente padrão primário.

Um material “rastreável ao NIST” é aceitável, desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreável ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

Os reagentes PA e padrão primário não fornecem a rastreabilidade apropriada.

Tabela 58: MR utilizados nas medições de Dureza

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	31,0
Não aplicável	3,4
Não utilizam padrão	3,4
Reagente P.A.	17,2
Reagente padrão primário	10,3
MR “rastreável ao NIST”	27,6
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	6,8
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (48,5%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 59: Dureza - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	29,0
Não responderam	6,4
Não aplicável	3,2
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	6,4
Inspeciona o certificado de análise	29,0
Aceita o MR “rastreado ao NIST” sem inspecionar no recebimento	6,4
Inspeciona o MR “rastreado ao NIST”	19,5
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (35,5%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 19,5%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 60: Dureza - Certificados de MR ou Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	29,0
Não responderam	9,7
Referência à certificação ISO 9001	19,5
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	35,5

12. Parâmetro: Carbono orgânico total (COT)

O carbono orgânico em água e efluentes é composto de uma variedade de compostos orgânicos, em vários estados de oxidação.

Alguns desses compostos de carbono podem ser oxidados por processos químicos ou biológicos, cujas frações podem ser determinadas na demanda bioquímica de oxigênio (DBO), demanda química de oxigênio (DQO) e carbono orgânico assimilável (COA). Carbono orgânico total é mais direto e pode ser mais conveniente do que a determinação de DBO, DQO e COA, mas não fornece o mesmo tipo de informação.

A medição de COT é vital para a operação dos sistemas de tratamento de águas e efluentes.

Como pode ser observado na Tabela abaixo, a maioria dos laboratórios respondentes (83,3%) não efetua determinação de carbono orgânico total.

Tabela 61: MR utilizados nas medições de COT

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	83,3
Não aplicável	3,3
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	6,7
Reagente padrão primário	6,7
MR “rastreadável ao NIST”	----
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

Tabela 62: COT - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	83,9
Não responderam	----
Não aplicável	3,3
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	12,9
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	----
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

Tabela 63: COT - Certificados de MR ou Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	83,9
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	----
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	16,1

13. Parâmetro: DBO _(5,20)

A demanda bioquímica de oxigênio (DBO) é um método empírico, com procedimentos padronizados utilizados pelos laboratórios para determinar as demandas relativas de oxigênio dos efluentes, rejeitos e água poluídas. É um teste que é muito aplicado na medição da carga efluentes para estações de tratamento e na avaliação da eficiência da remoção de DBO desses sistemas.

O *Standard Methods* estabeleceu os procedimentos 5210 B (teste de DBO de 5 dias), 5210 C (teste de DBO completo) e 5210 D (método respirométrico).

Os métodos 5210 B e 5210 D requerem a medição de pH e uso de padrões para controle da qualidade do ensaio. O método 5210 C remete ao procedimento de determinação de oxigênio dissolvido e também requer o uso de padrões para o controle da qualidade do ensaio.

A maioria dos laboratórios que analisa este parâmetro (26,7%) utiliza reagente PA.

Tabela 64: MR utilizados nas medições de DBO _(5,20)

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	40,0
Não aplicável	3,3
Não utilizam padrão	6,7
Reagente P.A.	26,7
Reagente padrão primário	6,7
MR "rastreado ao NIST"	3,3
MR do NIST	6,7
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	6,7
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (46,7%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 65: DBO_(5,20) - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	40,0
Não responderam	----
Não aplicável	6,7
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	6,7
Inspeciona o certificado de análise	36,7
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	----
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	10,0
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (29,0%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 22,6%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 66: DBO_(5,20) - Certificados de MR ou Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	38,7
Não responderam	6,4
Referência à certificação ISO 9001	22,6
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	29,0

14. Parâmetro: DQO

Demanda química de oxigênio (DQO) é definida como a quantidade de um oxidante específico que reage com a amostra sob condições controladas. A quantidade de oxidante consumido é expressa em termos da sua equivalência em oxigênio.

A DQO é uma medida de poluentes nas águas naturais e efluentes.

O *Standard Methods* recomenda nos procedimentos 5220 B (método do refluxo aberto) e 5220 C (método titrimétrico - refluxo fechado) uma etapa de padronização de solução para titulação. O resultado final é expresso em função de uma solução padronizada, cujas características devem ser conhecidas, qualitativa e quantitativamente.

A maioria dos laboratórios que analisa este parâmetro (20,7%) utilizam reagente PA; uma parcela menor, 17,2%, utiliza MR “rastreadável ao NIST”; outra parcela utiliza reagente padrão primário (13,8%).

Os reagentes PA e padrão primário não fornecem a rastreabilidade apropriada.

Um material “rastreadável ao NIST” é aceitável, desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreadável ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

Tabela 67: MR utilizados nas medições de DQO

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	37,9
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	20,7
Reagente padrão primário	13,8
MR “rastreadável ao NIST”	17,2
MR do NIST	3,4
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	6,7
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (60,0%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 68: DQO - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	36,7
Não responderam	----
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	3,3
Inspecciona o certificado de análise	40,0
Aceita o MR "rastreadável ao NIST" sem inspecionar no recebimento	----
Inspecciona o MR "rastreadável ao NIST"	10,0
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspecciona o certificado do MR do NIST	10,0
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (32,3%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 19,5%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 69: DQO - Certificados de MR ou Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	35,5
Não responderam	3,2
Referência à certificação ISO 9001	19,5
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	6,4
Nenhuma dessas referências	32,3

16. Grupo das coliformes

O grupo coliforme consiste de vários gêneros de bactérias pertencentes ao grupo Enterobacter. O definição desse grupo foi baseada no método usado na detecção (fermentação da lactose) ao invés dos princípios sistemáticos da bacteriologia.

Os testes para detecção de microorganismos tem o objetivo de determinar a qualidade sanitária da água.

A experiência estabeleceu a significância da densidade de coliformes como um critério do grau de poluição e da qualidade sanitária.

a) Parâmetro: Coliformes totais

O *Standard Methods* estabelece para teste de coliformes totais os procedimentos 9221 B (coliformes totais pela técnica de fermentação em tubos), 9221 B (estimativa da densidade bacteriana - tubos múltiplos), 9221 D (P-A para grupo coliforme), 9222 B (coliformes totais pela técnica da membrana filtrante) e 9223 B (coliformes pelo técnica do substrato enzimático).

Os testes para coliformes requerem o uso de culturas para controle, positivo para *Escherichia coli* e *Enterobacter aerogenes* e negativo para *Staphylococcus aureus* e *Pseudomonas sp.*

Dentre os laboratórios que realizam esse ensaio, 27,6% utilizam culturas microbiológicas com rastreabilidade e 13,8% não usam padrão de controle.

Tabela 70: MR utilizados nas medições de Coliformes totais

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	44,8
Não aplicável	6,8
Não utilizam padrão	13,8
Reagente P.A.	3,4
Reagente padrão primário	---
MR "rastreável ao NIST"	---
MR do NIST	---
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	27,6
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	3,4
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (22,6%) respondeu que aceita somente cultura microbiológica com rastreabilidade declarada.

Tabela 71: Coliformes totais - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	41,9
Não responderam	9,7
Não aplicável	9,7
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	6,4
Aceita o MR "rastreável ao NIST" sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR "rastreável ao NIST"	3,2
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	6,4
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	22,6
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria das culturas recebidas pelos laboratórios (29,0%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte.

Um percentual menor, 12,9%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Outros 12,9% não responderam à pergunta.

Tabela 72: Coliformes totais - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	41,9
Não responderam	12,9
Referência à certificação ISO 9001	12,9
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	29,0

b) Parâmetro: Coliformes termotolerantes

O *Standard Methods* estabelece para teste de coliformes termotolerantes os procedimentos 9221 E (coliforme fecal – tubos múltiplos) e 9222 D (coliforme fecal pela técnica da membrana filtrante).

Os testes para coliformes termotolerantes requerem o uso de culturas para controle, positivo para *Escherichia coli* e negativo para *Staphylococcus faecalis* e *Enterobacter aerogenes*.

Dentre os laboratórios que realizam esse ensaio, 23,3% utilizam culturas microbiológicas com rastreabilidade e 13,8% não usam padrão de controle.

Tabela 73: MR utilizados nas medições de Coliformes termotolerantes

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	51,7
Não aplicável	3,3
Não utilizam padrão	13,8
Reagente P.A.	3,3
Reagente padrão primário	----
MR “rastreável ao NIST”	----
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	23,3
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	3,3
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (16,1%) respondeu que aceita somente cultura microbiológica com rastreabilidade declarada.

Tabela 74: Coliformes termotolerantes - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	48,4
Não responderam	9,7
Não aplicável	6,4
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	9,7
Aceita o MR "rastreável ao NIST" sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR "rastreável ao NIST"	3,2
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	6,4
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	16,1
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria das culturas recebidas pelos laboratórios (22,6%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte.

Um percentual menor, 12,9%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Outros 12,9% não responderam à pergunta.

Tabela 75: Coliformes termotolerantes - Certificados de MR ou Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	48,4
Não responderam	12,9
Referência à certificação ISO 9001	12,9
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	22,6

c) Parâmetro: *Escherichia coli*

O *Standard Methods* estabelece para teste de *E. coli* os procedimentos 9221 F (*Escherichia coli* – método dos tubos múltiplos - proposto) e 9223 B (Coliformes pela técnica do substrato enzimático)

Os testes para *E. coli* requerem o uso de culturas para controle, positivo para *Escherichia coli* e negativo para *Enterobacter aerogenes*.

Sessenta por cento dos laboratórios responderam que não efetuam este teste.

Dentre os laboratórios que realizam esse ensaio, 23,3% utilizam culturas microbiológicas com rastreabilidade e 10,0% não usam padrão de controle.

Tabela 76: MR utilizados nas medições de *Escherichia coli*

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	60,0
Não aplicável	3,3
Não utilizam padrão	10,0
Reagente P.A.	----
Reagente padrão primário	----
MR “rastreável ao NIST”	----
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	23,3
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	3,3
Padrão teste parâmetrouzido internamente	----
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (16,1%) respondeu que aceita somente cultura microbiológica com rastreabilidade declarada.

Tabela 77: *Escherichia coli* - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	58,1
Não responderam	6,4
Não aplicável	6,4
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	3,2
Aceita o MR “rastreado ao NIST” sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR “rastreado ao NIST”	3,2
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	6,4
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	16,1
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria das culturas recebidas pelos laboratórios (22,6%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte.

Tabela 78: *Escherichia coli* - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	58,1
Não responderam	9,7
Referência à certificação ISO 9001	9,7
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	22,6

17. Parâmetro: Densidade de cianobactérias

Devido à eutrofização dos ambientes aquáticos, consequência do enriquecimento artificial de ecossistemas (descarga de adubos e fertilizantes, por exemplo), há ocorrência de florações de cianobactérias nos reservatórios de água, prejudicando a potabilidade da água.

No entanto, um grande número dos laboratórios pesquisados, 83,9%, não faz a densidade de cianobactérias.

Tabela 79: MR utilizados nas medições de Densidade de cianobactérias

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	83,9
Não aplicável	9,7
Não utilizam padrão	6,4
Reagente P.A.	----
Reagente padrão primário	----
MR "rastreadável ao NIST"	----
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

Tabela 80: Densidade de cianobactérias - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	83,9
Não responderam	----
Não aplicável	16,1
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	----
Aceita o MR "rastreadável ao NIST" sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR "rastreadável ao NIST"	----
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

Tabela 81: Densidade de cianobactérias - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	83,9
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	----
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	16,1

18. Parâmetro: Clorofila *a*

A concentração de pigmentos fotossintéticos é muito utilizada para estimar a biomassa de fitoplâncton. Todas as plantas verdes contêm clorofila *a* que constitui cerca de 1 a 2% de peso seco da alga de plancton (*planktonic algae*).

A ausência ou presença dos vários pigmentos fotossintéticos é usada para separar os principais grupos de algas.

Na pesquisa realizada entre os laboratórios, 83,9% responderam que não analisam este parâmetro.

Tabela 82: MR utilizados nas medições de Clorofila *a*

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	83,9
Não aplicável	6,4
Não utilizam padrão	3,2
Reagente P.A.	6,4
Reagente padrão primário	----
MR "rastreadável ao NIST"	----
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

Tabela 83: Clorofila *a* - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	83,9
Não responderam	----
Não aplicável	9,7
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o certificado de análise	3,2
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	----
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

Tabela 84: Clorofila *a* - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	83,9
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	6,4
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	9,7

19. Parâmetro: Metais (cádmio, chumbo, cobalto, cobre, níquel, prata e zinco)

O efeito dos metais em água e efluentes podem ser variados, benéficos, prejudiciais ou extremamente tóxicos. Alguns metais são essenciais ao crescimento dos animais e dos vegetais, enquanto outros podem afetar adversamente os consumidores de água e os sistemas de tratamento de efluentes. Os benefícios e toxidez dependem das suas concentrações em água.

O *Standard Methods* prescreve vários procedimentos para determinação de metais, por espectrometria de absorção atômica (3111 B a 3111 E, 3112 A, 3113 B, 3120 B), espectrometria de emissão de plasma (3120 B, 3125 B), método

eletrométrico para chumbo, cádmio e zinco, método colorimétrico para chumbo (3500-Pb B), métodos da neocuproína e da batocuproína (3500-Cu B e 3500-Cu C). Todos os procedimentos requerem a construção de curva de calibração.

Dentre os laboratórios que analisam metais, 50,0% utilizam MR “rastreadável ao NIST” é aceitável, desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreadável ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

Tabela 85: MR utilizados nas medições de Metais

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	43,3
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	----
Reagente padrão primário	3,3
MR “rastreadável ao NIST”	50,0
MR do NIST	3,3
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (40,0%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 86: Metais - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	43,3
Não responderam	----
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	3,3
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	6,7
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	40,0
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	6,7
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (35,5%) não contém referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 19,4%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 87: Metais - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	41,9
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	19,4
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	35,5

20. Parâmetro: Alumínio dissolvido

Na crosta terrestre existe cerca de 8,1% de alumínio. O alumínio ocorre na superfície da Terra combinado com sílica e oxigênio, formando feldspato, mica e argilas. O mineral mais importante é a bauxita.

O alumínio e suas ligas são usados em trocadores de calor, aeronaves, materiais de construção, containeres, etc. O sulfato de alumínio e potássio é usado em processo de tratamento de água para flocular partículas suspensas, podendo deixar resíduo de alumínio na água tratada.

O Standard Methods recomenda, além dos procedimentos espectrométricos utilizados para metais, o método 3500-Al B (método da R cianina eriocromo). Todos os procedimentos requerem construção de curvas de calibração.

Um material “rastreadável ao NIST” é aceitável (50,0% dos laboratórios responderam esta opção), desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreadável ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

Tabela 88: MR utilizados nas medições de Alumínio dissolvido

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	36,7
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	6,7
Reagente padrão primário	3,3
MR “rastreadável ao NIST”	50,0
MR do NIST	3,3
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (53,3%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 089: Alumínio dissolvido - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	36,7
Não responderam	----
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	10,0
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	3,3
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	43,3
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	6,7
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (41,9%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 19,5%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 90: Alumínio dissolvido - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	35,5
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	19,5
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	41,9

21. Parâmetro: Arsênio total

O arsênio é usado em ligas com chumbo, em baterias e munições. Os compostos de arsênio são muito utilizados em pesticidas e na preservação de madeiras.

O arsênio não é elemento essencial às plantas, mas, em traços, é essencial a várias espécies animais. A toxidez do arsênio depende da forma química. Alguns compostos de arsênio são considerados cancerígenos.

O *Standard Methods* recomenda, além dos procedimentos espectrométricos utilizados para metais, o método 3500-As B (método do ditiocarbamato de prata). Todos os procedimentos requerem construção de curvas de calibração.

Um material “rastreadável ao NIST” é aceitável (50,0% dos laboratórios responderam esta opção), desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreadável ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

Tabela 91: MR utilizados nas medições de arsênio total

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	43,3
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	3,3
Reagente padrão primário	----
MR “rastreadável ao NIST”	50,0
MR do NIST	3,3
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (40,0%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 92: Arsênio total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	43,3
Não responderam	----
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	3,3
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	6,7
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	40,0
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	6,7
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (41,9%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 12,9%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 93: Arsênio total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	41,9
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	12,9
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	41,9

22. Parâmetro: Bário total

O bário é usado nas lamas de perfuração de poços de petróleo, venenos de ratos, pigmentos, produtos pirotécnicos e em medicamentos.

Dependendo da concentração, o bário é tóxico ao ambiente marinho.

O *Standard Methods* recomenda para determinação de bário os procedimentos espectrométricos utilizados para metais. Esses procedimentos requerem a construção de curvas de calibração.

Dentre os laboratórios pesquisados, 50,0% afirmaram utilizar material “rastreadável ao NIST”. Esse material é aceitável, desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreadável ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

Tabela 94: MR utilizados nas medições de bário total

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	46,7
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	----
Reagente padrão primário	----
MR “rastreadável ao NIST”	50,0
MR do NIST	3,3
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (40,0%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 95: Bário total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	46,7
Não responderam	----
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	----
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	6,7
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	40,0
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	6,7
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (38,7%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 12,9%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 96: Bário total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	45,2
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	12,9
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	38,7

23. Parâmetro: Cianeto livre

O ácido cianídrico pode surgir naturalmente como fonte de poluição ambiental produzido por microorganismos, bem como da degradação de glicosídeos cianogênicos. Muitos microorganismos fotossintéticos produzem cianetos livres

como resultado do metabolismo dos nitratos. O ácido cianídrico possui alta solubilidade em água.

O *Standard Methods* estabelece vários métodos para determinação de cianetos:

- 4500-CN⁻ D. Método titrimétrico;
- 4500-CN⁻ E. Método colorimétrico;
- 4500-CN⁻ F. Método do eletrodo seletivo de cianeto;
- 4500-CN⁻ G. Cianetos suscetíveis à cloração após destilação;
- 4500-CN⁻ H. Cianetos suscetíveis à cloração sem destilação;
- 4500-CN⁻ I. Cianeto dissociável em meio ácido fraco;
- 4500-CN⁻ J. Cloreto cloreto de cianogênio;
- 4500-CN⁻ K. Varredura de amostra para verificar presença de cianeto suscetível à cloração;
- 4500-CN⁻ L. Cianatos – ensaio de amônia (forma hidrolisada dos cianatos);
- 4500-CN⁻ M. Tiocianato;
- 4500-CN⁻ N. Cianeto total após destilação, por injeção de fluxo;
- 4500-CN⁻ O. Cianeto total e cianeto dissociável em meio ácido fraco por injeção de fluxo.

O método titrimétrico contém uma etapa de padronização de solução para titulação. O resultado final é expresso em função de uma solução padronizada, cujas características devem ser conhecidas, qualitativa e quantitativamente. Os demais métodos requerem a construção de uma curva de calibração.

Dentre os laboratórios pesquisados que analisam cianetos, 22,6% utilizam reagente PA que não fornece a rastreabilidade apropriada.

Tabela 97: MR utilizados nas medições de cianeto livre

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	58,1
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	6,4
Reagente P.A.	22,6
Reagente padrão primário	3,2
MR “rastreável ao NIST”	----
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	3,2
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (22,6%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 98: Cianeto livre - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	58,1
Não responderam	----
Não aplicável	3,2
Não estabeleceu critério de aceitação	3,2
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o certificado de análise	22,6
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	6,4
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (22,6%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 12,9%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 99: Cianeto livre - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	58,1
Não responderam	6,4
Referência à certificação ISO 9001	12,9
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	22,6

24. Parâmetro: Cloreto total

O cloro, sob a forma de ion cloreto, é um dos anions encontrados em maior quantidade em águas e efluentes.

A concentração de cloreto é mais alta nos efluentes do que na água, pois o cloreto de sódio consumido pelas pessoas passa pelo sistema digestivo sem ser

alterado. Um alto teor de cloro pode danificar tubulações metálicas, estruturas e prejudicar o crescimento das plantas.

O *Standard Methods* estabelece os procedimentos 4500-Cl⁻ B (método argentométrico), 4500-Cl⁻ C (método do nitrato de mercúrio), 4500-Cl⁻ D (método potenciométrico), 4500-Cl⁻ E (método do ferrocianeto automatizado) e 4500-Cl⁻ G (análise por injeção de fluxo de tiocianato de mercúrio).

Os métodos para determinação de cloretos são titrimétricos, potenciométricos e colorimétricos. Alguns contêm uma etapa de padronização de solução para titulação. O resultado final é expresso em função de uma solução padronizada, cujas características devem ser conhecidas, qualitativa e quantitativamente. Outros métodos requerem a construção de uma curva de calibração.

A maioria dos laboratórios que analisa cloretos (30,0%), utiliza material “rastreadável ao NIST”. Esse material é aceitável, desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreadável ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta. Um percentual menor, 26,7%, utilizam reagente PA que não fornece a rastreabilidade apropriada.

Tabela 100: MR utilizados nas medições de cloreto total

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	30,0
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	26,7
Reagente padrão primário	6,7
MR “rastreadável ao NIST”	30,0
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	6,7
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (64,5%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 101: Cloreto total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	29,0
Não responderam	----
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o certificado de análise	35,5
Aceita o MR “rastreado ao NIST” sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR “rastreado ao NIST”	29,0
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (45,2%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 16,1%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 102: Cloreto total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	29,0
Não responderam	3,2
Referência à certificação ISO 9001	16,1
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	45,2

25. Parâmetro: Cloro residual total

A cloração de água de abastecimento e de águas poluídas serve para desativar ou destruir microorganismos causadores de doenças. Outro benefício, particularmente no tratamento de água potável, é a melhoria da qualidade da água resultante da reação do cloro com amônia, ferro, manganês, sulfeto e algumas substâncias orgânicas.

A cloração também pode produzir efeitos adversos, pois o odor e sabor de fenóis e de outros componentes orgânicos presentes podem ser intensificados. Podem se formar substâncias cancerígenas como o clorofórmio.

O Standard Methods recomenda para determinação de cloro residual os métodos 4500-Cl B, 4500-Cl C (métodos iodométricos), 4500-Cl D (método da titulação amperométrica), 4500-Cl E (método da titulação amperométrica de nível baixo), 4500-Cl F (método titrimétrico DPD ferroso), 4500-Cl G (método DPD colorimétrico), 4500-Cl H (método FACTS - colorimetria) e 4500-Cl I (método iodométrico do eletrodo).

Alguns métodos contêm uma etapa de padronização de solução para titulação. O resultado final é expresso em função de uma solução padronizada, cujas características devem ser conhecidas, qualitativa e quantitativamente. Os demais métodos requerem a construção de uma curva de calibração.

A maioria dos laboratórios que analisam este parâmetro (25,8%) utilizam reagente PA que não fornece a rastreabilidade apropriada.

Tabela 103: MR utilizados nas medições de cloro residual total

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	48,4
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	9,7
Reagente P.A.	25,8
Reagente padrão primário	6,4
MR “rastreável ao NIST”	3,2
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	6,4

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (29,0%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 104: Cloro residual total - Critério de aceitação documental

dos MR no recebimento	
Respostas	%
Não analisam este parâmetro	48,4
Não responderam	9,7
Não aplicável	3,2
Não estabeleceu critério de aceitação	3,2
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	29,0
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	6,4
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (25,8%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 16,1%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 105: Cloro residual total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	48,4
Não responderam	9,7
Referência à certificação ISO 9001	16,1
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	25,8

26. Parâmetro: Cromo total

O cromo é usado em ligas, pigmentos, etc. Compostos de cromato são freqüentemente adicionados à água de resfriamento, no controle da corrosão. O cromo pode ocorrer na água sob as formas hexavalente ou trivalente, embora esta

última seja muito rara. A forma trivalente é essencial ao metabolismo humano, mas na forma hexavalente é tóxico e cancerígeno.

O *Standard Methods* prescreve os métodos usados em metais, 3110, 3120 e 3125, e os métodos 3500-Cr B (método colorimétrico) e 3500-Cr C (método cromatográfico). Todos os procedimentos estabelecem a construção de curva de calibração.

Um material “rastreadável ao NIST” é aceitável (51,6% dos laboratórios responderam esta opção), desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreadável ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

Tabela 106: MR utilizados nas medições de cromo total

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	36,6
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	3,3
Reagente padrão primário	3,3
MR “rastreadável ao NIST”	51,6
MR do NIST	3,3
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (43,3%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 107: Cromo total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	36,6
Não responderam	----
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	6,7
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	6,7
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	43,3
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	6,7
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (41,9%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 19,5%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 108: Cromo total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	35,5
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	19,5
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	41,9

27. Parâmetro: Fenóis totais

Os fenóis e seus derivados aparecem nas águas naturais por meio das descargas de efluentes industriais: indústrias de processamento da borracha, de colas e adesivos, de resinas impregnantes, de siderúrgicas.

Os fenóis são tóxicos para o homem, organismos aquáticos e microorganismos que tomam parte dos sistemas de tratamento de esgotos sanitários e de efluentes industriais.

Nas águas tratadas, os fenóis reagem com o cloro livre formando os clorofenóis que produzem sabor e odor na água.

O *Standard Methods* estabelece para a determinação de fenóis os procedimentos 5530 C (método da extração por clorofórmio - fotométrico) e 5530 D (método fotométrico direto). Os dois métodos requerem a construção de curva de calibração.

A maioria dos laboratórios que analisam fenóis (32,3%) utiliza reagente PA que não fornece a rastreabilidade apropriada.

Tabela 109: MR utilizados nas medições de fenóis totais

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	51,6
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	32,3
Reagente padrão primário	6,4
MR "rastreável ao NIST"	9,7
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (41,9%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 110: Fenóis totais - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	51,6
Não responderam	----
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	6,4
Inspeciona o certificado de análise	29,0
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	12,9
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (29,0%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 19,5%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 111: Fenóis totais - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	51,6
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	19,5
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	29,0

28. Parâmetro: Ferro dissolvido

O ferro aparece principalmente em águas subterrâneas devido à dissolução do minério pelo gás carbônico da água.

Nas águas superficiais, o nível de ferro aumenta nas estações chuvosas devido ao carreamento de solos e a ocorrência de processo de erosão das margens.

O ferro, apesar de não ser tóxico, traz diversos problemas para o abastecimento público de água. Confere cor e sabor à água, provocando manchas em utensílios sanitários e em roupas.

O *Standard Methods* recomenda para determinação de ferro os procedimentos espectrométricos utilizados para metais e o método 3500-Fe B (Método da fenantrolina - colorimétrico). Esses procedimentos requerem a construção de curvas de calibração.

Dentre os laboratórios pesquisados, 53,3% afirmaram utilizar material “rastreadável ao NIST”. Esse material é aceitável, desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreadável ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

Tabela 112: MR utilizados nas medições de ferro dissolvido

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	36,7
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	3,3
Reagente padrão primário	3,3
MR “rastreadável ao NIST”	53,3
MR do NIST	3,3
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (43,3%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 113: Ferro dissolvido - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	36,7
Não responderam	----
Não aplicável	3,3
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	6,7
Aceita o MR “rastreado ao NIST” sem inspecionar no recebimento	3,3
Inspeciona o MR “rastreado ao NIST”	43,3
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	6,7
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (45,2%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 16,1%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 114: Ferro dissolvido - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	35,5
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	16,1
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	45,2

29. Parâmetro: Fluoreto total

O flúor é o mais eletronegativo de todos os elementos químicos, tão reativos que nunca é encontrado em sua forma elementar na natureza, sendo normalmente encontrado na sua forma combinada como fluoreto.

Uma concentração de cerca de 1,0mg/L de flúor na água potável reduz efetivamente cáries dentárias sem efeitos prejudiciais à saúde. O flúor pode ocorrer

na água naturalmente ou ser adicionado de forma controlada. O controle da quantidade de flúor adicionada à água é essencial para a efetividade e segurança do processo de fluoretação, adotado como medida de saúde pública.

O *Standard Methods* recomenda os procedimentos 4500-F⁻ C (método do eletrodo de íon seletivo), 4500-F⁻ D (método SPADNS - colorimetria), 4500-F⁻ E (método complexométrico) e 4500-F⁻ F (método do eletrodo de íon seletivo por fluxo de injeção). O método 4500-F⁻ C requer medição de pH e todos os métodos requerem a preparação de curva de calibração.

A maioria dos laboratórios que analisa fluoreto (33,3%) utiliza material “rastreadável ao NIST”. Esse material é aceitável desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreadável ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

Outros 16,7% dos laboratórios utilizam reagente PA que não fornece a rastreabilidade apropriada.

Tabela 115: MR utilizados nas medições de fluoreto total

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	40,0
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	16,7
Reagente padrão primário	3,3
MR “rastreadável ao NIST”	33,3
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	6,7
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (54,8%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 116: Fluoreto total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	38,7
Não responderam	----
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o certificado de análise	25,8
Aceita o MR “rastreado ao NIST” sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o MR “rastreado ao NIST”	29,0
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (41,9%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 12,9%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 117: Fluoreto total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	38,7
Não responderam	3,2
Referência à certificação ISO 9001	12,9
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	41,9

30. Parâmetro: Mercúrio total

O mercúrio é largamente utilizado no Brasil nos garimpos, no processo de extração do ouro. Além de ser um problema ocupacional, também é um problema ambiental pois geralmente nenhuma precaução é tomada e o material acaba por ser descarregado nas águas.

O mercúrio é muito tóxico para o homem, apresenta efeito cumulativo e provoca lesões cerebrais. Os efeitos sobre os ecossistemas aquáticos são igualmente sérios, de forma que o controle da água é bastante restritivo com relação a este parâmetro. O peixe é um dos maiores contribuintes para a carga de mercúrio no corpo humano.

O *Standard Methods* recomenda os procedimentos 3110 (absorção atômica) e 3125 (ICP/MS) que requerem a construção de curva de calibração.

A maioria dos laboratórios que analisa mercúrio (37,9%) utiliza material “rastreadável ao NIST”. Esse material é aceitável desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreadável ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

Tabela 118: MR utilizados nas medições de mercúrio total

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	58,6
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	----
Reagente padrão primário	----
MR “rastreadável ao NIST”	37,9
MR do NIST	3,4
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (26,7%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 119: Mercúrio total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	60,0
Não responderam	----
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	----
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	6,7
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	26,7
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	6,7
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (32,23%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte.

Tabela 120: Mercúrio total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	58,1
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	6,4
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	32,3

31. Parâmetro: Selênio total

O selênio e seus compostos são utilizados em artigos fotográficos, plásticos, pinturas, eletrônicos, cerâmicas, xampus, etc .

O selênio ocorre naturalmente no ambiente. O desgaste das rochas e o solo podem provocar níveis baixos de selênio na água. O selênio não é considerado essencial para a maioria das plantas, mas é essencial, a nível de traços à maioria dos animais.

Os *Standard Methods* recomenda para este parâmetro utilizar os métodos 3113 B, 3120, 3125 usados na determinação de metais, 3114 B (Espectrometria de

absorção atômica / geração de hidreto manual), 3114 C (Espectrometria de absorção atômica / geração contínua de hidreto), 3500-Se C (método colorimétrico), 3500-Se D (determinação de selênio volátil) e 3500-Se E (determinação de compostos de selênio não voláteis).

A maioria dos laboratórios que analisa selênio (43,3%) utiliza material “rastreadável ao NIST”. Esse material é aceitável desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreadável ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

Tabela 121: MR utilizados nas medições de selênio total

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	50,0
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	3,3
Reagente padrão primário	----
MR “rastreadável ao NIST”	43,3
MR do NIST	3,3
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (32,3%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 122: Selênio total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	48,4
Não responderam	3,2
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	3,2
Aceita o MR "rastreável ao NIST" sem inspecionar no recebimento	6,4
Inspeciona o MR "rastreável ao NIST"	32,3
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	6,4
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (38,7%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte.

Tabela 123: Selênio total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	48,4
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	9,7
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	3,2
Nenhuma dessas referências	38,7

32. Parâmetro: Sulfeto

O sulfeto está presente nas águas subterrâneas. Sua presença em efluentes é, em parte, devida à decomposição da matéria orgânica, outras vezes deve-se aos rejeitos industriais, mas na maioria das vezes é proveniente da redução do sulfato por bactérias. O gás sulfídrico (H_2S) é muito tóxico para os seres humanos e, quando dissolvido em água, para os peixes e outros organismos aquáticos.

O *Standard Methods* estabelece os procedimentos para determinação de sulfeto 4500- S^{2-} D (método do azul de metileno - fotometria), 4500- S^{2-} E (método do azul de metileno automatizado), 4500- S^{2-} F (método iodométrico), 4500- S^{2-} G

(método do eletrodo de íon seletivo) e 4500-S²⁻ I (destilação e análise por injeção de fluxo de azul de metileno).

O método 4500-S²⁻ F requer uma etapa de padronização de solução para titulação. O resultado final é expresso em função de uma solução padronizada, cujas características devem ser conhecidas, qualitativa e quantitativamente. Os demais métodos prescrevem a construção de curva de calibração e o método do eletrodo de íon seletivo também requer medição de pH.

A maioria dos laboratórios que analisa sulfeto (29,0%) utiliza reagente PA que não fornece a rastreabilidade apropriada.

Tabela 124: MR utilizados nas medições de sulfeto

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	51,6
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	6,4
Reagente P.A.	29,0
Reagente padrão primário	3,2
MR “rastreável ao NIST”	6,4
MR do NIST	3,2
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (32,3%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 125: Sulfeto - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	51,6
Não responderam	----
Não aplicável	3,2
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o certificado de análise	32,3
Aceita o MR “rastreado ao NIST” sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR “rastreado ao NIST”	6,4
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (25,8%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 19,5%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 126: Sulfeto - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	54,8
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	19,5
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	25,8

33. Parâmetro: Sulfato total

O sulfato está largamente distribuído na natureza e pode estar presente em águas naturais. Ao mover-se por formações rochosas e solos que contém minerais sulfatados, as águas subterrâneas dissolvem uma parte do sulfato. Em altas

concentrações, o sulfato tem efeito laxante quando combinado com cálcio e magnésio, os dois componentes mais comuns da dureza da água.

Os rejeitos da mineração podem conter grandes quantidades de sulfato devido à oxidação da pirita.

O *Standard Methods* estabelece os procedimentos 4500-SO₄²⁻ C (método gravimétrico com ignição do resíduo), 4500-SO₄²⁻ D (método gravimétrico com secagem do resíduo), 4500-SO₄²⁻ E (método turbidimétrico), 4500-SO₄²⁻ F (método do azul metiltimol automático) e 4500-SO₄²⁻ G (análise por injeção de fluxo de azul de metiltimol).

Os métodos gravimétricos não requerem o uso de materiais de referência. Os demais requerem a construção de curva de calibração.

A maioria dos laboratórios que analisa sulfato (36,7%) utiliza material “rastreadável ao NIST”. Esse material é desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreadável ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

Um número menor de laboratórios (23,3%) utiliza reagente PA, que é aceitável para os métodos gravimétricos; porém, não é apropriado para os demais métodos, pois não fornece a rastreabilidade apropriada.

Tabela 127: MR utilizados nas medições de sulfato total

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	33,3
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	23,3
Reagente padrão primário	----
MR “rastreadável ao NIST”	36,7
MR do NIST	3,3
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	3,3
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (53,3%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 128: Sulfato total - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	33,3
Não responderam	----
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	3,3
Inspeciona o certificado de análise	23,3
Aceita o MR “rastreado ao NIST” sem inspecionar no recebimento	3,3
Inspeciona o MR “rastreado ao NIST”	30,0
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	6,7
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (48,4%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 12,9%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 129: Sulfato total - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	35,5
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	12,9
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	48,4

34. Parâmetro: Substâncias tensoativas

As substâncias tensoativas chegam a água e efluentes principalmente por descarga de rejeitos aquosos domésticos e de limpeza industrial e outras operações de limpeza. As indústrias de detergentes e outras indústrias, por exemplo as

processadoras de peças metálicas, que empregam esses produtos com função desengraxante, descarregam efluentes líquidos com substâncias tensoativas.

Os detergentes podem exercer efeitos tóxicos sobre os ecossistemas aquáticos. Embora alguns tipos tenham sido substituídos pelos biodegradáveis, ainda não se conhece os seus efeitos de forma segura.

O *Standard Methods* estabelece os métodos 5540 C (surfactantes aniônicos como MBAS) e 5540 D (surfactantes não iônicos como CTAS), que requerem a construção de curva da calibração.

A maioria dos laboratórios que determina substâncias tensoativas (38,7%) utiliza reagente PA que não fornece a rastreabilidade apropriada.

Tabela 130: MR utilizados nas medições de substâncias tensoativas

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	54,8
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	38,7
Reagente padrão primário	3,2
MR "rastreável ao NIST"	----
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	3,2
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (38,7%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 131: Substâncias tensoativas - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	54,8
Não responderam	----
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	6,4
Inspeciona o certificado de análise	38,7
Aceita o MR “rastreado ao NIST” sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR “rastreado ao NIST”	----
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (25,8%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 16,1%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 132: Substâncias tensoativas - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	54,8
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	16,1
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	25,8

35. Parâmetro: Agrotóxicos organo-clorados

Quase todos os agrotóxicos organo-clorados estão banidos em vários países, inclusive no Brasil, restando somente alguns com uso bem restrito. Essa restrição ao uso se deve à sua grande persistência ambiental, sua capacidade de entrar na cadeia alimentar e alta toxicidade.

Os pesticidas organo-clorados ocorrem normalmente em águas que foram afetadas por descargas da agricultura.

O *Standard Methods* recomenda os procedimentos 6630 B, 6630 C (métodos de cromatografia gasosa com extração líquido-líquido) e 6630 D (cromatografia gasosa com extração líquido-líquido acoplada a espectrometria de massa). Os métodos requerem a construção de curva de calibração.

A maioria dos laboratórios que analisam este parâmetro (16,1%) utilizam material “rastreador ao NIST”. Esse material é aceitável, desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreador ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

Tabela 133: MR utilizados nas medições de organo-clorados

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	71,0
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	3,2
Reagente padrão primário	6,4
MR “rastreador ao NIST”	16,1
MR do NIST	3,2
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (19,4%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 134: Organo-clorados - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	71,0
Não responderam	----
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	9,7
Aceita o MR “rastreado ao NIST” sem inspecionar no recebimento	6,4
Inspeciona o MR “rastreado ao NIST”	9,7
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (12,9%) não contém nenhuma referência a reconhecimento por terceira parte. Um percentual menor, 12,9%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 135: Organo-clorados - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	71,0
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	12,9
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	12,9

36. Parâmetro: Agrotóxicos organo-fosforados

Os agrotóxicos organo-fosforados são os inseticidas mais utilizados na agricultura brasileira para o controle de diversos tipos de pragas. A aplicação indiscriminada desses compostos pelos agricultores pode resultar em graves problemas de contaminação do solo. No processo de escoamento superficial, os

agrotóxicos contaminam as águas superficiais e na lixiviação as águas subterrâneas. O seu efeito se processa principalmente pela intoxicação aguda, afetando o sistema nervoso.

O EPA estabelece no método EPA 8141 A (cromatografia gasosa – técnica da coluna capilar) a construção de curva de calibração.

A maioria dos laboratórios que analisa este parâmetro (13,3%) utiliza material “rastreadável ao NIST”. Esse material é aceitável, desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreadável ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

Tabela 136: MR utilizados nas medições de organo-fosforados

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	76,7
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	----
Reagente padrão primário	6,7
MR “rastreadável ao NIST”	13,3
MR do NIST	3,3
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (16,1%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 137: Organo-fosforados - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	74,2
Não responderam	3,2
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	6,4
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	9,7
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

A maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios (12,9%) relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 138: Organo-fosforados - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	74,2
Não responderam	3,2
Referência à certificação ISO 9001	12,9
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	6,4

37. Parâmetro: Agrotóxicos fenoxi-ácidos

São usados como herbicidas e sua atividade tóxica se deve ao grupo fenoxi que interfere nos vegetais. É absorvido pela pele, por injeção e inalação, podendo produzir lesões no sistema nervoso central e diabetes transitória no período de exposição.

Como pode ser observado na Tabela abaixo, a maioria dos laboratórios respondentes (83,9%) não efetua determinação de agrotóxicos fenoxi-ácidos.

Tabela 139: MR utilizados nas medições de fenoxi ácidos

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	83,9
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	----
Reagente padrão primário	6,4
MR “rastreadável ao NIST”	6,4
MR do NIST	3,2
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

Tabela 140: Fenoxi ácidos - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	83,9
Não responderam	----
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	6,4
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	3,2
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

Tabela 141: Fenoxi ácidos - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	83,9
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	6,4
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	6,4

38. Parâmetro: Outras classes de agrotóxicos

Outras classes de agrotóxicos podem ser carbamatos, piretróides, difenóis e clorofenóis, fumigantes, raticidas, etc.

Como pode ser observado na Tabela abaixo, a maioria dos laboratórios respondentes (77,4%) não efetua determinação desse grupo de agrotóxicos.

Tabela 142: MR utilizados nas medições de outras classes de agrotóxicos

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	77,4
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	3,2
Reagente padrão primário	6,4
MR “rastreadável ao NIST”	9,7
MR do NIST	3,2
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

Tabela 143: Outras classes de agrotóxicos - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	74,2
Não responderam	3,2
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o certificado de análise	6,4
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	6,4
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

Tabela 144: Outras classes de agrotóxicos - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	74,2
Não responderam	3,2
Referência à certificação ISO 9001	9,7
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	9,7

39. Parâmetro: H P A (hidrocarbonetos aromáticos polinucleares)

Os HPA são produtos derivados da combustão ou do processamento de petróleo.

Muitos desses produtos são altamente cancerígenos em pequenas quantidades. Embora relativamente insolúveis em água, a sua natureza altamente tóxica requer monitoramento da água potável e dos efluentes.

O *Standard Methods* estabelece os procedimentos 6440 B (cromatografia líquida com extração líquido-líquido) e 6410 B (cromatografia gasosa com extração líquido-líquido acoplada a espectrometria de massa). Os procedimentos requerem a construção de curva de calibração.

A maioria dos laboratórios que analisa este parâmetro (16,1%) utiliza material “rastreado ao NIST”. Esse material é aceitável, desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída ao material “rastreado ao NIST” deve incluir a incerteza do MRC do NIST, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

Tabela 145: MR utilizados nas medições de H P A

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	77,4
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	----
Reagente padrão primário	3,2
MR “rastreadável ao NIST”	16,1
MR do NIST	3,2
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

A maioria dos laboratórios que analisa esse parâmetro (16,1%) respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso.

Tabela 146: H P A - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	77,4
Não responderam	----
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	3,2
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	12,9
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

Dentre os laboratórios que analisam H.P.A., 9,7% responderam não encontrar referência a reconhecimento por terceira parte. Outros 9,7%, relatam encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025.

Tabela 147: H P A - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	77,4
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	9,7
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	9,7

40. Parâmetro: Bifenilas policloradas (PCBs)

As PCBs são encontradas principalmente em águas contaminadas por óleos usados como meios de troca de calor em transformadores.

São componentes tóxicos, se acumulam no organismo, muito estáveis e devem ser monitorados no meio ambiente.

Como pode ser observado na Tabela abaixo, a maioria dos laboratórios respondentes (87,1%) não efetua determinação de PCBs.

Tabela 148: MR utilizados nas medições de PCBs

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	87,1
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	----
Reagente padrão primário	3,2
MR "rastreado ao NIST"	6,4
MR do NIST	3,2
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

Tabela 149: PCBs - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	87,1
Não responderam	----
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	3,2
Aceita o MR "rastreável ao NIST" sem inspecionar no recebimento	3,2
Inspeciona o MR "rastreável ao NIST"	3,2
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

Tabela 150: PCBs - Certificados de MR ou Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	87,1
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	3,2
Acreditação ISO/IEC 17025	3,2
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	6,4

41. Parâmetro: Dioxinas

As dioxinas são compostos de origem não natural, considerados altamente tóxicos, extremamente persistentes, tendo sido encontrados em todas as matrizes ambientais como solo, sedimentos, ar água, animais e vegetais. As emissões desses compostos para a atmosfera ocorrem principalmente nos processos de combustão.

Como pode ser observado na Tabela abaixo, a maioria dos laboratórios respondentes (96,8%) não efetua determinação de dioxinas.

Tabela 151: MR utilizados nas medições de dioxinas

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	96,8
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	----
Reagente P.A.	----
Reagente padrão primário	3,2
MR “rastreadável ao NIST”	----
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

Tabela 152: Dioxinas - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	96,8
Não responderam	----
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	3,2
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	----
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

Tabela 153: Dioxinas - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	96,8
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	----
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	3,2

42. Parâmetro: Cianotoxinas

As cianotoxinas são produzidas pelas cianobactérias, que podem ser encontradas em mananciais que abastecem as estações de tratamentos de água. A

ocorrência desses organismos tem sido relacionada a eventos de mortandade de animais e com danos à saúde humana.

Como pode ser observado na Tabela abaixo, a maioria dos laboratórios respondentes (83,8%) não efetua determinação de cianotoxinas.

Tabela 154: MR utilizados nas medições de cianotoxinas

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	83,8
Não aplicável	3,2
Não utilizam padrão	3,2
Reagente P.A.	3,2
Reagente padrão primário	----
MR “rastreadável ao NIST”	----
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	3,2
Padrão produzido internamente	----
Outros	3,2

Tabela 155: Cianotoxinas - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	83,8
Não responderam	----
Não aplicável	3,2
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	9,7
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	----
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	----
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	3,2
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

Tabela 156: Cianotoxinas - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	83,8
Não responderam	----
Referência à certificação ISO 9001	3,2
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	12,9

43. Ensaio ecotoxicológicos

Os ensaios consistem na determinação de efeitos tóxicos causados por um ou por uma mistura de agentes químicos, sendo tais efeitos detectados por respostas fisiológicas de organismos aquáticos. Os ensaios ecotoxicológicos expressam os efeitos adversos a organismos aquáticos resultantes da interação das substâncias presentes na amostra analisada (CETESB, 2006)

No monitoramento da qualidade das águas, são avaliados os efeitos agudos e crônicos. Os efeitos agudos caracterizam-se por serem mais drásticos, causados por elevadas concentrações de agentes químicos, e em geral manifestam-se em um curto período de exposição dos organismos. Os efeitos crônicos são causados por baixas concentrações de agentes químicos dissolvidos e são detectados em prolongados períodos de exposição ou por respostas fisiológicas adversas na reprodução e crescimento dos organismos vivos. (CETESB, 2006)

a) Parâmetro: Ensaio de toxicidade aguda

Como pode ser observado na Tabela abaixo, a maioria dos laboratórios respondentes (83,8%) não efetua ensaios de toxicidade aguda.

Tabela 157: MR utilizados nos ensaios de toxicidade aguda

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	87,1
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	3,2
Reagente P.A.	----
Reagente padrão primário	----
MR “rastreadável ao NIST”	3,2
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	3,2
Padrão produzido internamente	3,2
Outros	----

Tabela 158: Ensaios de toxicidade aguda - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	87,1
Não responderam	3,2
Não aplicável	3,2
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	----
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	----
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	3,2
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

Tabela 159: Ensaios de toxicidade aguda - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	87,1
Não responderam	3,2
Referência à certificação ISO 9001	3,2
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	6,4

b) Parâmetro: Ensaios de toxicidade crônica

Como pode ser observado na Tabela abaixo, a maioria dos laboratórios respondentes (90,3%) não efetua ensaios de toxicidade crônica.

Tabela 160: MR utilizados nos ensaios de toxicidade crônica

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	90,3
Não aplicável	----
Não utilizam padrão	3,2
Reagente P.A.	----
Reagente padrão primário	----
MR “rastreadável ao NIST”	3,2
MR do NIST	----
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	----
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	3,2
Padrão produzido internamente	----
Outros	----

Tabela 161: Ensaios de toxicidade crônica - Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	90,3
Não responderam	3,2
Não aplicável	----
Não estabeleceu critério de aceitação	----
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado de análise	----
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	----
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	----
Inspeciona o certificado do MR do NIST	3,2
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	----
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	3,2
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	----
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	----

Tabela 162: Ensaios de toxicidade crônica - Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	%
Não analisam este parâmetro	90,3
Não responderam	3,2
Referência à certificação ISO 9001	3,2
Acreditação ISO/IEC 17025	----
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	----
Nenhuma dessas referências	3,2

4.2.2 Apresentação dos resultados consolidados

As Tabelas 163, 164 e 165 apresentam uma consolidação dos resultados de todas as repostas recebidas, para todos os parâmetros. Estão mostrados os percentuais globais, bem como os percentuais por categoria de laboratórios, acreditados, postulantes à acreditação e os participantes da comparação interlaboratorial do Inmetro.

Vale lembrar que alguns laboratórios forneceram duas ou mais respostas à mesma pergunta, o que levou a não considerá-las nos cálculos.

Embora os valores tenham sido calculados considerando todos os parâmetros indistintamente, observa-se que, em média, os laboratórios pesquisados estão testando metade dos parâmetros listados no documento-base do PROLAB. O maior número de parâmetros que um dos laboratórios pode efetuar é 51 (postulante à acreditação); o menor número, é de apenas 1 parâmetro, por um laboratório postulante à acreditação. Dentre os laboratórios acreditados, um declarou não realizar ensaios em 4 parâmetros; no extremo oposto, um deles afirmou não analisar 50 parâmetros.

Quando analisamos todos os laboratórios (primeira coluna), conforme a Tabela 163, dentre os que analisam os parâmetros, a utilização de material de referência “rastreado ao NIST” foi a resposta mais encontrada, seguida do uso de reagente PA. A mesma tendência se verificou para os laboratórios acreditados e postulantes à acreditação. Para os laboratórios participantes do interlaboratorial, ocorreu o contrário.

Um material “rastreado ao NIST” ou a outro organismo semelhante é aceitável, desde que acompanhado de um certificado com as informações essenciais recomendadas pelo ABNT ISO Guia 31, entre elas o valor certificado e uma declaração da sua incerteza. A incerteza atribuída esse material deve incluir a

incerteza do MRC do NIST ou de organismo semelhante, devidamente combinada com as incertezas de todas as medições efetuadas, e deve ser necessariamente maior do que esta.

O certificado do reagente PA não contém informações suficientes para garantir a rastreabilidade apropriada. O reagente padrão primário tem, normalmente, uma pureza maior do que o reagente PA; no entanto, o certificado que o acompanha não contém, na maioria das vezes, as informações apropriadas para garantir a rastreabilidade da medição.

Tabela 163: MR utilizados pelos laboratórios de água

Respostas	Todos %	Acreditados %	Postulantes %	Participantes do Interlaboratorial %
Não analisam este parâmetro	51,0	45,4	59,9	53,2
Não aplicável	4,0	5,4	0,8	5,2
Não utilizam padrão	5,6	4,8	6,3	7,2
Reagente P.A.	11,6	12,3	7,8	16,4
Reagente padrão primário	3,4	4,6	1,9	2,0
MR “rastreável ao NIST”	17,6	23,5	9,5	12,4
MR do NIST	1,6	0,2	4,8	0,0
Culturas microbiológicas com rastreabilidade	1,4	1,4	1,5	1,2
Culturas microbiológicas sem rastreabilidade	0,4	0,4	0,6	0,0
Padrão produzido internamente	2,4	1,2	5,1	1,2
Outros	1,1	0,7	1,7	1,2

De acordo com a Tabela 164, a maioria dos laboratórios de água questionados, respondeu que efetua a inspeção no recebimento do certificado que acompanha o material e verifica a sua adequação ao uso, tanto para material de referência “rastreável ao NIST” ou organismo similar, quanto para o material de referência do NIST ou de organismo similar. Essa tendência se verificou nas três categorias de laboratórios. Dentre os laboratórios participantes do interlaboratorial, observou-se que um número bem maior de laboratórios que não responderam à pergunta, em relação aos acreditados e postulantes.

Dentre os ensaios microbiológicos, há uma proporção bem maior daqueles que inspecionam os certificados que acompanham os materiais em relação àqueles que não inspecionam os certificados, em todas as categorias.

Muito poucos afirmaram não possuir critério de aceitação para os certificados dos materiais de referência. Também observou-se que muito poucos laboratórios declararam encontrar dificuldades para verificar a rastreabilidade dos materiais de referência.

Tabela 164: Critério de aceitação documental dos MR no recebimento

Respostas	Todos %	Acreditados %	Postulantes %	Participantes do Interlaboratorial %
Não analisam este parâmetro	50,0	44,6	59,3	51,8
Não responderam	3,7	1,7	3,8	10,5
Não aplicável	6,9	9,1	4,0	4,7
Não estabeleceu critério de aceitação	0,2	0,0	0,2	0,8
Aceita reagente PA ou padrão primário sem inspecionar no recebimento	2,1	1,4	2,1	4,7
Inspeciona o certificado de análise	15,9	17,9	13,6	12,8
Aceita o MR “rastreadável ao NIST” sem inspecionar no recebimento	2,2	3,7	0,0	1,2
Inspeciona o MR “rastreadável ao NIST”	14,3	17,2	10,5	11,7
Aceita o MR do NIST sem inspecionar no recebimento	0,1	0,1	0,0	0,0
Inspeciona o certificado do MR do NIST	2,7	2,6	4,4	0,0
Aceita culturas microbiológicas sem rastreabilidade	0,4	0,4	0,6	0,0
Aceita somente culturas microbiológicas com rastreabilidade	1,2	1,1	1,5	1,2
Padrão interno, determina o valor da propriedade e incerteza associada.	0,0	0,0	0,0	0,0
Encontra dificuldade em verificar a rastreabilidade	0,2	1,1	0,0	0,8

Conforme a Tabela 165, a maioria dos certificados recebidos pelos laboratórios de água pesquisados não contém, em geral, referência alguma a reconhecimento por terceira parte. Uma proporção bem menor dos laboratórios relata encontrar referência à certificação ISO 9001 - certificação de sistema de gestão da qualidade – que não está relacionada aos requisitos de competência técnica do ABNT ISO Guia 34 ou da ABNT NBR ISO IEC 17025. No entanto, no grupo dos laboratórios postulantes à acreditação, a maior incidência é de certificados com referência à Norma ISO 9001.

Uma proporção pequena afirmou encontrar referência à reconhecimento de terceira parte baseada na Norma ABNT NBR ISO IEC 17025 ou no ISO Guia 34.

Tabela 165: Certificados de MR ou de Análise com acreditação/certificação

Respostas	Todos %	Acreditados %	Postulantes %	Participantes do Interlaboratorial %
Não analisam este parâmetro	49,7	44,4	59,3	50,2
Não responderam	5,2	3,2	7,1	8,3
Referência à certificação ISO 9001	12,7	8,8	22,2	9,0
Acreditação ISO/IEC 17025	1,5	0,8	3,6	0,0
Produtor de MR conforme ISO Guia 34	1,5	0,2	1,0	6,8
Nenhuma dessas referências	29,4	42,6	6,7	25,7

4.3 DISCUSSÕES FINAIS

Como foi visto no Referencial Teórico, na base de dados da COMAR estão cadastrados materiais de referência brasileiros para áreas que não estão relacionadas à água.

Os MR importados são caros e os trâmites alfandegários são complicados e demorados, acarretando por vezes na inutilização do material, pois este chega às mãos do usuário fora da validade.

Numa busca na Internet de produtores de materiais de referência no Brasil, foram encontrados dois produtores, que não estão cadastrados na COMAR, que declaram que os seus produtos apresentam valores de propriedades “rastreadáveis ao NIST”. Um deles mostra exemplos de “boletins de garantia” de padrões primários com informações sobre faixas de tolerância, percentuais mínimos de pureza e limites percentuais máximos de outros elementos contaminantes, informações que não são suficientes para o usuário estabelecer a rastreabilidade de seus ensaios em laboratórios. Um outro produtor mostra exemplos de certificados com os valores de propriedade e a incerteza associada, referenciando ao número do certificado NIST. Os certificados de MR do NIST, que também podem ser obtidos pela Internet, trazem um valor designado certificado e sua incerteza. Quando os valores de incerteza reportados pelo produtor brasileiro e os do NIST são comparados, verifica-se que o primeiro é menor do que o segundo. Por exemplo, no certificado de MR NIST SRM® 3104 a (*Standard Reference Material* – SRM®) é esclarecido que a rastreabilidade a esse SRM® deve ser estabelecida através de uma cadeia ininterrupta de comparações, cada uma com incertezas declaradas; as incertezas atribuídas a padrões rastreáveis devem incluir a incerteza do SRM®, apropriadamente combinada com as incertezas de todas as medições de comparação. Dessa forma, a incerteza declarada pelo produtor brasileiro deve, necessariamente, ser maior do que a do SRM® do NIST.

Quanto a preços, as soluções-tampão de pH do NIST estão em torno de US\$600.00; SRM® para condutividade variam de US\$600.00 a US\$3,500.00; SRM® para espectrometria estão na faixa de US\$300.00 cada, todos preços de catálogo. Procurados preços de materiais nacionais, encontrou-se na Internet referências a preços em um edital de compra de uma empresa estatal, de janeiro de 2005, que adquiriu vários padrões ICP “rastreadáveis ao NIST”, com valores de R\$ 73,00 cada.

Outra alusão a valores, foi encontrada no sítio da Internet do produtor que só atende a pedidos com faturamento mínimo de R\$200,00.

Na apresentação do problema (capítulo 1), foi informado que as dificuldades relacionadas à comercialização de materiais de referência acontecem também em outros países do mundo e que essa situação está sendo objeto de uma pesquisa pelo ISO REMCO, não concluída, para conhecer os problemas no transporte, na importação e exportação, bem como as barreiras ao comércio de materiais de referência.

Diante do exposto, pode-se entender porque os laboratórios brasileiros dão preferência aos materiais nacionais, que têm preços menores e são de mais fácil acesso do que os importados. Mais ainda, existindo uma empresa nacional que absorva os encargos de importação de materiais e produza os materiais necessários para abastecer o mercado brasileiro, os laboratórios certamente irão procurar cada vez menos os produtos importados.

A constatação nesta pesquisa de que são muito poucos os certificados de MR com reconhecimento de terceira parte segundo a ISO IEC 17025 ou ISO Guia 34 - normas que tratam efetivamente da rastreabilidade – pode acarretar em barreiras técnicas. Uma das causas dos certificados não apresentarem reconhecimento de terceira parte pode estar relacionada ao fato do usuário não exigir do produtor o fornecimento de certificados de análise reconhecidos. O usuário (laboratório), por sua vez, também pode não estar sendo exigido pelo organismo de acreditação, Cgcre/Inmetro. O cliente do laboratório, que também é parte interessada no sistema de acreditação de laboratórios, também não é exigente nesse aspecto. A infraestrutura para tratar de materiais de referência (e sua rastreabilidade) no país ainda não é capaz de atender às necessidades dos laboratórios. Sabe-se que, por enquanto, o suprimento das necessidades por materiais de referência na maioria dos países do mundo é precária. Com a ILAC sinalizando um futuro acordo de reconhecimento mútuo para produção de materiais de referência, a Cgcre/Inmetro deve preparar-se para tal, sob o risco de ocorrer uma real defasagem tecnológica.

Para exemplificar, as necessidades futuras para a metrologia química na Europa foram levantadas por King (2000) que publicou um estudo realizado sob o patrocínio do Comitê Regulamentador do Programa de Ensaio e Padrões de Medição da Comissão Européia. As bases para realização do estudo foram que: as medições químicas são um grande negócio; são importantes para a área

regulamentadora, comércio e indústria e propósitos sociais; e, uma proporção significativa de medições químicas são incorretas. As recomendações finais à Comunidade Européia foram:

- Facilitar e encorajar o desenvolvimento de conceitos, modelos e projetos visando estabelecer um sistema de medição química com base metrológica;
- Fornecer suporte ao desenvolvimento de centros de excelência;
- Aproveitar a experiência e conhecimento de grupos que já estão ativos nas suas áreas de atuação;
- Fornecer suporte para educação, treinamento e transferência de tecnologia para difusão do conhecimento metrológico;
- Apoiar a pesquisa de métodos primários de medição;
- Apoiar a produção de MR puros e de matriz;
- Facilitar a organização de comparações internacionais para demonstrar grau de equivalência;
- Facilitar o estabelecimento da rastreabilidade das medições nos laboratórios de ensaios e no chão de fábrica, por comparações interlaboratoriais e com o uso de materiais com valores designados rastreáveis.
- Facilitar o desenvolvimento de estratégias para a estimativa da incerteza de medição e transferência de tecnologia associada.

As recomendações feitas por King (2000) para a Europa, estão consistentes, na sua essência, com os planos brasileiros consolidados no documento Diretrizes Estratégicas para a Metrologia Brasileira 2003-2007. A necessidade de desenvolver a metrologia química no Brasil foi percebida pelo governo, que criou, em 2000, a Divisão de Metrologia Química (DQUIM) no Inmetro, com as atribuições e atividades já mostradas no Referencial Teórico.

Apesar dos esforços de se implementar a metrologia química no país, ficou evidente que ainda há carência de materiais de referência que atendam aos laboratórios de análise de águas. Dessa forma, este estudo propõe práticas para garantir a rastreabilidade, que podem ser adotadas pela Cgcre/Inmetro junto aos laboratórios de águas acreditados e postulantes, nos casos em que materiais de referência certificados não estão disponíveis. As propostas mostradas a seguir são baseadas naquelas apresentadas por Engelhard et al. (2004).

4.4 PROPOSTA DE POLÍTICA A SER ADOTADA PARA GARANTIR, SEMPRE QUE POSSÍVEL, A RASTREABILIDADE DOS RESULTADOS DE ENSAIOS DOS LABORATÓRIOS:

1. Seguir a política de rastreabilidade ao SI estabelecida no documento da Cgcre NIT-DICLA-030;
2. Seguir a política de participação em atividade de ensaio de proficiência estabelecida no documento da Cgcre/Inmetro NIT-DICLA-026;
3. Procurar por MR rastreáveis, quando disponíveis, preferencialmente MRC;
4. Questionar o produtor do RM se tem ou pretende pedir acreditação segundo a ABNT NBR ISO IEC 17025, ou ISO Guia 34, quando disponível, pois um MR de um produtor acreditado reduz custos para o laboratório e facilita a confirmação da rastreabilidade;
5. Definir as incertezas dos resultados e as variáveis do método de ensaio que podem afetar a qualidade do resultado do ensaio. Cuidar para que essas variáveis sejam rastreáveis às unidades do Sistema Internacional de unidades (SI), quando possível;
6. Trabalhar com um método normalizado. Quando não existir, proceder à validação do método;
7. Proceder ao controle da qualidade na implantação do método no laboratório e na sua aplicação na rotina (curva de calibração x resposta, cartas de controle, etc);
8. Proceder às verificações intermediárias de balanças, termômetros, etc.
9. Preparar soluções em frascos calibrados. Proceder a verificações intermediárias com soluções de trabalho;
10. Documentar e monitorar dados históricos coletados para identificação de tendências;
11. Quando do preparo de MR de trabalho no laboratório: assegurar-se que o equipamento está calibrado; monitorar a estabilidade e homogeneidade; documentar procedimentos e os resultados obtidos;
12. Quando não houver MRC: verificar se o certificado de análise recebido com o composto define o tipo de MR (secundário, de trabalho ou se não está declarado); solicitar informação adicional do fornecedor do material sobre estabilidade, homogeneidade, rastreabilidade e incerteza para os valores declarados no certificado de análise;

13. Documentar continuamente todas as informações disponíveis sobre o MR (coletar dados e manter histórico);
14. Nos casos em que nada do que foi recomendado acima puder ser feito, usar o método de ensaio sempre do mesmo modo, com os mesmos materiais e nas mesmas condições, com controles apropriados (particularmente para métodos empíricos).

Como ação adicional, propõe-se a divulgação e promoção do entendimento da terminologia e demais conceitos contidos nos ISO Guias 30 a 35, junto aos laboratórios de ensaios, aos avaliadores de laboratórios e ao corpo técnico pertinente da Cgcre/Inmetro.

Como estratégia futura para proporcionar uma estrutura de rastreabilidade, a Cgcre/Inmetro poderá implantar um programa de acreditação de produtores de materiais de referência.

5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA FUTURAS PESQUISAS

5.1 CONCLUSÕES

Este estudo de caso se restringiu aos laboratórios de análise de águas acreditados e postulantes à acreditação junto à Cgcre/Inmetro, e os participantes de uma comparação interlaboratorial organizada pela Diretoria de Metrologia Científica e Industrial - Dimci/Inmetro, em parceria com a Cgcre/Inmetro. Os parâmetros de ensaios de água, objetos desta pesquisa, são os estabelecidos no Programa Nacional de Acreditação de Laboratórios em Análise da Qualidade da Água (PROLAB), resultado de uma cooperação entre a Agência Nacional de Águas (ANA) e a Cgcre/Inmetro.

O objetivo geral deste trabalho foi diagnosticar as práticas realizadas pelos laboratórios de análise de água quanto ao uso de materiais de referência, com foco a utilização dos mesmos.

Dentre os laboratórios respondentes, observou-se que, em média, os laboratórios pesquisados estão testando metade dos parâmetros listados no documento-base do PROLAB. Nenhum laboratório tem capacidade, no momento, de testar os 52 parâmetros do Programa pesquisados. Somente um postulante à acreditação afirmou não efetuar 2 dos 52 parâmetros. Esse dado sugere que a Cgcre/Inmetro poderá trabalhar em conjunto com a ANA, no sentido de sensibilizar os laboratórios a aumentar o seu escopo de ensaios para efetividade do PROLAB, com ênfase no atendimento às necessidades das regiões do país ou bacias hidrográficas.

A maioria dos laboratórios que analisam os parâmetros do Programa, utilizam materiais de referência “rastreadáveis ao NIST”. Outro grupo de laboratórios utiliza reagente PA. O uso de materiais de referência certificados (MRC), materiais de referência (MR) calibrantes ou materiais de referência para controle da qualidade vai depender da necessidade da aplicação. Os MRC são muito utilizados na validação de métodos. Na maioria das vezes é necessário usar MR com incerteza do conteúdo conhecida. Os métodos pesquisados podem requerer a padronização da solução para titulação ou a construção de uma curva de calibração (MR com incerteza conhecida e estabilidade e homogeneidade adequadas); ou ainda,

materiais de controle da qualidade para verificar a recuperação (MR com estabilidade e homogeneidade adequadas). Certos métodos não requerem materiais de referência químicos.

Os laboratórios responderam, em sua maioria, que inspecionam os certificados e verificam a compatibilidade dos valores de propriedade com o método.

No entanto, grande parte dos certificados que acompanham os materiais de referências não trazem indicação de reconhecimento por organismo independente (de terceira parte). Desse modo, convém que nas avaliações dos laboratórios efetuadas pela Cgcre/Inmetro, o requisito “Aquisição de serviços e suprimentos em laboratório de ensaio” (ABNT NBR ISO/IEC 17025, item 4.6) seja visto, particularmente para materiais de referência.

A garantia de que os materiais de referência adquiridos pelo laboratório são adequados ao uso vai impactar na rastreabilidade da medição. Enquanto a Cgcre/Inmetro, no âmbito da acreditação de laboratórios, não tiver garantia da proveniência da rastreabilidade das medições químicas nos laboratórios de análise de águas ambientais, sugere-se uma “Política a ser adotada para garantir, sempre que possível, a rastreabilidade dos resultados dos ensaios dos laboratórios”. A proposta apresentada no Capítulo 4 visa cobrir uma lacuna existente para as medições químicas, complementando a política para a “Rastreabilidade ao Sistema Internacional de Unidades no credenciamento de laboratórios”, aprovada pela Cgcre/Inmetro em 2003.

Uma questão a ser considerada é que na pesquisa de campo (questionário) utilizou-se termos mais usuais dos laboratórios, como “reagente padrão primário”, “padrão produzido internamente”, “MR ou padrões”. Porém, o termo genérico adotado nos ISO Guias 30 a 35 é “material de referência” e no VIM (1995, item 6.1) a definição de “padrão” inclui material de referência. É uma proposta da pesquisadora que a Cgcre/Inmetro promova a ampliação do entendimento e da discussão dos documentos da ISO entre laboratórios, avaliadores e o corpo técnico pertinente da Cgcre/Inmetro.

Uma última consideração, é que a consolidação de um acordo de reconhecimento mútuo no âmbito da ILAC e a inserção da Cgcre/Inmetro nesse sistema irá contribuir para prover a rastreabilidade aos ensaios químicos e diminuir encargos sobre os laboratórios em demonstrá-la.

Para concluir, esta pesquisa mostrou uma visão geral dos materiais de referência e dos certificados empregados pelos laboratórios de análise de águas ambientais. Foi possível contribuir com propostas de trabalho que balizem a acreditação de laboratórios de ensaios no tema materiais de referência.

5.2 SUGESTÕES PARA FUTURAS PESQUISAS

Este estudo explorou os materiais de referência utilizados por laboratórios de análise de águas ambientais, sob o ponto de vista dos certificados de análise que acompanham os materiais no processo de aquisição. O número de parâmetros de análise de água no escopo do PROLAB exigiu, para este trabalho, o estudo de um leque de técnicas analíticas diversificadas. Por isso, sugere-se novos estudos seguindo a mesma abordagem, visando explorar outras áreas de ensaio como alimentos e bebidas, saúde, controle de dopagem, poluição ambiental, petróleo e derivados, etc.

Em continuidade à pesquisa na área de águas, caberia efetuar estudos prospectivos sobre o impacto econômico do uso de materiais de referência nacionais e importados.

Outra pesquisa de interesse da Cgcre/Inmetro, seria um estudo comparativo entre as práticas utilizadas pelos organismos de acreditação de produtores de materiais de referência, a fim de ressaltar as diferenças e similaridades nas maneiras de operar, contribuindo, assim, para a implementação de um programa brasileiro de acreditação desses produtores.

Finalmente, ressalte-se que a investigação realizada não abordou questionamentos específicos do conteúdo dos certificados dos materiais de referência, como valores de propriedades e incertezas, métodos de ensaio usados na designação dos valores e declaração sobre a estabilidade e homogeneidade e da rastreabilidade, que podem ser objeto de estudos futuros.

BIBLIOGRAFIA

AGÊNCIA NACIONAL DE ÁGUAS - ANA. **A água no Brasil e no Mundo.** Disponível em: <<http://www.ana.gov.br>> . Acesso em: 18 jul. 2005.

_____. **Programa Nacional de Acreditação de Laboratórios em Análises da Qualidade da Água (PROLAB) – Documento Base.** Maio de 2005. Disponível em <<http://www.ana.gov.br>>. Acesso em: 24 ago. 2005.

_____. **Termo de Cooperação Técnica nº 001/2005.** 22 de mar. 2005, publicado no D.O. U. em 30 de mar. 2005.

AMERICAN ASSOCIATION FOR LABORATORY ACCREDITATION - A2LA. **Reference Materials Producer Accreditation.** Disponível em: <<http://www.a2la.org>>. Acesso em: 24 mai. 2006.

_____. **Understanding ISO/IEC 17025: A2LA Specific applications of the standard.** 27 fev. 2006. p.6/16. Disponível em: <<http://www.a2la.org>> . Acesso em: 28 fev.2006

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION; AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION; WATER ENVIRONMENT FEDERATION. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.** 21st Edition, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **ABNT ISO Guia 30: Termos e definições relacionados com materiais de referência.** Rio de Janeiro, 2000. 7p.

_____. **ABNT ISO Guia 31: Materiais de referência – Conteúdo de certificados e rótulos.** Rio de Janeiro, 2004. 8p.

_____. **ABNT ISO Guia 32: Calibração em química analítica e uso de materiais de referência certificados.** Rio de Janeiro, 2000. 7p.

_____. **ABNT ISO Guia 33: Utilização de materiais de referência certificados.** Rio de Janeiro, 2002. 28p.

_____. **ABNT ISO Guia 34: Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência.** Rio de Janeiro, 2004. 25p.

_____. **ABNT NBR ISO/IEC 17000: Avaliação da conformidade – vocabulário e princípios gerais.** Rio de Janeiro, 2005. 18 p.

_____. **ABNT NBR ISO/IEC 17011: Avaliação da conformidade – Requisitos gerais para os organismos de acreditação que realizam acreditação de organismos de avaliação da conformidade.** Rio de Janeiro, 2005. 23 p.

_____. **ABNT NBR ISO/IEC 17025: Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração.** Rio de Janeiro, 2005. 31 p.

_____. **Guia para Expressão da Incerteza de Medição.** Terceira Edição Brasileira do *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement* (ISO GUM). Edição revisada (agosto de 2003). 120p.

_____. **NBR ISO/IEC 9000: Sistemas de gestão da qualidade – Fundamentos e vocabulário.** Rio de Janeiro, 2000. 26p.

AULETE, CALDAS. **Mini dicionário contemporâneo da língua portuguesa.** Rio de Janeiro: Editora Nova Fronteira, 2004. 896p.

BEDNÁŘOVÁ, Martina. **Use of RMs in ISO 17025 accredited laboratories.** Selection and use of RMs Workshop. Geel: Bélgica, Out. 2004.

BELTEST. **Introduction.** Disponível em <<http://www.belac.fgov.be>>. Acesso em: 24 mai. 2006.

BRASIL. **EM/GM/Nº/79 Exposição de Motivos que encaminhou o projeto de Lei para a criação do Inmetro.** 31 de outubro de 1973. Disponível em <<http://www.inmetro.gov.br>> Acesso em: 14 fev. 2006.

_____. Lei nº 5.966, de 11 de Dezembro de 1973. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em: 01 ago. 2005.

_____. Resolução nº 05 do Conselho Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial – Conmetro, de 10 de dezembro de 2003. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em: 14 fev. 2006.

_____. Resolução no 01do Conselho Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial – Conmetro, de 14 de agosto de 2003. **Diretrizes Estratégicas para a Metrologia Brasileira 2003-2007, Documento final aprovado na 24ª. Reunião do Comitê Brasileiro de Metrologia (CBM), em 29 de janeiro de 2003.** . Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em: 01 de agosto de 2005.

_____. CASA CIVIL DA PRESIDÊNCIA DA REPÚBLICA. **Análise e avaliação do papel das agências reguladoras no atual arranjo institucional brasileiro. Relatório do grupo de trabalho interministerial.** Brasília, setembro de 2003. 44p.

_____. **Constituição da República Federativa do Brasil de 1988.** Disponível em: <<http://www.presidencia.gov.br>>. Acesso em: 18 mar.2006.

_____. **Lei nº 9.433, de 8 de janeiro de 1997.** Disponível em: <<http://www.presidencia.gov.br>>. Acesso em: 18 mar.2006.

_____. **Lei nº 9.984, de 17 de julho de 2000.** Disponível em: <<http://www.presidencia.gov.br>>. Acesso em: 18 mar.2006.

_____. **Decreto nº 24.643, de 10 de julho de 1934.** Disponível em: <<http://www.presidencia.gov.br>>. Acesso em: 18 mar.2006.

_____. **Discurso do Presidente da República Fernando Henrique Cardoso, na cerimônia de abertura do seminário "Água, O Desafio do Próximo Milênio" .**

Palácio do Planalto, 27 de julho de 1999. Disponível em: <<http://www.ana.gov.br>> . Acesso em: 09 jul. 2005.

_____. **O que é Agenda 21.** Disponível em <<http://www.mma.gov.br>>. Acesso em 18 mar. 2006.

_____. Resolução no 04 do Conselho Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial – Conmetro, de 02 de dezembro de 2002. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em: 24 ago. 2005.

_____. Conselho Nacional do Meio Ambiente. Resolução no. 357, de 17 de março de 2005. Disponível em: <<http://www.ana.gov.br>> . Acesso em: 11 jul. 2005.

_____. Lei nº 9.933, de 20 de Dezembro de 1999. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em: 01 ago. 2005.

_____. Decreto nº 4.360, de 21 de março de 2003. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em: 01 ago. 2005.

_____. Regimento Interno do Inmetro, anexo à Portaria 116, de 09 de julho de 2003. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em: 11 jan. 2006.

BUREAU INTERNATIONAL DES POIDS ET MESURES - BIPM. **Evolving needs for metrology in trade, industry and society, and the role of the BIPM: a report prepared by the CIPM for the governments of the Member States of the Metre Convention.** Paris, 2003. Disponível em: <<http://www.bipm.fr/en/>>. Acesso em: 06 de dezembro de 2005.

_____. **Members: CCQM Members.** Disponível em: <<http://www.bipm.fr>>. Acesso em: 24 de mai. 2006.

CARDOSO, Wagner; ALBUQUERQUE, Magali T.D.; MOREIRA, Maria Angélica D.; SOUZA, Marcos H.; BARBOZA, Luiz Carlos; KAKUTA, Susana M.; SABOIA, João; SCHERER, Pablo M. **Pesquisa da demanda nacional por serviços tecnológicos. Relatório técnico.** CNI/TECPAR: Rio de Janeiro, 2002. p.51-54. Disponível em: <<http://demanda.ibict.br>>. Acesso em: 28 fev. 2006.

COMAR, THE INTERNATIONAL DATABASE FOR CERTIFIED REFERENCE MATERIALS (CRM). Disponível em: <<http://www.comar.bam.de>>. Acesso em: 05 mar. 2006.

_____. Disponível em <<http://www.comar.bam.de>> . Acesso em 27 fev.2006.

CRM PRODUCERS – Worldwide listing of CRM producers. Disponível em: <<http://www.bam.de/service/datenbank/>>. Acesso em: 27 fev. 2006.

COMPANHIA DE TECNOLOGIA DE SANEAMENTO AMBIENTAL (CETESB). **Histórico da legislação hídrica no Brasil.** Disponível em <http://www.cetesb.sp.gov.br/Agua/rios/gesta_historico.asp>. Acesso em: 18 mar. 2006.

_____. **Variáveis de qualidade das águas.** Disponível em: <<http://www.cetesb.sp.gov.br>>. Acesso em: 08 mai. 2006.

CONFERÊNCIA DAS NAÇÕES UNIDAS SOBRE MEIO AMBIENTE E DESENVOLVIMENTO. **Agenda 21: Capítulo 18 – Proteção da qualidade e do abastecimento dos recursos hídricos: Aplicação de critérios integrados no desenvolvimento, manejo e uso dos recursos hídricos.** Rio de Janeiro, 1992. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br>>. Acesso em: 10 de novembro de 2005.

DAVIES, Paul. **NATA: 50 years experience with accreditation.** Accreditation and Quality Assurance. Springer Verlag, 1996. p.1:240-246.

DE BIÈVRE, Paul. **ON (Certified) Reference Materials.** Accreditation and quality assurance. Springer Verlag, 2006. DOI 10.1007/s00769-005-0072-z.

_____. **The key elements of traceability in chemical measurement: agreed or still under debate?** Accreditation and quality assurance. Springer Verlag, 2000. p. 5:423-428.

_____. **The terms we use and the words we choose: International terminology needed for measurement in chemistry.** CITAC News, 2005. Disponível em: <<http://www.citac.cc>>. Acesso em: 19 mai. 2005.

_____. **Will metrological gaps develop into TBTs?** Accreditation and Quality Assurance. Springer-Verlag, 2001. Vol.6:339.

DE SOUZA, V. **Rastreabilidade das medições em química. Palestra proferida no Seminário Ensaio na Indústria Alimentícia.** Rio de Janeiro, 27 de abril de 2006. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em: 12 mai. 2006.

DIAS, José Luciano de Matos. **Metrologia, normalização e qualidade: aspectos da história da metrologia no Brasil.** Rio de Janeiro: Inmetro, 1998. 292p.

ELLISON, S. L. R.; KING, B.; RÖSSLEIN, M.; SALIT, M.; WILLIAMS, A. (Drafting editors). **EURACHEM/CITAC Guide: traceability in chemical measurement - A guide to achieving comparable results in chemical measurement.** 2003.

EMMONS, Hendrik. **The “RM family” – Identification of all of its members.** Accreditation and quality assurance. Springer Verlag, 2005. DOI 10.1007/s00769-005-0046-z.

EMMONS, Hendrik; FAJGELJ, Ales; VAN DER VEEN, Adriaan; WATTERS, Robert. **New definitions on reference materials.** Accreditation and quality assurance. Springer Verlag, 2006. DOI.1007/s00769-006-0089-9.

ENGELHARD, Tinha; DREAZEN, Orna. **Current best practice for traceability in testing laboratories, when certified reference materials are unavailable.** Accreditation and Quality Assurance. Springer-Verlag, 2004. Vol. 9:397-398.

EUROPEAN CO-OPERATION FOR ACCREDITATION. **EA-1/06: EA multilateral agreement.** 2005. 5 p. Disponível em: <<http://www.european-accreditation.org/>>. Acesso em: 17 fev. 2006.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL – Inmetro. **Manual Barreiras Técnicas às Exportações – O que são e como superá-las.** Rio de Janeiro, 2003. p.16.

_____. **NIT-DICLA-026: Requisitos sobre a participação dos laboratórios de ensaio e de calibração em atividade de ensaio de proficiência.** Rio de Janeiro, 2005. 7p. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em: 18 fev. 2006.

_____. **NIT-DICLA-030: Rastreabilidade ao sistema internacional de unidades no credenciamento de laboratórios.** Rio de Janeiro, 2003. 3p. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em: 18 fev. 2006.

_____. **A metrologia química no Inmetro.** Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em: 09 mar. 2006.

_____. **Manual Barreiras Técnicas às Exportações – O que são e como superá-las.** Rio de Janeiro. 23p.

_____. **Regimento Interno do Inmetro,** anexo à Portaria 116, de 09 de julho de 2003. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em: 18 ago. 2005.

_____. **Vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais da metrologia – VIM.** Duque de Caxias, 1995. 52 p.

_____. **SI Sistema Internacional de Unidades.** 8ª.Edição. Rio de Janeiro, 2003. 116 p. Disponível em <<http://www.inmetro.gov.br>> Acesso em: 04 de setembro de 2005.

_____. **DOQ-CGCRE-003: Orientações sobre calibração e rastreabilidade das medições em laboratórios de calibração e de ensaio.** Rio de Janeiro, outubro de 2003. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em: 27 fev. 2006.

_____. **NIT-DICLA-030: Rastreabilidade ao Sistema Internacional de Unidades no Credenciamento de Laboratórios.** Rio de Janeiro, julho de 2003. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em: 27 fev. 2006.

_____. **Base de dados da Rede Brasileira de Calibração (RBC).** <<http://www.inmetro.gov.br>> . Acesso em: 27 fev. 2006.

_____. **DOQ-CGCRE-016: Seleção e uso de materiais de referência.** Revisão 00, 2005. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em: 05 abr. 2006.

_____. **Versão Brasileira do Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia -VIM**, aprovado pela Portaria Inmetro no. 29, de 10 de março de 1995. Disponível em <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em: 27 fev. 2006.

_____. **Notícias e Eventos: Inmetro e CNPq lançam edital para Programa de Capacitação Científica e Tecnológica.** Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em 20 mai. 2006.

INTERAMERICAN ACCREDITATION COOPERATION - IAAC. **AD-006/05 – 2005-2006 Strategic Business Plan.** 2005. 8 p. Disponível em: <<http://iaac-accreditation.org/>>. Acesso em: 20 fev. 2006.

_____. **AD/009-03: Multilateral recognition arrangement.** 2003. 5 p. Disponível em: <<http://iaac-accreditation.org/>>. Acesso em: 17 fev. 2006.

INTERNATIONAL LABORATORY ACCREDITATION COOPERATION - ILAC. **The ILAC mutual recognition arrangement. Signatories to the ILAC arrangement.** January, 2006. Disponível em: <<http://www.ilac.org>>. Acesso em: 17 fev. 2006.

_____. **ILAC-P5:2004 -Mutual Recognition Arrangement (Arrangement).** 2004. 9p. Disponível em: <<http://www.ilac.org>>. Acesso em: 17 fev. 2006.

_____. **ILAC News.** April, 2004. 32p.

_____. **Resoluções da 8ª Assembléia Geral da ILAC.** Cidade do Cabo, 2004. 5p. Disponível em: <<http://www.ilac.org>>. Acesso em 20 mar. 2006.

_____. **ILAC News.** No. 28, Novembro, 2005. 47p.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION - ISO. **ISO Guide 35: Reference materials – General and statistical principles for certification.** Genebra, 2006. 3ª ed. 64p.

_____. **The role of reference materials: Achieving quality in analytical chemistry.** 2000. Disponível em: <<http://www.iso.org>>. Acesso em: 16 mai. 2005.

_____. **ISO/REMCO Committee on reference materials.** Disponível em: <<http://www.iso.org>>. Acesso em: 13 mar. 2006.

KAARLS, Robert. **Metrology in Chemistry: a rapidly developing infrastructure by CCQM.** CITAC News, February 2005, 24p. Disponível em: <<http://www.citac.cc>>. Acesso em: 19 de maio de 2005.

KIND, Dieter e LÜBBIG, Heinz. **Metrology - the present meaning of a historical term.** Metrologia, Paris: BIPM. n.40, 2003. p. 255-257.

KING, Bernard. **Metrology in chemistry: Part I. Current activities in Europe.** Accreditation and Quality Assurance. Springer-Verlag, 2000. Vol.5:173-179.

_____. **Metrology in chemistry: Part II. Future requirements in Europe.** Accreditation and Quality Assurance. Springer-Verlag, 2000. Vol.5:266-271.

MAJCEN, Nineta. **Towards an ISO REMCO guide on Quality Control Materials**. 119th AOAC International Annual Meeting and Exposition. September 2005, Orlando, Florida, Estados Unidos. Disponível em: <<http://isotc.iso.org>> Acesso em: 03 fev. 2006.

MOSCATI, Giorgio. **As bases científicas da metrologia e vice-versa**. Metrologia & Instrumentação. Ano 4, No. 36. Junho/julho, 2005. p. 6-15.

NATIONAL ASSOCIATION FOR TESTING AUTHORITIES - NATA. **Types of accreditation: Reference materials producer accreditation**. Disponível em: <<http://www.nata.asn.au>>. Acesso em: 24 mai. 2006.

NOVAES, Eduardo Sales. **Antecedentes (Agenda 21)**. Disponível em: <<http://www.mre.gov.br/cdbrasil/itamaraty/web/port/meioamb/agenda21/anteced/index.htm>>. Acesso em: 18 mar. 2006.

ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS (ONU). **Declaração Universal dos Direitos da Água. 1992**. Disponível em: <<http://www.cetesb.sp.gov.br>>. Acesso em: 09 jul. 2005.

PAPADAKIS, I. e DE BIÈVRE, P. **Proposed terms for metrology in chemistry**. Accreditation and Quality Assurance. Springer Verlag, 1997. p.2:347.

PAPADAKIS, I.; WEGSCHEIDER, W. **CITAC Position Paper: Traceability in chemical measurement**. Accreditation and Quality Assurance. Springer Verlag, 2000. p.5:388-389.

PARKANY, Michael; KLICH, Harry; RASBERRY, Stanley. **REMCO, the ISO Council Committee on Reference Materials – its first 25 years**. Accreditation and quality assurance. Springer Verlag, 2001. 6:226-235.

PEARSALL, Judy (Editor). **New Oxford Dictionary of English**. New York: Oxford University Press Inc. 2001. p.1962. 2160 p.

PHILIPSON, Agnete. **Guide to the concept and practical application of Articles 28-30EC**. European Commission, Internal Market DG: January 2001. Disponível em: <europa.eu.int/comm/enterprise/regulation/goods/docs/art2830/guideart2830_en.pdf>. Acesso em: 02 fev. 2006.

QUINN, Terry. **The Metre Convention and world-wide comparability of measurement results**. Accreditation and Quality Assurance. Springer Verlag, 2004 Vol.9 p.533-538.

RODITI, Itzhak. **Dicionário Houaiss de Física**. 1ª. Edição, Rio de Janeiro: Ed. Objetiva, 2005. p. 150. 248p.

SALLES-FILHO, S.L.M. **Política de Ciência e Tecnologia no I PND**. Revista Brasileira de Inovação. FINEP/MCT: Volume 1, número 2, Jul-Dez 2002, p.397-419. Disponível em: <<http://www.finep.gov.br>>. Acesso em: 14 fev. 2006.

SILVA, Ireneu da. **História dos Pesos e Medidas**. São Carlos: EdUFSCar, 2004. p. 129. 190p.

SOARES, Maurício. A.; COSTA, Heder. G.. **Acordos de reconhecimento mútuo na acreditação de laboratórios**. XI SIMPEP: Bauru, SP, Brasil, 2004. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em: 02 fev. 2006.

STUART, M.; SQUIRRELL, A; BESLEY, L. **Reference material requirements for laboratories and the role of accreditation bodies**. Accreditation and quality assurance. Springer Verlag, 2004. 9:209-215.

TEIXEIRA, Maria Emília.P.; BRASIL, Andréa. R. **Guia de formatação de monografias, dissertações e teses. Baseado nas normas da ABNT**. Niterói: LATEC/UFF, 2005. 43 p.

THE IAEA DATABASE OF NATURAL MATRIX REFERENCE MATERIALS. Disponível em: <<http://www-naweb.iaea.org>>. Acesso em: 27 fev. 2006.

UNGER, Peter S.. **The ILAC Arrangement – Part I**. Accreditation and Quality Assurance. Springer Verlag, 2001. p. 6:521-522.

UNITED STATES DEPARTMENT OF AGRICULTURE (USDA). **The United Nations World Summit on Sustainable Development**. 2002 Disponível em: <<http://www.usda.gov/sustainable/background.htm>>. Acesso em: 18 mar.2006.

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY – EPA. **Test methods: SW-846 on line**. Disponível em: <<http://www.epa.gov>>. Acesso em: 30 abr. 2006.

VAN DE LEEMPUT, P. **IEO/IEC 17025:1999 – The new standard for laboratories**. Accreditation and Quality Assurance. Springer Verlag, 2000. p.5:394-397.

VAN DER VEEN, Adriaan. **The role of reference materials**. Escola Avançada de Metrologia em Química. Inmetro, Brasil, 2003. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br>>. Acesso em: 01 ago. 2005.

VERGARA, Sylvia Constant. **Projetos e Relatórios de Pesquisa em Administração**. 6^a. ed. S.Paulo: Atlas, 2005.

WALLARD, Andrew. **Traceability issues in measurement**. Accreditation and quality assurance. Springer Verlag, 2003. p. 8:319-322.

WALSH, Máire C. **Revision of ISO Guide 25**. Accreditation and Quality Assurance. Springer Verlag, 1999. p.4:365-368.

YIN, Robert K. **Estudo de Caso: planejamento e métodos**. 3^a. ed. Porto Alegre: Bookman, 2005.

APÊNDICE A

PESQUISA JUNTO AOS LABORATÓRIOS ANALÍTICOS DA QUALIDADE DE ÁGUA SOBRE A UTILIZAÇÃO DE MATERIAIS DE REFERÊNCIA (MR)

Mestrado em Sistemas de Gestão UFF/LATEC		
Mestranda: Suzana Saboia de Moura - E-mail: ssmoura@inmetro.gov.br - Tel: 21-2563.2773		
Todas as informações obtidas nesta pesquisa serão tratadas de maneira confidencial.		
Propósito: Conhecer os materiais de referência(MR) ou padrões utilizados nas análises de águas superficiais, quanto aos parâmetros listados na Resolução CONAMA 357, de 17/03/2005, e definidos como prioritários no Programa Nacional de Acreditação de Laboratórios em Análises da Qualidade da Água (PROLAB).		

Entrevistados: Laboratórios acreditados e postulantes à acreditação pela Cgcre/Inmetro, preferencialmente no escopo de água, e laboratórios que participaram dos Seminários regionais coordenados pela Agência Nacional de Águas (ANA).

Instruções para o preenchimento: As opções de respostas são, quase todas, fechadas. São quatro perguntas com um total de 27 opções de respostas para cada parâmetro. Em cada célula aparecerá um quadro com as possíveis respostas numeradas para cada pergunta. O questionário deverá ser respondido com os números correspondentes. As respostas também estão detalhados na Pasta "Perguntas", caso queira imprimir.

Favor responder a pesquisa diretamente à Mestranda até 20 de dezembro de 2005, para o e-mail ssmoura@inmetro.gov.br

Definição de material de referência (MR) aprovada pelo ISO/REMCO, em abril de 2005.

Reference material (RM) - Material, sufficiently homogeneous and stable with respect to one or more specified properties, which has been established to be fit for its intended use in a measurement process.

Tradução da pesquisadora:

Material de referência (MR) - Material, suficientemente homogêneo e estável no que se refere a uma ou mais propriedades especificadas, o qual foi estabelecido como adequado ao uso pretendido para um processo de medição.

Parâmetros físico-químicos e químicos	BLOCO A	BLOCO B	BLOCO C
	Materiais de Referência (MR) utilizados como padrão nas análises/ensaios dos parâmetros: Assinale a opção MAIS FREQUENTE.	Qual o critério adotado para aceitação documental do(s) MR ou padrão(ões) no recebimento? Assinale a opção MAIS FREQUENTE.	Nos Certificados de MR ou de Análise, qual o tipo de certificação/ acreditação por organização independente (de terceira parte) são encontradas: Assinale a opção MAIS FREQUENTE.
1	pH		
2	Oxigênio dissolvido (OD)		
3	Condutividade elétrica		
4	Temperatura da água		
5	Turbidez		
6	Cor verdadeira e aparente		
7	Sólidos em suspensão totais		
8	Sólidos dissolvidos totais		
9	Sólidos sedimentáveis		
10	Fósforo total		
11	Nitrogênio amoniacal total		
12	Nitrogênio Kjeldhal total		
13	Nitrito		
14	Nitrato		
15	Óleos e graxas		
16	Cálcio		
17	Magnésio		
18	Dureza		

Parâmetros indicadores de matéria orgânica

	Materiais de Referência (MR) utilizados como padrão nas análises/ensaios dos parâmetros: Assinale a opção MAIS FREQUENTE.	Qual o critério adotado para aceitação documental do(s) MR ou padrão(ões) no recebimento? Assinale a opção MAIS FREQUENTE.	Nos Certificados de MR ou de Análise, qual o tipo de certificação/ acreditação por organização independente (de terceira parte) são encontradas: Assinale a opção MAIS FREQUENTE.
19	Carbono orgânico total (COT)		
20	DBO _(5,20)		
21	DQO		

Parâmetros biológicos

	Materiais de Referência (MR) utilizados como padrão nas análises/ensaios dos parâmetros: Assinale a opção MAIS FREQUENTE.	Qual o critério adotado para aceitação documental do(s) MR ou padrão(ões) no recebimento? Assinale a opção MAIS FREQUENTE.	Nos Certificados de MR ou de Análise, qual o tipo de certificação/ acreditação por organização independente (de terceira parte) são encontradas: Assinale a opção MAIS FREQUENTE.
22	Coliformes totais		
23	Coliformes termotolerantes		
24	<i>Escherichia coli</i>		
25	Densidade de Cianobactérias		
26	Clorofila <i>a</i>		

Elementos e substâncias potencialmente prejudiciais				
		Materiais de Referência (MR) utilizados como padrão nas análises/ensaios dos parâmetros: Assinale a opção MAIS FREQUENTE.	Qual o critério adotado para aceitação documental do(s) MR ou padrão(ões) no recebimento? Assinale a opção MAIS FREQUENTE.	Nos Certificados de MR ou de Análise, qual o tipo de certificação/ acreditação por organização independente (de terceira parte) são encontradas: Assinale a opção MAIS FREQUENTE.
27	Metais (*)			
28	Alumínio dissolvido			
29	Arsênio total			
30	Bário total			
31	Cianeto livre			
32	Cloreto total			
33	Cloro Residual Total			
34	Cromo Total			
35	Fenóis totais			
36	Ferro dissolvido			
37	Fluoreto total			
38	Mercúrio total			
39	Selênio total			
40	Sulfeto			
41	Sulfato total			
42	Subst.tensoativas			
43	Agro-tóxicos	Organo-clorados		
44		Organo-fosforados		
45		Fenoxi-ácidos		
46		Outras classes		
47	H P A			
48	Bifenilas Policloradas (PCBs)			
49	Dioxinas			

Parâmetros biológicos e microbiológicos			
	Materiais de Referência (MR) utilizados como padrão nas análises/ensaios dos parâmetros: Assinale a opção MAIS FREQUENTE.	Qual o critério adotado para aceitação documental do(s) MR ou padrão(ões) no recebimento? Assinale a opção MAIS FREQUENTE.	Nos Certificados de MR ou de Análise, qual o tipo de certificação/ acreditação por organização independente (de terceira parte) são encontradas: Assinale a opção MAIS FREQUENTE.
50	Cianotoxinas		
51	Ensaio de toxicidade aguda		
52	Ensaio de toxicidade crônica		

Comentários adicionais que desejar fazer:

(*) Cd total, Pb total, Co total, Cu dissolvido, Ni total, Ag total, Zn total

APÊNDICE B

Requisitos de rastreabilidade referentes a materiais de referência, de acordo com o SMEWW ou US EPA

Parâmetro	Método do SMEWW 21 ^a . Ed. / EPA	Requisitos quanto a materiais de referência (MR)
pH	4500 H ⁺ B. Método eletrométrico	Soluções tampão do NIST
Oxigênio dissolvido (OD)	4500-O. Métodos iodométricos 4500-O. Método eletrométrico	Padronização de solução para titulação Calibração com amostra contendo OD conhecido, determinado por métodos iodométricos
Condutividade elétrica	2510 B. Medição em laboratório (condutivímetro)	Calibração com solução padrão
Temperatura	2550 B. Medição em campo e em laboratório	Não requer uso de MR.
Turbidez	2130 B. Nefelométrico	Suspensão padrão de referência Resultados de turbidez expressos em NTU (unidades de turbidez nefelométrica).
Cor	2120 B. Comparação visual 2120 C. Método espectrofotométrico - método utilizando único comprimento de onda – Proposta 2120 D. Método espectrofotométrico utilizando vários comprimentos de onda. 2120 E . Método espectrofotométrico do tristímulus 2120 F. Método espectrofotométrico do ADMI	- Soluções coloridas de concentrações Recomenda-se relatar também o pH, pois a cor é muito sensível às suas alterações; ou - Uso de discos de vidro coloridos devidamente calibrados. Solução padrão de cor Requer medições de pH. Requer medições de pH. Requer medições de pH Curva de calibração Requer medições de pH
Sólidos em suspensão totais	2540 D. Sólidos em suspensão totais secos a 103-105°C	Não requer uso de MR.
Sólidos dissolvidos totais	2540 C. Sólidos dissolvidos totais secos a 180°C	Não requer uso de MR.
Sólidos sedimentáveis	2540 F. Sólidos sedimentáveis Método do cone Imhoff 2540 F. Método gravimétrico	Resultado depende do método. Não requer uso de MR. Não requer uso de MR.

**Requisitos de rastreabilidade referentes a materiais de referência,
de acordo com o SMEWW ou US EPA**

Parâmetro	Método do SMEWW 21^a. Ed. / EPA	Requisitos quanto a materiais de referência (MR)
Fósforo	4500-P C. Colorimétrico (vanádio)	Curva de calibração e medição de pH.
	4500-P D. Método do cloreto de estanho	Curva de calibração.
	4550-P E. Método do ácido ascórbico	Curva de calibração.
	4550-P F. Método do ácido ascórbico automatizado	Curva de calibração.
	4550-P G. Método de análise por injeção de fluxo	Curva de calibração.
	4550-P H. Método de análise por injeção de fluxo e digestão manual	Curva de calibração.
	4550-P I. Método de análise por injeção de fluxo e digestão automática	Curva de calibração
Nitrogênio amoniacal	4500-NH ₃ B. Destilação preliminar	Medições de pH.
	4500-NH ₃ C. Método titrimétrico	Titulação. Requer padronização com solução padrão
	4500-NH ₃ D. Método do eletrodo seletivo de amônia	Curva de calibração. Medição de pH.
	4500-NH ₃ E. Método do eletrodo seletivo com adição conhecida	Curva de calibração. Medição de pH
	4500-NH ₃ F. Método do fenato	Curva de calibração
	4500-NH ₃ G. Método do fenato automático	Curva de calibração
	4500-NH ₃ H. Análise por injeção de fluxo	Curva de calibração
Nitrogênio Kjeldahl total	4500-N _{org} B. Método Kjeldahl macro	Titulação ou curvas de calibração.
	4500-N _{org} C. Método Kjeldahl semi-micro	Medição de pH. Curva de calibração ou titulação.
	4500-N _{org} D. Digestão em bloco e Análise por injeção de fluxo	Medição de pH. Curva de calibração.
Nitrito	4500-NO ₂ B. Método colorimétrico	Medição de pH. Titulação. Curva de calibração.

**Requisitos de rastreabilidade referentes a materiais de referência,
de acordo com o SMEWW 21ª. Ed. / EPA**

Parâmetro	Método do SMEWW 21ª. Ed. / EPA	Requisitos quanto a materiais de referência (MR)
Nitrato	4500-NO ₃ B. Método espectro-fotométrico UV	Curva de calibração
	4500-NO ₃ D. Eletrodo de nitrato	Medição de pH. Curva de calibração.
	4500-NO ₃ E. Método da redução de cádmio	Medição de pH. Curva calibração.
	4500-NO ₃ F. Método automatizado da redução de cádmio	Medição de pH. Curva calibração.
	4500-NO ₃ H. Método automatizado da redução de hidrazina	Padrões de calibração. Curva calibração.
	4500-NO ₃ I. Método da redução de cádmio por injeção de flúxo	Curva de calibração.
Óleos e graxas	5520 B. Método da partição gravimétrico	O resultado depende do tipo de solvente. Padrões para verificar a recuperação
	5520 C. Método da partição por infravermelho	Requer preparo de óleo de referência e faz curva de calibração.
	5520 D. Método da extração Soxhlet	O resultado depende do tipo de solvente.
	5520 E. Método da extração para lama	O resultado depende do tipo de solvente.
	5520 F. Hidrocarbonetos	O resultado depende do tipo de solvente. Padrões para verificar a recuperação
	5520G Método da partição gravimétrico, fase sólida	Padrões para verificar a recuperação
Cálcio	3500-Ca B. Método titrimétrico	Titulação. Requer padronização da solução.
Magnésio	3500-Mg B. Método do cálculo	Determinado indiretamente por diferença entre dureza total e dureza devida ao cálcio.
Dureza	2340 B. Dureza calculada	Calculada a partir da soma de concentrações de cálcio e magnésio.
	2340 C. Método titrimétrico do EDTA	Titulação. Requer padronização
DBO_(5,20)	5210 B. Teste de DBO de 5 dias	Medição de pH. Remete à determinação de Oxigênio Dissolvido (OD), seja pelo método iodométrico, seja pelo eletrométrico.
	5210 C. Teste de DBO completo (final)	Remete à determinação de Oxigênio Dissolvido (OD).
	5210 D. Método respirométrico	Requer ajuste de pH.

**Requisitos de rastreabilidade referentes a materiais de referência,
de acordo com o SMEWW ou US EPA**

Parâmetro	Método do SMEWW 21^a. Ed. / EPA	Requisitos quanto a materiais de referência (MR)
DQO	5220 B. Método do refluxo aberto 5220 C. Método titrimétrico. Refluxo fechado.	Titulação. Requer padronização de solução. Titulação. Requer padronização de solução.
Coliformes totais	9221 B – Coliformes totais pela técnica de fermentação em tubos 9221 B - Estimativa da densidade bacteriana (tubos múltiplos); 9221 D – P-A (presença-ausência para grupo coliforme; 9222 B – Coliformes totais pela técnica da membrana filtrante 9223 B Coliformes pelo técnica do substrato enzimático	Culturas: (+) Escherichia coli e Enterobacter aerogenes (-) Staphylococcus aureus e Pseudomonas sp. .
Coliformes termotolerantes	9221 E – Coliforme fecal (tubos múltiplos) 9222 D – Coliforme fecal pela técnica da membrana filtrante	Culturas: (+) E. coli (-) E. aerogenes e Streptococcus faecalis
Escherichia coli	9221 F – Escherichia coli (tubos múltiplos) (proposed) 9223 B Coliformes pela técnica do substrato enzimático	Culturas: (+) E. coli (-) E. aerogenes
Alumínio dissolvido	Métodos 3110, 3120 e 3125 3500-Al B. Método da R cianina eriocromo	Curva de calibração.
Arsênio total	Métodos 3110, 3120 e 3125 3500-As B. Método do ditiocarbamato de prata	Curva de calibração.
Bário total	Métodos 3110, 3120 e 3125	Curva de calibração.
Cromo total	Métodos 3110, 3120 e 3125 3500-Cr B. Método colorimétrico 3500-Cr C. Método cromatográfico	Curva de calibração. Curva de calibração. Curva de calibração

**Requisitos de rastreabilidade referentes a materiais de referência,
de acordo com o SMEWW ou US EPA**

Parâmetro	Método do SMEWW 21^a. Ed. / EPA	Requisitos quanto a materiais de referência (MR)
Metais em geral	3110 Espectrometria de absorção atômica de chama: 3111 B. Método da chama direta de ar-acetileno 3111 C. Método da chama de ar-acetileno / extração 3111 D. Método da chama direta de acetileno-óxido nitroso 3111 E. Método da chama de acetileno-óxido nitroso/ extração 3112 A. Espectrometria de absorção atômica de vapor frio 3113 B. Espectrometria de absorção atômica eletrotérmica 3120 Espectrometria de emissão de plasma: 3120 B. Método da indução de plasma acoplado (ICP) 3125 B. Método ICP/MS	Curva de calibração Medição de pH. Curva de calibração. Curva de calibração. Curva de calibração. Curva de calibração. Curva de calibração.
Chumbo, cádmio e zinco	3130 B. Determinação de Pb, Cd e Zn	Padrão de calibração.
Chumbo	3500-Pb B. Método da ditizona (colorimétrico)	Medição de pH. Curva de calibração.
Cobre	3500-Cu B. Método da neocuproína	Curva de calibração.
	3500-Cu C. Método da batocuproína	Curva de calibração.
Ferro dissolvido	Métodos 3110 e 3120	Curva de calibração.
	3500- Fe B. Método da fenantrolina (colorimétrico)	Curva de calibração.
Mercúrio total	Métodos 3110 e 3125 (AA e ICP/MS)	Curvas de calibração.

**Requisitos de rastreabilidade referentes a materiais de referência,
de acordo com o SMEWW ou US EPA**

Parâmetro	Método do SMEWW 21^a. Ed.	Requisitos de rastreabilidade (materiais de referência)
Selênio total	Métodos 3113 B, 3120 e 3125	Curva de calibração.
	3114 B. Espectrometria de absorção atômica / geração de hidreto manual	Curva de calibração.
	3114 C. Espectrometria de absorção atômica / geração contínua de hidreto	Curva de calibração.
	3500-Se C. Método colorimétrico	Medição de pH. Curva de calibração.
	3500-Se D. Determinação de selênio volátil	Curva de calibração. (remete aos métodos 3114 B e C e 3500-Se C.)
	3500-Se E. Determinação de compostos de selênio não voláteis	Medição de pH. Curva de calibração (remete aos métodos 3114 B e C e 3500-Se C)

**Requisitos de rastreabilidade referentes a materiais de referência,
de acordo com o SMEWW ou US EPA**

Parâmetro	Método do SMEWW 21^a. Ed.	Requisitos de rastreabilidade (materiais de referência)
Cianeto livre	4500-CN ⁻ D. Método titrimétrico	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-CN ⁻ E. Método colorimétrico	Curva de calibração.
	4500-CN ⁻ F. Método do eletrodo seletivo de cianeto.	Curva de calibração ou titulação (remete aos ensaios 4500-CN ⁻ D, E e F)
	4500-CN ⁻ G. Cianetos suscetíveis à cloração após destilação	Curva de calibração ou titulação (remete aos ensaios 4500-CN ⁻ D, E e F)
	4500-CN ⁻ H. Cianetos suscetíveis à cloração sem destilação.	Curva de calibração ou titulação (remete ao ensaio 4500-CN ⁻ D, E e F).
	4500-CN ⁻ I. Cianeto dissociável em meio ácido fraco	Curva de calibração (remete aos ensaios 4500-CN ⁻ D, E e F).
	4500-CN ⁻ J. Cloreto de cianogênio	Curva de calibração
	4500-CN ⁻ K. Varredura de amostra para verificar presença de cianeto suscetível à cloração.	Não requer MR.
	4500-CN ⁻ L. Cianatos – ensaio de amônia (forma hidrolisada dos cianatos)	Curva de calibração (remete aos ensaios 4500-NH ₃ E (eletrodo ion seletivo) e 4500-NH ₃ F (fenato))
	4500-CN ⁻ M. Tiocianato	Curva de calibração.
	4500-CN ⁻ N. Cianeto total após destilação, por injeção de fluxo.	Curva de calibração.
	4500-CN ⁻ O. Cianeto total e cianeto dissociável em meio ácido fraco por injeção de fluxo.	Curva de calibração.
Cloreto	4500-Cl ⁻ B. Método argentométrico	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-Cl ⁻ C. Método do nitrato de mercúrio	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-Cl ⁻ D. Método potenciométrico	Titulação Requer padronização de solução.
	4500-Cl ⁻ E. Método do ferrocianeto automatizado	Curva de calibração.
	4500-Cl ⁻ G. Análise por injeção de fluxo de tiocianato de mercúrio	Curva de calibração.

**Requisitos de rastreabilidade referentes a materiais de referência,
de acordo com o SMEWW ou US EPA**

Parâmetro	Método do SMEWW 21^a. Ed.	Requisitos de rastreabilidade (materiais de referência)
Cloro residual	4500-Cl B. Método iodométrico I	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-Cl C. Método iodométrico II	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-Cl D. Método da titulação amperométrica.	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-Cl E. Método da titulação amperométrica de nível baixo	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-Cl F. Método titrimétrico DPD ferroso	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-Cl G. Método DPD colorimétrico	Curva de calibração.
	4500-Cl H. Método FACTS (colorimetria)	Curva de calibração.
	4500-Cl I. Método iodométrico do eletrodo	Medição de pH. Curva de calibração.
Fenóis totais	5530 C. Método da extração por clorofórmio (fotométrico)	Curva de calibração.
	5530 D. Método fotométrico direto	Curva de calibração.
Fluoreto total	4500-F ⁻ C. Método do eletrodo de íon seletivo	Medição de pH. Curva de calibração.
	4500-F ⁻ D. Método SPADNS (colorimetria)	Curva de calibração.
	4500-F ⁻ E. Método complexométrico	Curva de calibração.
	4500-F ⁻ F. Método do eletrodo de íon seletivo por fluxo de injeção.	Curva de calibração.
Sulfeto	4500-S ²⁻ D. Método do azul de metileno. (fotometria)	Curva de calibração.
	4500-S ²⁻ E. Método do azul de metileno automatizado	Curva de calibração.
	4500-S ²⁻ F. Método iodométrico	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-S ²⁻ G. Método do eletrodo de íon seletivo	Curva de calibração. Medição de pH.
	4500-S ²⁻ I. Destilação, Análise por injeção de fluxo de azul de metileno.	Curva de calibração.

**Requisitos de rastreabilidade referentes a materiais de referência,
de acordo com o SMEWW ou US EPA**

Parâmetro	Método do SMEWW 21ª. Ed.	Requisitos de rastreabilidade (materiais de referência)
Sulfato total	4500-SO ₄ ²⁻ C. Método gravimétrico com ignição do resíduo.	Não requer MR.
	4500-SO ₄ ²⁻ D. Método gravimétrico com secagem do resíduo.	Não requer MR.
	4500-SO ₄ ²⁻ E. Método turbidimétrico	Curva de calibração.
	4500-SO ₄ ²⁻ F. Método do azul metiltimol automático	Curva de calibração.
	4500-SO ₄ ²⁻ G. Análise por injeção de fluxo de azul de metiltimol	Curva de calibração.
Substâncias tensoativas	5540 C. Surfactantes aniônicos como MBAS	Curva de calibração.
	5540 D. Surfactantes não iônicos como CTAS	Curva de calibração.
Agrotóxicos organoclorados	6630 B. Método de cromatografia gasosa com extração líquido-líquido (método I) Agrotóxicos organoclorados + PCB's Detetor de captura de elétrons	Curva de calibração com padrões de agrotóxicos organoclorados
	6630 C. Método de cromatografia gasosa com extração líquido-líquido (método II) Agrotóxicos organoclorados + PCB's Detetor de captura de elétrons	Curva de calibração com padrões de agrotóxicos organoclorados
	6630 D. Cromatografia gasosa com extração líquido-líquido acoplada a espectrometria de massa	Requer materiais-padrão puros ou soluções certificadas para calibração.
Agrotóxicos organofosforados	EPA 8141 A Cromatografia gasosa – técnica da coluna capilar	Curva de calibração
Agrotóxicos fenoxi-ácidos	6640 B. Método de cromatografia gasosa com extração líquido-líquido (micro)	Calibração com MR.
Hidrocarbonetos aromáticos polinucleares (H P A)	6440 B. Cromatografia líquida com extração líquido-líquido	Curva de calibração.
	6410 B. Cromatografia gasosa com extração líquido-líquido acoplada a espectrometria de massa	Requer materiais-padrão puros ou soluções certificadas para calibração.

**Requisitos de rastreabilidade referentes a materiais de referência,
de acordo com o SMEWW 21ª. Ed.**

Parâmetro	Método do SMEWW 21ª. Ed.	Requisitos de rastreabilidade (materiais de referência)
Cianeto livre	4500-CN ⁻ D. Método titrimétrico	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-CN ⁻ E. Método colorimétrico	Curva de calibração.
	4500-CN ⁻ F. Método do eletrodo seletivo de cianeto.	Curva de calibração ou titulação (remete aos ensaios 4500-CN ⁻ D, E e F)
	4500-CN ⁻ G. Cianetos suscetíveis à cloração após destilação	Curva de calibração ou titulação (remete aos ensaios 4500-CN ⁻ D, E e F)
	4500-CN ⁻ H. Cianetos suscetíveis à cloração sem destilação.	Curva de calibração ou titulação (remete ao ensaio 4500-CN ⁻ D, E e F).
	4500-CN ⁻ I. Cianeto dissociável em meio ácido fraco	Curva de calibração (remete aos ensaios 4500-CN ⁻ D, E e F).
	4500-CN ⁻ J. Cloreto de cianogênio	Curva de calibração
	4500-CN ⁻ K. Varredura de amostra para verificar presença de cianeto suscetível à cloração.	Não requer MR.
	4500-CN ⁻ L. Cianatos – ensaio de amônia (forma hidrolisada dos cianatos)	Curva de calibração (remete aos ensaios 4500-NH ₃ E (eletrodo ion seletivo) e 4500-NH ₃ F (fenato)
	4500-CN ⁻ M. Tiocianato	Curva de calibração.
	4500-CN ⁻ N. Cianeto total após destilação, por injeção de fluxo.	Curva de calibração.
	4500-CN ⁻ O. Cianeto total e cianeto dissociável em meio ácido fraco por injeção de fluxo.	Curva de calibração.
Cloreto	4500-Cl ⁻ B. Método argentométrico	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-Cl ⁻ C. Método do nitrato de mercúrio	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-Cl ⁻ D. Método potenciométrico	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-Cl ⁻ E. Método do ferrocianeto automatizado	Curva de calibração.
	4500-Cl ⁻ G. Análise por injeção de fluxo de tiocianato de mercúrio	Curva de calibração.

**Requisitos de rastreabilidade referentes a materiais de referência,
de acordo com o SMEWW ou US EPA**

Parâmetro	Método do SMEWW 21^a. Ed.	Requisitos de rastreabilidade (materiais de referência)
Cloro residual	4500-Cl B. Método iodométrico I	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-Cl C. Método iodométrico II	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-Cl D. Método da titulação amperométrica.	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-Cl E. Método da titulação amperométrica de nível baixo	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-Cl F. Método titrimétrico DPD ferroso	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-Cl G. Método DPD colorimétrico	Curva de calibração.
	4500-Cl H. Método FACTS (colorimetria)	Curva de calibração.
	4500-Cl I. Método iodométrico do eletrodo	Medição de pH. Curva de calibração.
Fenóis totais	5530 C. Método da extração por clorofórmio (fotométrico)	Curva de calibração.
	5530 D. Método fotométrico direto	Curva de calibração.
Fluoreto total	4500-F ⁻ C. Método do eletrodo de íon seletivo	Medição de pH. Curva de calibração.
	4500-F ⁻ D. Método SPADNS (colorimetria)	Curva de calibração.
	4500-F ⁻ E. Método complexométrico	Curva de calibração.
	4500-F ⁻ F. Método do eletrodo de íon seletivo por fluxo de injeção.	Curva de calibração.
Sulfeto	4500-S ²⁻ D. Método do azul de metileno. (fotometria)	Curva de calibração.
	4500-S ²⁻ E. Método do azul de metileno automatizado	Curva de calibração.
	4500-S ²⁻ F. Método Iodométrico	Titulação. Requer padronização de solução.
	4500-S ²⁻ G. Método do eletrodo de íon seletivo	Curva de calibração. Medição de pH.
	4500-S ²⁻ I. Destilação, Análise por injeção de fluxo de azul de metileno.	Curva de calibração.

**Requisitos de rastreabilidade referentes a materiais de referência,
de acordo com o SMEWW ou US EPA**

Parâmetro	Método do SMEWW 21^a. Ed. / EPA	Requisitos quanto a materiais de referência (MR)
Sulfato total	4500-SO ₄ ²⁻ C. Método gravimétrico com ignição do resíduo.	Não requer MR.
	4500-SO ₄ ²⁻ D. Método gravimétrico com secagem do resíduo.	Não requer MR.
	4500-SO ₄ ²⁻ E. Método turbidimétrico	Curva de calibração.
	4500-SO ₄ ²⁻ F. Método do azul metiltimol automático	Curva de calibração.
	4500-SO ₄ ²⁻ G. Análise por injeção de fluxo de azul de metiltimol	Curva de calibração.
Substâncias tensoativas	5540 C. Surfactantes aniônicos como MBAS	Curva de calibração.
	5540 D. Surfactantes não iônicos como CTAS	Curva de calibração.
Agrotóxicos organoclorados	6630 B. Método de cromatografia gasosa com extração líquido-líquido (método I) Agrotóxicos organoclorados + PCB's Detetor de captura de elétrons	Curva de calibração com padrões de agrotóxicos organoclorados
	6630 C. Método de cromatografia gasosa com extração líquido-líquido (método II) Agrotóxicos organoclorados + PCB's Detetor de captura de elétrons	Curva de calibração com padrões de agrotóxicos organoclorados
	6630 D. Cromatografia gasosa com extração líquido-líquido acoplada a espectrometria de massa	Requer materiais-padrão puros ou soluções certificadas para calibração.
Agrotóxicos organofosforados	EPA 8141 A Cromatografia gasosa – técnica da coluna capilar	Curva de calibração
Agrotóxicos fenoxi-ácidos	6640 B. Método de cromatografia gasosa com extração líquido-líquido (micro)	Calibração com MR.
Hidrocarbonetos aromáticos polinucleares (H P A)	6440 B. Cromatografia líquida com extração líquido-líquido	Curva de calibração.
	6410 B. Cromatografia gasosa com extração líquido-líquido acoplada a espectrometria de massa	Requer materiais-padrão puros ou soluções certificadas para calibração.

Livros Grátis

(<http://www.livrosgratis.com.br>)

Milhares de Livros para Download:

[Baixar livros de Administração](#)

[Baixar livros de Agronomia](#)

[Baixar livros de Arquitetura](#)

[Baixar livros de Artes](#)

[Baixar livros de Astronomia](#)

[Baixar livros de Biologia Geral](#)

[Baixar livros de Ciência da Computação](#)

[Baixar livros de Ciência da Informação](#)

[Baixar livros de Ciência Política](#)

[Baixar livros de Ciências da Saúde](#)

[Baixar livros de Comunicação](#)

[Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE](#)

[Baixar livros de Defesa civil](#)

[Baixar livros de Direito](#)

[Baixar livros de Direitos humanos](#)

[Baixar livros de Economia](#)

[Baixar livros de Economia Doméstica](#)

[Baixar livros de Educação](#)

[Baixar livros de Educação - Trânsito](#)

[Baixar livros de Educação Física](#)

[Baixar livros de Engenharia Aeroespacial](#)

[Baixar livros de Farmácia](#)

[Baixar livros de Filosofia](#)

[Baixar livros de Física](#)

[Baixar livros de Geociências](#)

[Baixar livros de Geografia](#)

[Baixar livros de História](#)

[Baixar livros de Línguas](#)

[Baixar livros de Literatura](#)
[Baixar livros de Literatura de Cordel](#)
[Baixar livros de Literatura Infantil](#)
[Baixar livros de Matemática](#)
[Baixar livros de Medicina](#)
[Baixar livros de Medicina Veterinária](#)
[Baixar livros de Meio Ambiente](#)
[Baixar livros de Meteorologia](#)
[Baixar Monografias e TCC](#)
[Baixar livros Multidisciplinar](#)
[Baixar livros de Música](#)
[Baixar livros de Psicologia](#)
[Baixar livros de Química](#)
[Baixar livros de Saúde Coletiva](#)
[Baixar livros de Serviço Social](#)
[Baixar livros de Sociologia](#)
[Baixar livros de Teologia](#)
[Baixar livros de Trabalho](#)
[Baixar livros de Turismo](#)