



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA, INOVAÇÕES E COMUNICAÇÕES  
**INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS**

sid.inpe.br/mtc-m21b/2017/06.02.13.32-RPQ

**RELATÓRIO DE PARTICIPAÇÃO NO PROGRAMA  
INTERNACIONAL DE INTERCALIBRAÇÃO DE  
LABORATÓRIOS (WMO-GAW) ANO 2015 E 2016 – LIS  
52, LIS 53, LIS 54 E LIS 55.**

Carlos Daniel Meneghetti  
Sayuri Okamoto

URL do documento original:  
<<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34P/3P2PMGE>>

INPE  
São José dos Campos  
2017

## **PUBLICADO POR:**

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE

Gabinete do Diretor (GB)

Serviço de Informação e Documentação (SID)

Caixa Postal 515 - CEP 12.245-970

São José dos Campos - SP - Brasil

Tel.:(012) 3208-6923/6921

E-mail: pubtc@inpe.br

## **COMISSÃO DO CONSELHO DE EDITORAÇÃO E PRESERVAÇÃO DA PRODUÇÃO INTELECTUAL DO INPE (DE/DIR-544):**

### **Presidente:**

Maria do Carmo de Andrade Nono - Conselho de Pós-Graduação (CPG)

### **Membros:**

Dr. Plínio Carlos Alvalá - Centro de Ciência do Sistema Terrestre (CST)

Dr. André de Castro Milone - Coordenação de Ciências Espaciais e Atmosféricas (CEA)

Dra. Carina de Barros Melo - Coordenação de Laboratórios Associados (CTE)

Dr. Evandro Marconi Rocco - Coordenação de Engenharia e Tecnologia Espacial (ETE)

Dr. Hermann Johann Heinrich Kux - Coordenação de Observação da Terra (OBT)

Dr. Marley Cavalcante de Lima Moscati - Centro de Previsão de Tempo e Estudos Climáticos (CPT)

Silvia Castro Marcelino - Serviço de Informação e Documentação (SID) **BIBLIOTECA DIGITAL:**

Dr. Gerald Jean Francis Banon

Clayton Martins Pereira - Serviço de Informação e Documentação (SID)

### **REVISÃO E NORMALIZAÇÃO DOCUMENTÁRIA:**

Simone Angélica Del Duca Barbedo - Serviço de Informação e Documentação (SID)

Yolanda Ribeiro da Silva Souza - Serviço de Informação e Documentação (SID)

### **EDITORAÇÃO ELETRÔNICA:**

Marcelo de Castro Pazos - Serviço de Informação e Documentação (SID)

André Luis Dias Fernandes - Serviço de Informação e Documentação (SID)



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA, INOVAÇÕES E COMUNICAÇÕES  
**INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS**

sid.inpe.br/mtc-m21b/2017/06.02.13.32-RPQ

**RELATÓRIO DE PARTICIPAÇÃO NO PROGRAMA  
INTERNACIONAL DE INTERCALIBRAÇÃO DE  
LABORATÓRIOS (WMO-GAW) ANO 2015 E 2016 – LIS  
52, LIS 53, LIS 54 E LIS 55.**

Carlos Daniel Meneghetti  
Sayuri Okamoto

URL do documento original:  
<<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34P/3P2PMGE>>

INPE  
São José dos Campos  
2017



Esta obra foi licenciada sob uma Licença Creative Commons Atribuição-NãoComercial 3.0 Não Adaptada.

This work is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial 3.0 Unported License.

## RESUMO

O objetivo da participação nesse programa internacional de Inter calibração, além da busca por resultados confiáveis e de qualidade, é a inserção e credenciamento do Laboratório de Pesquisa em Biogeoquímica Ambiental (LAPBIO), do Centro de Ciências do Sistema Terrestre (CCST), do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE) na comunidade internacional. Todos os procedimentos de preparação e análises são realizados no Laboratório de Aerossóis, Soluções Aquosas e Tecnologias (LAQUATEC), que é a infraestrutura onde são realizadas análises químicas e físico-químicas de amostras ambientais por via úmida. As análises por ICP-OES são realizadas no Laboratório de Combustão e Propulsão localizado no INPE em Cachoeira Paulista. Este relatório tem como meta relatar os resultados obtidos dentro desses estudos, realizando uma análise crítica dos mesmos.



**REPORT OF PARTICIPATION IN THE PROGRAM INTERNATIONAL  
LABORATORIES INTERCALIBRATION (WMO-GAW) - YEAR 2015 AND  
2016, LIS 52, 53, 54 AND 55**

**ABSTRACT**

The purpose of participation in international intercalibration program, and the search for reliable results and quality, is the insertion and accreditation of Environmental Biogeochemistry Research Laboratory (LAPBIO) of the Earth System Science Center (CCST), in the National Institute for Space Research (INPE) in the international community. All preparation procedures and analyzes were performed on the Aerosol Laboratory, Aqueous Solutions and Technologies (LAQUATEC), in the wet preparation and analysis of environmental samples were performed. The ICP-OES analyzes were carried out at the Combustion and Propulsion Laboratory of INPE, in Cachoeira Paulista. This report aims to describe the results obtained in this study, in a critical point of view.



## LISTA DE FIGURAS

	<u>Pág.</u>
Figura 01: Métodos analíticos para cada analito (segundo manual WMO-GAW nº160).....	3
Figura 02: Imagem do Cromatógrafo a Líquido de Íons do LAQUATEC.....	5
Figura 03: Imagem do peagâmetro/condutivímetro da marca Metrohm, instalado no LAQUATEC.....	6
Figura 04: Imagem do equipamento ICP-OES instalado no LABCP em Cachoeira Paulista.....	6
Figura 05: Resultados Alvo do LIS 52 (2015) para a amostra 1.....	10
Figura 06: Resultados Alvo do LIS 52 (2015) para a amostra 2.....	11
Figura 07: Resultados Alvo do LIS 52 (2015) para a amostra 3.....	11
Figura 08: Resultados Alvo do LIS 53 (2015) para a amostra 1.....	12
Figura 09: Resultados Alvo do LIS 53 (2015) para a amostra 2.....	12
Figura 10: Resultados Alvo do LIS 53 (2015) para a amostra 3.....	13
Figura 11: Resultados Alvo do LIS 54 (2016) para a amostra 1.....	13
Figura 12: Resultados Alvo do LIS 54 (2016) para a amostra 2.....	14
Figura 13: Resultados Alvo do LIS 54 (2016) para a amostra 3.....	14
Figura 14: Resultados Alvo do LIS 55 (2016) para a amostra 1.....	15
Figura 15: Resultados Alvo do LIS 55 (2016) para a amostra 2.....	15
Figura 16: Resultados Alvo do LIS 55 (2016) para a amostra 3.....	16
Figura 17: Resultados analíticos obtidos para o Lote LIS52 pelo LAQUATEC.	17
Figura 18: Diagrama de anéis para os resultados do lote LIS52 obtidos pelo LAQUATEC.....	17
Figura 19: Resultados analíticos obtidos para o Lote LIS53 pelo LAQUATEC.	18
Figura 20: Diagrama de anéis para os resultados do lote LIS53 obtidos pelo LAQUATEC.....	18
Figura 21: Resultados analíticos obtidos para o Lote LIS54 pelo LAQUATEC.	18
Figura 22: Diagrama de anéis para os resultados do lote LIS54 obtidos pelo LAQUATEC.....	19

Figura 23: Resultados analíticos obtidos para o Lote LIS55 pelo LAQUATEC. 19

Figura 24: Diagrama de anéis para os resultados do lote LIS54 obtidos pelo  
LAQUATEC..... 19

## LISTA DE TABELA

**Pág.**

Tabela 1: Concentrações dos padrões utilizados.....	7
---	---

## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

INPE	Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
LAPBIO	Laboratório de Pesquisa em Biogeoquímica Ambiental
LAQUATEC	Laboratório de Aerossóis, Soluções Aquosas e Tecnologias
CCST	Centro de Ciência do Sistema Terrestre
LABCP	Laboratório de Combustão e Propulsão
LIS	Laboratory Intercomparison Study
WMO	World Meteorological Organization
GAW	Global Atmosphere Watch
ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
IC	Cromatografia de Íons
ICP-OES	Espectrometria de Emissão Óptica por Plasma Acoplado Indutivamente (Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry)
NIST	National Institute of Standards and Technology
pH	Potencial Hidrogeniônico que indica acidez, neutralidade ou alcalinidade de uma solução aquosa.



## LISTA DE SÍMBOLOS

Na <sup>+</sup>	Íon Sódio
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	Íon Amônio
K <sup>+</sup>	Íon Potássio
Ca <sup>2+</sup>	Íon Cálcio
Mg <sup>2+</sup>	Íon Magnésio
Cl <sup>-</sup>	Íon Cloreto
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Íon Nitrato
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Íon Sulfato
PVC	Cloreto de polivinila
mg/L	Unidade de concentração, miligrama por litro (o mesmo que ppm)
μM	Unidade de concentração, micro mol
mL	Unidade de volume, mililitro
μL	Unidade de volume, microlitro



## SUMÁRIO

	<u>Pág.</u>
<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>1</b>
<b>2. DESENVOLVIMENTO .....</b>	<b>3</b>
2.1. PARÂMETROS ANALÍTICOS.....	3
2.2. SIGNIFICADO E INTERPRETAÇÃO DOS DIAGRAMAS DE ANÉIS (RING DIAGRAMS) .....	4
2.3. PROTOCOLO ANALÍTICO .....	4
<b>3. COMPOSIÇÃO ALVO DOS LOTES DE AMOSTRAS .....</b>	<b>10</b>
<b>4. RESULTADOS OBTIDOS .....</b>	<b>17</b>
<b>5. CONCLUSÃO E MELHORIAS A SEREM IMPLEMENTADAS.....</b>	<b>20</b>
<b>6. APÊNDICE.....</b>	<b>211</b>
<b>7. REFERÊNCIAS .....</b>	<b>222</b>

## 1. INTRODUÇÃO

O Laboratório de Pesquisa em Biogeoquímica (LAPBIO) do Centro de Ciência do Sistema Terrestre (CCST/INPE) através de seu Laboratório de Aerossóis, Soluções Aquosas e Tecnologias (LAQUATEC) desde 2014 está participando de um programa de Inter calibração entre laboratórios analíticos de via úmida que realizam análises de água de chuva e extrato aquoso de aerossóis atmosféricos entre outras amostras ambientais. Essa participação é importante pois, bons resultados significam que os protocolos utilizados no laboratório produzem resultados confiáveis e cancelados internacionalmente. O programa de Garantia de Qualidade/Centro de Atividade em Ciência-Américas localizado em Illinois (USA) – *Quality Assurance/Science Activity Centre - Americas* (QA/SAC-Américas <http://www.qasac-americas.org/>) é um dos quatro centros QA/SACs operacional para garantir a qualidade dos dados e atividades de ciência em apoio à Organização Meteorológica Mundial (WMO) no programa de Observação Global da Atmosfera (*Global Atmosphere Watch - GAW*). O objetivo do QA/SAC-Américas é documentar e auxiliar na busca por melhoria na qualidade das medições da química da precipitação de todo o mundo. Os estudos de Inter comparação são semianuais e os resultados gráficos e tabulares de estudos anteriores estão disponíveis no sítio da internet.

No ano de 2015 e 2016 foram enviados ao LAQUATEC dois lotes para cada ano de amostras de água de chuva artificial denominados LIS 52 (abril-2015) e LIS 53 (setembro-2015) e, LIS 54 (abril-2016) e LIS 55 (setembro-2016). Cada lote continha 3 amostras de água de chuva artificial com concentrações desconhecidas do operador, todas identificadas como “*Sample 1*”, “*Sample 2*” e “*Sample 3*”. Essas amostras foram enviadas via correio em frascos de PVC e submetidas aos mesmos trâmites que qualquer mercadoria de origem estrangeira.

As análises foram realizadas utilizando como referência o Manual do GAW *Precipitation Chemistry Programme* (WMO-GAW Report nº 160) bem como

aplicando os protocolos analíticos desenvolvidos no LAQUATEC (Forti e Alcaide, 2011).

## 2. DESENVOLVIMENTO

Neste item apresentam-se a lista dos analitos e métodos recomendados, descrevendo como os resultados são apresentados e os protocolos analíticos empregados.

### 2.1. Parâmetros Analíticos

Os parâmetros analíticos em questão para as amostras são: pH, Condutividade, Acidez (opcional), Sulfato na forma de  $\text{SO}_4^{2-}$ , Nitrato ( $\text{NO}_3^-$ ), Amônio ( $\text{NH}_4^+$ ), Fluoreto (opcional), Cloreto ( $\text{Cl}^-$ ), Sódio ( $\text{Na}^+$ ), Potássio ( $\text{K}^+$ ), Cálcio ( $\text{Ca}^{2+}$ ) e Magnésio ( $\text{Mg}^{2+}$ ). No LAQUATEC, não serão analisados os parâmetros Acidez e Fluoreto por serem parâmetros opcionais e, portanto, não fazem parte do protocolo do LAQUATEC. O LAQUATEC adquiriu em 2015 um condutímetro modelo 914 da marca Metrohm para uso no laboratório e este parâmetro foi inserido a partir da amostra LIS 54. A Figura 1 foi retirada do manual WMO-GAW nº160 e contém a lista dos analitos e os métodos recomendados correspondentes.

Figura 1: Métodos analíticos para cada analito (segundo o manual WMO-GAW nº160).

Analyte	Status	Preferred Methods <sup>1</sup>
pH	Required	Glass electrode
Conductivity	Required	Conductivity cell
Alkalinity	Optional	Titration
$\text{Cl}^-$ , $\text{NO}_3^-$ , $\text{SO}_4^{2-}$	Required	IC
$\text{NH}_4^+$	Required	IC, AC
$\text{Na}^+$ , $\text{K}^+$ , $\text{Ca}^{2+}$ , $\text{Mg}^{2+}$	Required	IC, ICP, AAS/AES
Organic Acids <sup>2</sup>	Optional	IEC, IC
$\text{NO}_2^-$ , $\text{F}^-$	Optional	IC
$\text{PO}_4^{3-}$	Optional	IC, AC

## 2.2. Significado e Interpretação dos Diagramas de Anéis (Ring diagrams)

Os resultados analíticos são apresentados no sítio eletrônico “www.qasac-america.org” pelo uso de diagramas de anéis conforme descrito a seguir. Os laboratórios são identificados por números e o LAQUATEC do CCST recebeu a designação representada pelo número 700165.

Abaixo são transcritos do sítio, as definições e significados dos diagramas:

### BOM - Hexágono verde

As medidas estão dentro do intervalo do interquartil (IQR), definido entre 25 e 75 por cento ou a metade média (50%) das medidas. Exemplo: Sulfato, Amônio, Sódio e potássio.

### SATISFATÓRIO - Trapezóide Azul

As medidas estão dentro do intervalo definido pela mediana +/- IQR/1,349. A razão IQR/1,349 é a estimativa não paramétrica do desvio padrão, algumas vezes denominado pseudo-desvio padrão. Exemplos: Nitrato, Cloreto e cálcio.

### INSATISFATÓRIO - Triângulo vermelho

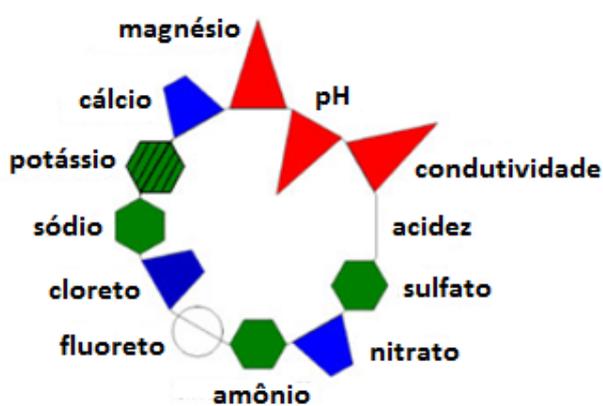
As medidas estão fora do intervalo definido pela mediana +/- IQR/1,349. Exemplo: pH, Condutividade e magnésio.

### LIMITE DE DETECÇÃO - Círculo aberto

As medidas estão abaixo do limite de detecção do método analítico do laboratório. Exemplo: Fluoreto

### NOTAS:

1. Um trapezoide ou triangulo apontando para fora indica que a medida é alta. Se apontarem para dentro é que a medida é baixa.
2. O hexágono ou trapezóide hachurado (exemplo: potássio) indica que a medida atinge a definição BOM ou SATISFATÓRIO mas falha na medida Objetivo de Dados de Qualidade (DQO) definido no Manual WMO-GAW nº160 da figura 1.
3. Uma linha reta sem símbolo indica que a medida não foi informada. Exemplo: acidez.



## 2.3. Protocolo Analítico

O LAQUATEC utiliza a técnica de cromatografia líquida de íons para analisar tanto os cátions como os ânions maiores. O equipamento utilizado é da marca Metrohm, modelo 850 Professional, conforme mostra a Figura 2. Para as medidas de pH e condutividade, foi utilizado um peagâmetro/condutivímetro da

marca Metrohm modelo 914 com Eletrodo combinado de vidro com leitura na faixa de pH de 0 a 14, indicado para soluções aquosas em geral (Metrohm, 6.0258.010), com diafragma de junção fixa e eletrólito de referência de KCl 3M, com sensor de temperatura PT-1000 e célula de condutividade  $c=0,1\text{cm}^{-1}$ , com faixa de temperatura de 0 a 70°C ( Metrohm, 6.0918.040), conforme mostra a Figura 3.

Para análise dos cátions Cálcio e Magnésio, também foi é utilizado a técnica de espectrometria de emissão ótica por plasma acoplado indutivamente (ICP-OES), da Thermo Scientific modelo iCAP7400 Duo equipamento instalado no Laboratório de Combustão e Propulsão (LABCP) do INPE de Cachoeira Paulista, conforme mostra a Figura 4, e os resultados são comparados com aquelas obtidas por cromatografia de íons.

Figura 2: Imagem do Cromatógrafo a Líquido de Íons instalado no LAQUATEC.



Figura 3: Imagem do peagâmetro/conduktivímetro da marca Metrohm, instalado no LAQUATEC.



Figura 4: Imagem do equipamento ICP-OES instalado no LABCP no INPE em Cachoeira Paulista.



### 2.3.1 Preparação dos padrões

Todos os padrões utilizados para construção da curva de calibração são preparados a partir de uma solução padrão de concentração de 1000 mg/L, rastreável ao NIST e diluídos em água ultra pura para análise em cromatografia de íons. Para análise em ICP-OES, os padrões utilizados são preparados em solução de ácido nítrico com diluição em água ultra pura.

As soluções obtidas com uso de água purificada tipo 1 dos padrões (para cátions e ânions), estão listados na Tabela 1.

A água purificada foi utilizada como sendo o branco e denominada como sendo Padrão 0.

No laboratório são utilizadas as concentrações expressas em  $\mu\text{M}$  (micro mol) para preservar os algarismos significativos minimizando a propagação de erros dos cálculos transformando na unidade mais conveniente ao usuário pós-análise.

Tabela 1: Concentrações dos padrões utilizados

Íons	Espécie Química	Concentração dos Padrões ( $\mu\text{M}$ )									
		P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10
Cátion	$\text{Na}^+$	0	0,44	1,09	2,18	4,35	10,86	21,77	43,89	109,17	218,39
	$\text{NH}_4^+$	0	0,57	1,40	2,79	5,55	13,87	27,80	56,04	139,40	278,86
	$\text{K}^+$	0	0,26	0,64	1,27	2,54	6,35	12,73	25,66	63,84	127,71
	$\text{Ca}^{+2}$	0	0,25	0,62	1,25	2,49	6,23	12,49	25,19	62,66	125,35
	$\text{Mg}^{+2}$	0	0,42	1,04	2,07	4,12	10,31	20,66	41,65	103,61	207,26
	$\text{Cl}^-$	0	0,28	0,70	1,43	2,83	6,94	13,97	28,30	70,67	142,08
Ânions	$\text{NO}_3^-$	0	0,16	0,40	0,82	1,62	3,97	8,00	16,21	40,49	81,53
	$\text{SO}_4^{-2}$	0	0,10	0,26	0,53	1,04	2,56	5,16	10,46	26,13	52,98

### 2.3.2 Determinação de Cátions e Ânions, pH e Condutividade

As análises por Cromatografia a Líquido de Íons seguiram os procedimentos descritos no Manual do LAQUATEC (Forti e Alcaide, 2012) e cujas condições

analíticas destas determinações e a de pH e Condutividade são apresentadas a seguir:

- Análise de Cátions (Cromatografia de Íons):
  - Equipamento: Cromatógrafo de Íons Metrohm 850 Professional.
  - Coluna analítica: Metrosep C4 100/4,0 – Análise de cátions.
  - Eluente: Ácido dipicolínico (2,6 Pyridinedicarboxylic acid) 2mM e Ácido Nítrico 3,5mM em água purificada.
  - Fluxo: 0,9 mL/minuto.
  - Volume do loop de injeção: 100µL.
  
- Análise de Ânions (Cromatografia de Íons):
  - Equipamento: Cromatógrafo de Íons Metrohm 850 Professional.
  - Coluna analítica: Metrosep ASupp 5 100/4,0 – Análise de ânions com supressor químico.
  - Eluente: Carbonato de sódio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) 3,2mM e Bicarbonato de sódio ( $\text{NaHCO}_3$ ) 1,0mM em água purificada.
  - Fluxo: 0,7 mL/minuto.
  - Volume do loop de injeção: 10µL.
  
- Medidas de pH:

Equipamento: peagâmetro/condutivímetro da Metrohm modelo 914.

Eletrodo: combinado de vidro com leitura na faixa de pH de 0 a 14, indicado para soluções aquosas em geral (Metrohm, 6.0258.010), com diafragma de junção fixa e eletrólito de referência de KCl 3M, com sensor de temperatura PT-1000.

Calibrar o equipamento conforme descrito no manual de instruções do fabricante, com solução tampão pH 7,0 e 4,0. Posteriormente, aferir a calibração do equipamento utilizando solução de Ácido Sulfúrico 0,0001N (pH teórico desta solução 4,05 ±0,03) pela sua leitura direta.

- Medidas de Condutividade:

Equipamento: peagâmetro/Condutivímetro Metrohm modelo 914.

Célula: célula de condutividade  $c=0,1\text{cm}^{-1}$ , indicado para soluções aquosas em geral (Metrohm, 6.0918.040).

Calibrar o equipamento conforme descrito no manual de instruções do fabricante, com solução padrão de condutividade rastreável ao NIST pela leitura direta da amostra.

- Análise de Cátions (ICP-OES):

- Equipamento: ICP-OES modelo iCap 7400 Duo, marca Thermo Scientific.

- Gás utilizado: Argônio 5.0 – na pressão de 80 psi no equipamento.

- Detector no modo: Radial

- Comprimento de onda de medição: cálcio – 396,847 e 393,366 nm  
magnésio – 280,270 e 279,553 nm

- Velocidade de rotação da bomba peristáltica: 100 rpm.

- Software: Qtegra.

### 3. COMPOSIÇÃO ALVO DOS LOTES DE AMOSTRAS

A composição química quantitativa de cada lote, composto por três amostras de água de chuva artificial, é fornecida ao laboratório somente após a realização das análises. Essas amostras de precipitação são caracterizadas por baixas concentrações iônicas e muito sensíveis à contaminação. É recomendado manter as amostras sob refrigeração após o recebimento das mesmas até o momento da realização das análises. Estas análises, no entanto, são realizadas em temperatura ambiente. Nas figuras 5 a 16 são apresentados os resultados e as estatísticas “alvo” para cada uma das três amostras dos dois lotes do ano de 2015 e 2016, disponibilizadas no sítio após o período estipulado para sua realização. Isto significa que, o operador do laboratório executa as análises sem conhecimento prévio da real composição das amostras.

Figura 5: Resultados Alvo do LIS 52 (2015) para a amostra 1. Fonte:

<http://www.qasac-america.org/lis/summary/52>

#### Sample 1 Results

Measurement	Units	N	Target	Median	<i>Sigma</i> <sub>est.</sub>	Good (25th to 75th percentiles)		Satisfactory (Median ± Sigma)		Meets Data Quality Objectives	
pH	pH units	63	4.94	4.95	0.05	4.90	4.98	4.90	5.00	4.88	5.02
Conductivity	µS/cm	60	12.1	12.2	0.4	12.0	12.6	11.8	12.6	11.4	13.0
Acidity (optional)	µeq/L	8	N/A	13.5	3.2	10.4	14.6	10.3	16.7	10.2	16.8
Sulfate as SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	mg/L	67	1.462	1.479	0.076	1.442	1.545	1.403	1.555	1.376	1.582
Nitrate as NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	mg/L	67	0.637	0.640	0.028	0.619	0.657	0.612	0.668	0.596	0.684
Ammonium as NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	mg/L	65	0.250	0.252	0.015	0.244	0.264	0.237	0.267	0.235	0.269
Fluoride (optional)	mg/L	12	0.005	0.005	0.002	0.005	0.007	0.003	0.007	N/A	N/A
Chloride	mg/L	65	0.802	0.804	0.034	0.773	0.818	0.770	0.838	0.724	0.884
Sodium	mg/L	61	0.483	0.478	0.022	0.459	0.490	0.456	0.500	0.431	0.525
Potassium	mg/L	59	0.112	0.110	0.010	0.102	0.116	0.100	0.120	0.088	0.132
Calcium	mg/L	59	0.170	0.168	0.017	0.156	0.180	0.151	0.185	0.143	0.193
Magnesium	mg/L	57	0.078	0.078	0.004	0.076	0.082	0.074	0.082	0.071	0.085

Figura 6: Resultados Alvo do LIS 52 (2015) para a amostra 2. Fonte:

<http://www.qasac-americas.org/lis/summary/52>

### Sample 2 Results

Measurement	Units	N	Target	Median	$\Sigma_{est}$	Good (25th to 75th percentiles)		Satisfactory (Median $\pm$ Sigma)		Meets Data Quality Objectives	
pH	pH units	62	4.96	4.98	0.07	4.92	5.02	4.91	5.05	4.91	5.05
Conductivity	$\mu\text{S}/\text{cm}$	59	6.3	6.7	0.3	6.4	6.9	6.4	7.0	6.3	7.1
Acidity (optional)	$\mu\text{eq}/\text{L}$	8	N/A	12.8	2.8	9.4	13.2	10.0	15.6	9.6	16.0
Sulfate as $\text{SO}_4^{2-}$	mg/L	65	0.530	0.540	0.037	0.528	0.578	0.503	0.577	0.503	0.577
Nitrate as $\text{NO}_3^-$	mg/L	67	0.558	0.570	0.025	0.555	0.590	0.545	0.595	0.531	0.609
Ammonium as $\text{NH}_4^+$	mg/L	64	0.106	0.110	0.013	0.103	0.121	0.097	0.123	0.103	0.117
Fluoride (optional)	mg/L	11	0.005	0.005	0.001	0.005	0.007	0.004	0.006	N/A	N/A
Chloride	mg/L	57	0.070	0.070	0.014	0.064	0.083	0.056	0.084	0.063	0.077
Sodium	mg/L	49	0.038	0.037	0.004	0.033	0.039	0.033	0.041	0.034	0.040
Potassium	mg/L	47	0.019	0.019	0.004	0.017	0.023	0.015	0.023	0.016	0.022
Calcium	mg/L	52	0.050	0.051	0.011	0.045	0.061	0.039	0.062	0.043	0.058
Magnesium	mg/L	49	0.015	0.016	0.003	0.014	0.019	0.013	0.019	0.015	0.017

Figura 7: Resultados Alvo do LIS 52 (2015) para a amostra 3. Fonte:

<http://www.qasac-americas.org/lis/summary/52>

### Sample 3 Results

Measurement	Units	N	Target	Median	$\Sigma_{est}$	Good (25th to 75th percentiles)		Satisfactory (Median $\pm$ Sigma)		Meets Data Quality Objectives	
pH	pH units	63	4.93	5.05	0.05	5.02	5.10	5.00	5.10	4.98	5.12
Conductivity	$\mu\text{S}/\text{cm}$	60	10.1	9.0	0.3	8.8	9.3	8.7	9.3	8.4	9.6
Acidity (optional)	$\mu\text{eq}/\text{L}$	8	N/A	8.1	2.8	7.6	11.4	5.2	10.9	6.1	10.0
Sulfate as $\text{SO}_4^{2-}$	mg/L	66	1.265	1.126	0.061	1.097	1.180	1.064	1.187	1.047	1.204
Nitrate as $\text{NO}_3^-$	mg/L	67	0.730	0.731	0.031	0.710	0.753	0.700	0.762	0.680	0.782
Ammonium as $\text{NH}_4^+$	mg/L	65	0.285	0.289	0.012	0.282	0.299	0.277	0.301	0.269	0.309
Fluoride (optional)	mg/L	18	0.025	0.024	0.003	0.023	0.028	0.021	0.027	N/A	N/A
Chloride	mg/L	64	0.300	0.296	0.019	0.284	0.310	0.277	0.314	0.266	0.325
Sodium	mg/L	59	0.149	0.143	0.011	0.133	0.149	0.132	0.154	0.129	0.157
Potassium	mg/L	59	0.086	0.084	0.008	0.079	0.090	0.076	0.092	0.068	0.100
Calcium	mg/L	59	0.154	0.150	0.017	0.140	0.163	0.133	0.167	0.128	0.172
Magnesium	mg/L	56	0.054	0.054	0.004	0.052	0.057	0.050	0.058	0.049	0.059

Figura 8: Resultados Alvo do LIS 53 (2015) para a amostra 1. Fonte:  
<http://www.qasac-americas.org/lis/summary/53>

### Sample 1 Results

Measurement	Units	N	Target	Median	$\sigma_{est}$	Good (25th to 75th percentiles)		Satisfactory (Median $\pm$ Sigma)		Meets Data Quality Objectives	
pH	pH units	67	4.70	4.77	0.06	4.72	4.81	4.71	4.83	4.70	4.84
Conductivity	$\mu\text{S/cm}$	62	21.8	20.6	0.8	20.0	21.1	19.8	21.3	19.2	21.9
Acidity (optional)	$\mu\text{eq/L}$	9	N/A	18.6	4.0	16.1	21.6	14.6	22.6	14.0	23.2
Sulfate as $\text{SO}_4^{2-}$	mg/L	70	1.960	1.926	0.093	1.880	2.005	1.833	2.019	1.792	2.060
Nitrate as $\text{NO}_3^-$	mg/L	72	0.989	0.970	0.039	0.936	0.989	0.930	1.009	0.902	1.037
Ammonium as $\text{NH}_4^+$	mg/L	66	0.387	0.384	0.026	0.373	0.408	0.357	0.410	0.357	0.410
Fluoride (optional)	mg/L	20	0.054	0.053	0.006	0.045	0.054	0.047	0.059	N/A	N/A
Chloride	mg/L	69	2.083	2.030	0.064	1.996	2.082	1.966	2.094	1.827	2.233
Sodium	mg/L	61	1.104	1.114	0.052	1.070	1.140	1.062	1.166	1.003	1.225
Potassium	mg/L	60	0.218	0.218	0.018	0.202	0.226	0.200	0.236	0.175	0.261
Calcium	mg/L	63	0.274	0.270	0.024	0.252	0.285	0.246	0.294	0.230	0.310
Magnesium	mg/L	60	0.121	0.120	0.005	0.115	0.121	0.114	0.125	0.108	0.131

Figura 9: Resultados Alvo do LIS 53 (2015) para a amostra 2. Fonte:  
<http://www.qasac-americas.org/lis/summary/53>

### Sample 2 Results

Measurement	Units	N	Target	Median	$\sigma_{est}$	Good (25th to 75th percentiles)		Satisfactory (Median $\pm$ Sigma)		Meets Data Quality Objectives	
pH	pH units	67	4.44	4.44	0.04	4.40	4.46	4.40	4.48	4.37	4.51
Conductivity	$\mu\text{S/cm}$	62	43.5	43.0	1.3	41.9	43.7	41.6	44.3	40.0	45.9
Acidity (optional)	$\mu\text{eq/L}$	9	N/A	40.0	5.8	35.6	43.4	34.2	45.8	30.0	50.0
Sulfate as $\text{SO}_4^{2-}$	mg/L	69	5.314	5.304	0.186	5.218	5.468	5.118	5.490	4.933	5.675
Nitrate as $\text{NO}_3^-$	mg/L	71	4.003	4.036	0.098	3.969	4.102	3.938	4.134	3.754	4.318
Ammonium as $\text{NH}_4^+$	mg/L	66	1.380	1.337	0.064	1.303	1.390	1.272	1.401	1.243	1.430
Fluoride (optional)	mg/L	19	0.060	0.055	0.008	0.047	0.059	0.047	0.063	N/A	N/A
Chloride	mg/L	68	2.130	2.092	0.094	2.002	2.129	1.998	2.186	1.883	2.301
Sodium	mg/L	61	1.310	1.317	0.048	1.275	1.340	1.269	1.365	1.186	1.448
Potassium	mg/L	60	0.294	0.293	0.023	0.275	0.305	0.270	0.316	0.235	0.351
Calcium	mg/L	63	0.806	0.795	0.040	0.761	0.815	0.755	0.835	0.676	0.914
Magnesium	mg/L	60	0.256	0.250	0.010	0.243	0.256	0.240	0.260	0.225	0.275

Figura 10: Resultados Alvo do LIS 53 (2015) para a amostra 3. Fonte:

<http://www.qasac-americas.org/lis/summary/53>

### Sample 3 Results

Measurement	Units	N	Target	Median	$\Sigma_{est}$	Good (25th to 75th percentiles)		Satisfactory (Median $\pm$ Sigma)		Meets Data Quality Objectives	
pH	pH units	67	4.41	4.44	0.05	4.40	4.47	4.39	4.49	4.37	4.51
Conductivity	$\mu\text{S}/\text{cm}$	62	24.0	23.3	0.8	22.7	23.8	22.5	24.0	21.7	24.8
Acidity (optional)	$\mu\text{eq}/\text{L}$	9	N/A	38.5	14.2	23.5	42.7	24.3	52.7	28.9	48.1
Sulfate as $\text{SO}_4^{2-}$	mg/L	70	2.189	2.145	0.115	2.109	2.264	2.030	2.260	1.995	2.295
Nitrate as $\text{NO}_3^-$	mg/L	72	2.022	2.001	0.070	1.954	2.048	1.931	2.071	1.861	2.141
Ammonium as $\text{NH}_4^+$	mg/L	66	0.468	0.458	0.028	0.443	0.481	0.429	0.486	0.426	0.489
Fluoride (optional)	mg/L	23	0.101	0.099	0.004	0.095	0.101	0.095	0.103	N/A	N/A
Chloride	mg/L	65	0.298	0.280	0.020	0.271	0.299	0.260	0.300	0.252	0.308
Sodium	mg/L	57	0.189	0.188	0.014	0.175	0.194	0.174	0.202	0.170	0.206
Potassium	mg/L	52	0.044	0.044	0.007	0.041	0.050	0.037	0.051	0.036	0.052
Calcium	mg/L	62	0.265	0.262	0.017	0.250	0.273	0.245	0.279	0.223	0.301
Magnesium	mg/L	58	0.054	0.054	0.005	0.050	0.058	0.049	0.059	0.049	0.059

Figura 11: Resultados Alvo do LIS 54 (2016) para a amostra 1. Fonte:

<http://www.qasac-americas.org/lis/summary/54>

### Sample 1 Results

Measurement	Units	N	Target	Median	$\Sigma_{est}$	Good (25th to 75th percentiles)		Satisfactory (Median $\pm$ Sigma)		Meets Data Quality Objectives	
pH	pH units	64	4.57	4.60	0.07	4.55	4.65	4.53	4.67	4.53	4.67
Conductivity	$\mu\text{S}/\text{cm}$	61	15.4	15.1	0.9	14.5	15.7	14.2	16.0	14.1	16.1
Acidity (optional)	$\mu\text{eq}/\text{L}$	9	N/A	26.7	16.0	19.7	41.4	10.7	42.7	20.1	33.3
Sulfate as $\text{SO}_4^{2-}$	mg/L	68	1.319	1.303	0.057	1.266	1.343	1.245	1.360	1.212	1.393
Nitrate as $\text{NO}_3^-$	mg/L	71	1.025	1.015	0.040	0.980	1.035	0.975	1.055	0.944	1.086
Ammonium as $\text{NH}_4^+$	mg/L	67	0.219	0.215	0.015	0.206	0.227	0.200	0.230	0.200	0.230
Fluoride (optional)	mg/L	22	0.054	0.051	0.005	0.047	0.054	0.046	0.056	N/A	N/A
Chloride	mg/L	68	0.276	0.273	0.018	0.260	0.284	0.254	0.291	0.246	0.299
Sodium	mg/L	61	0.150	0.153	0.011	0.142	0.158	0.142	0.164	0.138	0.168
Potassium	mg/L	56	0.030	0.030	0.006	0.028	0.036	0.024	0.036	0.024	0.036
Calcium	mg/L	61	0.111	0.112	0.013	0.105	0.123	0.099	0.125	0.096	0.128
Magnesium	mg/L	60	0.032	0.033	0.006	0.030	0.038	0.027	0.038	0.030	0.035

Figura 12: Resultados Alvo do LIS 54 (2016) para a amostra 2. Fonte:

<http://www.qasac-americas.org/lis/summary/54>

### Sample 2 Results

Measurement	Units	N	Target	Median	$\Sigma_{est}$	Good (25th to 75th percentiles)		Satisfactory (Median $\pm$ Sigma)		Meets Data Quality Objectives	
pH	pH units	64	4.55	4.61	0.07	4.56	4.65	4.54	4.68	4.54	4.68
Conductivity	$\mu\text{S/cm}$	61	38.2	36.9	1.2	36.2	37.8	35.7	38.1	34.4	39.4
Acidity (optional)	$\mu\text{eq/L}$	9	N/A	25.7	14.0	21.2	40.2	11.7	39.7	19.3	32.1
Sulfate as $\text{SO}_4^{2-}$	mg/L	69	4.135	4.180	0.102	4.132	4.269	4.078	4.282	3.888	4.472
Nitrate as $\text{NO}_3^-$	mg/L	72	2.075	2.091	0.070	2.033	2.128	2.021	2.161	1.945	2.237
Ammonium as $\text{NH}_4^+$	mg/L	67	0.773	0.761	0.034	0.744	0.791	0.727	0.795	0.708	0.814
Fluoride (optional)	mg/L	22	0.101	0.048	0.004	0.045	0.051	0.043	0.052	N/A	N/A
Chloride	mg/L	68	3.477	3.507	0.087	3.460	3.577	3.420	3.594	3.157	3.857
Sodium	mg/L	64	2.150	2.216	0.062	2.177	2.260	2.154	2.278	1.995	2.437
Potassium	mg/L	65	0.375	0.383	0.021	0.370	0.398	0.362	0.404	0.307	0.459
Calcium	mg/L	63	0.585	0.596	0.036	0.568	0.617	0.560	0.632	0.507	0.685
Magnesium	mg/L	62	0.243	0.244	0.007	0.238	0.248	0.237	0.251	0.220	0.268

Figura 13: Resultados Alvo do LIS 54 (2016) para a amostra 3. Fonte:

<http://www.qasac-americas.org/lis/summary/54>

### Sample 3 Results

Measurement	Units	N	Target	Median	$\Sigma_{est}$	Good (25th to 75th percentiles)		Satisfactory (Median $\pm$ Sigma)		Meets Data Quality Objectives	
pH	pH units	64	5.17	5.13	0.10	5.07	5.20	5.03	5.23	5.06	5.20
Conductivity	$\mu\text{S/cm}$	59	3.4	4.0	0.2	3.8	4.2	3.8	4.2	3.8	4.2
Acidity (optional)	$\mu\text{eq/L}$	9	N/A	7.4	4.0	5.5	11.0	3.4	11.4	5.6	9.2
Sulfate as $\text{SO}_4^{2-}$	mg/L	61	0.215	0.220	0.020	0.210	0.237	0.200	0.240	0.205	0.235
Nitrate as $\text{NO}_3^-$	mg/L	70	0.270	0.276	0.022	0.260	0.290	0.254	0.298	0.257	0.295
Ammonium as $\text{NH}_4^+$	mg/L	54	0.031	0.030	0.010	0.025	0.038	0.020	0.039	0.028	0.031
Fluoride (optional)	mg/L	12	0.005	0.006	0.004	0.004	0.009	0.002	0.010	N/A	N/A
Chloride	mg/L	52	0.026	0.030	0.011	0.026	0.041	0.019	0.041	0.027	0.033
Sodium	mg/L	39	0.013	0.014	0.007	0.012	0.022	0.007	0.021	0.013	0.015
Potassium	mg/L	32	0.003	0.009	0.011	0.004	0.018	0.000	0.020	0.008	0.010
Calcium	mg/L	40	0.026	0.027	0.014	0.023	0.042	0.013	0.041	0.023	0.031
Magnesium	mg/L	33	0.004	0.007	0.006	0.004	0.012	0.001	0.013	0.007	0.007

Figura 14: Resultados Alvo do LIS 55 (2016) para a amostra 1. Fonte:

<http://www.qasac-americas.org/lis/summary/55>

### Sample 1 Results

Measurement	Units	N	Target	Median	$\sigma_{est}$	Good (25th to 75th percentiles)		Satisfactory (Median $\pm$ Sigma)		Meets Data Quality Objectives	
pH	pH units	66	5.50	5.30	0.09	5.25	5.37	5.21	5.39	5.23	5.37
Conductivity	$\mu\text{S/cm}$	62	21.2	21.8	0.5	21.4	22.2	21.3	22.3	20.3	23.3
Acidity (optional)	$\mu\text{eq/L}$	9	N/A	5.2	5.7	4.3	12.0	0.0	10.9	3.9	6.5
Sulfate as $\text{SO}_4^{2-}$	mg/L	67	2.656	2.674	0.080	2.631	2.740	2.594	2.754	2.487	2.861
Nitrate as $\text{NO}_3^-$	mg/L	71	1.697	1.687	0.060	1.640	1.722	1.627	1.747	1.569	1.805
Ammonium as $\text{NH}_4^+$	mg/L	70	0.715	0.693	0.032	0.669	0.712	0.661	0.725	0.645	0.741
Fluoride (optional)	mg/L	20	0.039	0.036	0.007	0.031	0.040	0.029	0.042	N/A	N/A
Chloride	mg/L	68	2.238	2.249	0.066	2.201	2.290	2.182	2.315	2.024	2.473
Sodium	mg/L	66	1.383	1.412	0.046	1.376	1.438	1.366	1.457	1.271	1.552
Potassium	mg/L	65	0.289	0.286	0.017	0.273	0.296	0.269	0.303	0.229	0.343
Calcium	mg/L	66	0.454	0.454	0.025	0.435	0.468	0.429	0.478	0.386	0.521
Magnesium	mg/L	63	0.202	0.202	0.008	0.195	0.206	0.194	0.210	0.182	0.222

Figura 15: Resultados Alvo do LIS 55 (2016) para a amostra 2. Fonte:

<http://www.qasac-americas.org/lis/summary/55>

### Sample 2 Results

Measurement	Units	N	Target	Median	$\sigma_{est}$	Good (25th to 75th percentiles)		Satisfactory (Median $\pm$ Sigma)		Meets Data Quality Objectives	
pH	pH units	66	5.18	5.18	0.11	5.11	5.26	5.07	5.29	5.11	5.25
Conductivity	$\mu\text{S/cm}$	62	4.9	5.3	0.3	5.0	5.5	5.0	5.6	5.0	5.6
Acidity (optional)	$\mu\text{eq/L}$	9	N/A	6.9	5.6	5.8	13.4	1.3	12.5	5.2	8.6
Sulfate as $\text{SO}_4^{2-}$	mg/L	65	0.455	0.460	0.025	0.448	0.482	0.435	0.485	0.428	0.492
Nitrate as $\text{NO}_3^-$	mg/L	69	0.540	0.540	0.028	0.516	0.553	0.512	0.568	0.503	0.577
Ammonium as $\text{NH}_4^+$	mg/L	69	0.157	0.155	0.016	0.146	0.168	0.139	0.171	0.145	0.165
Fluoride (optional)	mg/L	20	0.025	0.023	0.006	0.020	0.028	0.017	0.029	N/A	N/A
Chloride	mg/L	56	0.059	0.062	0.009	0.057	0.069	0.053	0.070	0.056	0.067
Sodium	mg/L	50	0.031	0.030	0.006	0.025	0.034	0.024	0.036	0.027	0.033
Potassium	mg/L	45	0.015	0.015	0.006	0.012	0.020	0.009	0.021	0.012	0.018
Calcium	mg/L	56	0.076	0.073	0.013	0.064	0.081	0.060	0.086	0.063	0.083
Magnesium	mg/L	47	0.015	0.016	0.002	0.014	0.018	0.014	0.018	0.015	0.017

Figura 16: Resultados Alvo do LIS 55 (2016) para a amostra 3. Fonte:

<http://www.qasac-americas.org/lis/summary/55>

### Sample 3 Results

Measurement	Units	N	Target	Median	$\text{Sigma}_{est}$	Good (25th to 75th percentiles)		Satisfactory (Median $\pm$ Sigma)		Meets Data Quality Objectives	
pH	pH units	66	4.67	4.70	0.07	4.63	4.73	4.63	4.77	4.63	4.77
Conductivity	$\mu\text{S/cm}$	62	21.6	21.6	0.7	21.0	22.0	20.9	22.3	20.1	23.1
Acidity (optional)	$\mu\text{eq/L}$	10	N/A	23.4	6.9	19.2	28.5	16.5	30.3	17.6	29.2
Sulfate as $\text{SO}_4^{2-}$	mg/L	67	2.343	2.366	0.071	2.334	2.430	2.295	2.437	2.201	2.531
Nitrate as $\text{NO}_3^-$	mg/L	71	1.215	1.207	0.054	1.156	1.230	1.153	1.261	1.123	1.291
Ammonium as $\text{NH}_4^+$	mg/L	70	0.444	0.435	0.019	0.419	0.445	0.416	0.453	0.405	0.464
Fluoride (optional)	mg/L	20	0.020	0.019	0.007	0.013	0.023	0.012	0.025	N/A	N/A
Chloride	mg/L	68	1.567	1.572	0.060	1.524	1.604	1.512	1.631	1.415	1.728
Sodium	mg/L	66	0.978	1.005	0.042	0.978	1.034	0.963	1.047	0.905	1.105
Potassium	mg/L	65	0.176	0.176	0.010	0.170	0.183	0.166	0.186	0.141	0.211
Calcium	mg/L	65	0.227	0.229	0.021	0.209	0.237	0.208	0.250	0.195	0.263
Magnesium	mg/L	63	0.117	0.118	0.006	0.112	0.121	0.112	0.124	0.107	0.129

#### 4. RESULTADOS

Após a realização das análises químicas, os resultados obtidos foram inseridos em tabelas no sítio eletrônico da rede da internet, conforme instruções constantes em <https://www.youtube.com/watch?v=O1h1-dEgdXg>, para então, serem processados (figura 17, 19, 21 e 23). Os resultados finais são disponibilizados e apresentados na forma de diagrama de anéis (figuras 18, 20, 22 e 24 para os lotes LIS52, LIS53, LIS54 e LIS55, respectivamente).

Figura 17 – Resultados analíticos obtidos para o Lote LIS52 pelo LAQUATEC

Sample	pH,pH units	conductivity,µS/cm	acidity,µeq/L	sulfate,SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> mg/L	nitrate,NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> mg/L	ammonium,NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> mg/L	fluoride,F <sup>-</sup> mg/L	chloride,Cl <sup>-</sup> mg/L	sodium,Na <sup>+</sup> mg/L	potassium,K <sup>+</sup> mg/L	calcium,Ca <sup>2+</sup> mg/L	magnesium,Mg <sup>2+</sup> mg/L	Ring Diagram
1	4.96 Z= 0.20	m	m	1.426 Z= - 0.70	0.634 Z= - 0.21	0.267 Z= 1.00	m	1.311 Z= 14.91	0.456 Z= - 1.00	0.699 Z= 58.00	0.159 Z= - 0.53	0.076 Z= - 0.50	
2	5.02 Z= 0.57	m	m	0.524 Z= - 0.43	0.570 Z= 0.00	0.184 Z= 5.00	m	0.675 Z= 43.21	0.062 Z= 0.28	0.590 Z= 142.75	0.035 Z= - 1.45	0.010 Z= - 2.00	
3	5.12 Z= 1.40	m	m	1.081 Z= - 0.74	0.727 Z= - 0.13	0.299 Z= 0.83	m	1.168 Z= 45.80	0.192 Z= 4.45	0.950 Z= 108.25	0.140 Z= - 0.50	0.050 Z= - 1.00	

Figura 18 – Diagrama de anéis para os resultados do lote LIS52 obtidos pelo LAQUATEC

#### Lab 700165 Brazil, LIS 2015 52 Ring Diagrams

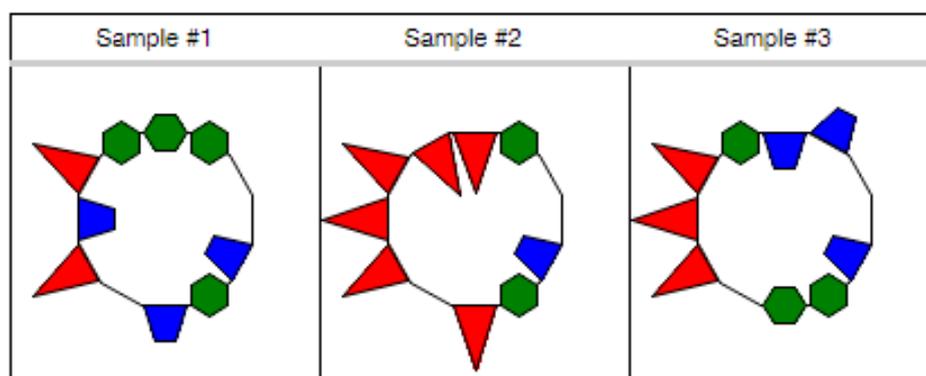


Figura 19 – Resultados analíticos obtidos para o Lote LIS53 pelo LAQUATEC.

Sample	pH,pH units	conductivity,µS/cm	acidity,µeq/L	sulfate,SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> mg/L	nitrate,NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> mg/L	ammonium,NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> mg/L	fluoride,F <sup>-</sup> mg/L	chloride,Cl <sup>-</sup> mg/L	sodium,Na <sup>+</sup> mg/L	potassium,K <sup>+</sup> mg/L	calcium,Ca <sup>2+</sup> mg/L	magnesium,Mg <sup>2+</sup> mg/L	Ring Diagram
1	4.88 Z= 1.83	m	m	1.926 Z= 0.00	0.971 Z= 0.03	0.383 Z= - 0.04	m	2.067 Z= 0.58	1.151 Z= 0.71	0.224 Z= 0.33	0.252 Z= - 0.75	0.112 Z= - 1.00	
2	4.48 Z= 1.00	m	m	5.413 Z= 0.50	4.084 Z= 0.40	1.351 Z= 0.22	m	2.132 Z= 0.43	1.346 Z= 0.00	0.293 Z= 0.00	0.778 Z= - 0.43	0.241 Z= - 0.00	
3	4.51 Z= 1.40	m	m	2.173 Z= 0.24	2.018 Z= 0.24	0.455 Z= - 0.11	m	0.280 Z= 0.00	0.192 Z= 0.20	0.045 Z= 0.14	0.241 Z= - 1.24	0.050 Z= - 0.80	

Figura 20 – Diagrama de anéis para os resultados do lote LIS53 obtidos pelo LAQUATEC.

### Lab 700165 Brazil, LIS 2015 53 Ring Diagrams

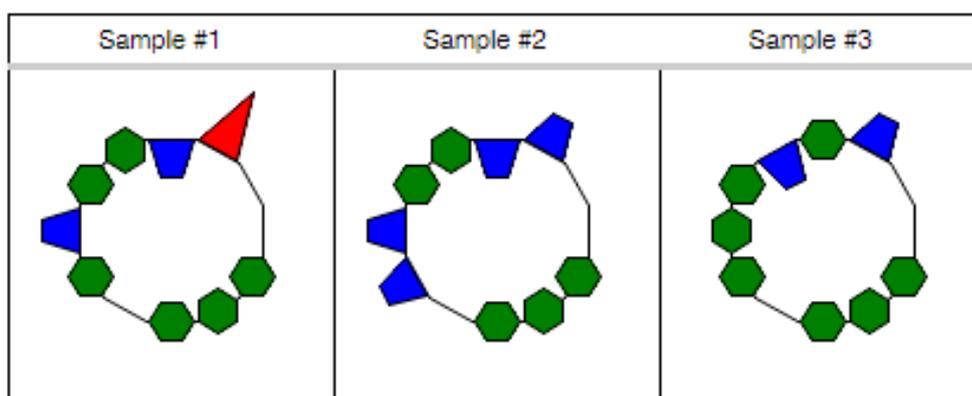


Figura 21 – Resultados analíticos obtidos para o Lote LIS54 pelo LAQUATEC.

Sample	pH,pH units	conductivity,µS/cm	acidity,µeq/L	sulfate,SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> mg/L	nitrate,NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> mg/L	ammonium,NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> mg/L	fluoride,F <sup>-</sup> mg/L	chloride,Cl <sup>-</sup> mg/L	sodium,Na <sup>+</sup> mg/L	potassium,K <sup>+</sup> mg/L	calcium,Ca <sup>2+</sup> mg/L	magnesium,Mg <sup>2+</sup> mg/L	Ring Diagram
1	4.68 Z= 1.14	14.7 Z= - 0.44	m	1.146 Z= - 2.75	0.999 Z= - 0.40	0.216 Z= 0.07	m	0.260 Z= - 0.72	0.148 Z= - 0.45	0.027 Z= - 0.50	0.110 Z= - 0.15	0.029 Z= - 0.07	
2	4.68 Z= 1.00	36.4 Z= - 0.42	m	4.028 Z= - 1.40	2.047 Z= - 0.63	0.772 Z= 0.32	m	3.499 Z= - 0.00	2.216 Z= 0.00	0.370 Z= - 0.62	0.622 Z= 0.72	0.252 Z= 1.14	
3	5.26 Z= 1.30	3.7 Z= - 1.50	m	0.201 Z= - 0.05	0.277 Z= 0.05	0.025 Z= - 0.50	m	0.027 Z= - 0.27	0.012 Z= - 0.20	0.004 Z= - 0.45	0.021 Z= - 0.43	0.006 Z= - 0.17	

Figura 22 – Diagrama de anéis para os resultados do lote LIS54 obtidos pelo LAQUATEC.

### Lab 700165 Brazil, LIS 2016 54 Ring Diagrams

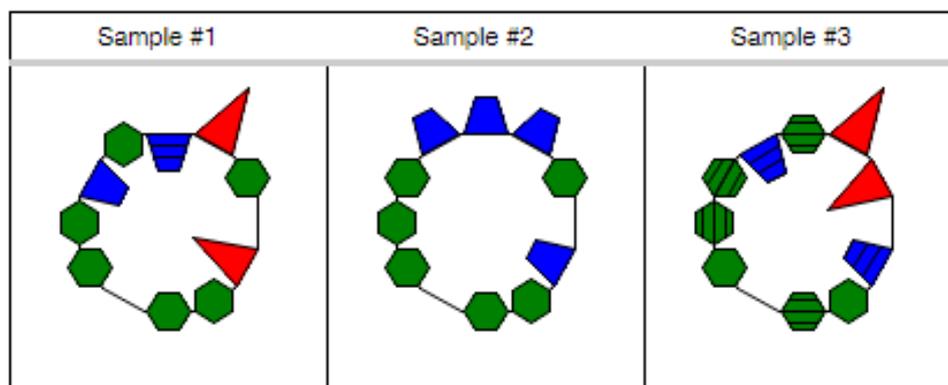
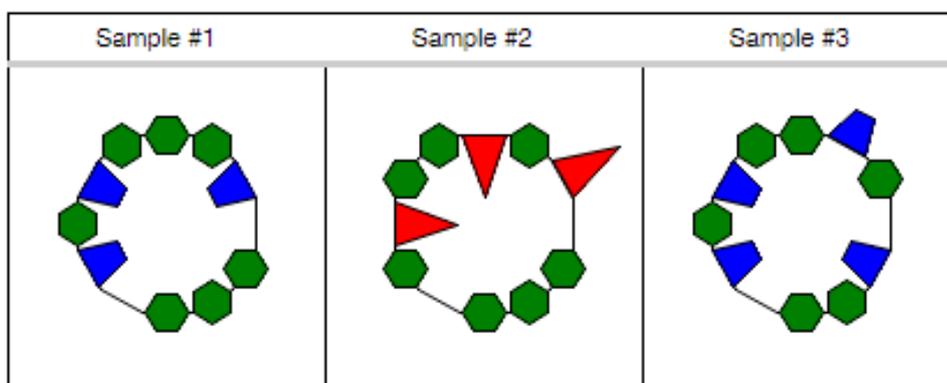


Figura 23 – Resultados analíticos obtidos para o Lote LIS55 pelo LAQUATEC.

Sample	pH, pH units	conductivity, $\mu\text{S/cm}$	acidity, $\mu\text{eq/L}$	sulfate, $\text{SO}_4^{2-}$ mg/L	nitrate, $\text{NO}_3^-$ mg/L	ammonium, $\text{NH}_4^+$ mg/L	fluoride, F mg/L	chloride, $\text{Cl}^-$ mg/L	sodium, $\text{Na}^+$ mg/L	potassium, $\text{K}^+$ mg/L	calcium, $\text{Ca}^{2+}$ mg/L	magnesium, $\text{Mg}^{2+}$ mg/L	Ring Diagram
1	5.34 Z= 0.44	21.3 Z= -1.00	m	2.643 Z= -0.39	1.667 Z= -0.33	0.711 Z= 0.50	m	2.195 Z= -0.82	1.416 Z= 0.09	0.268 Z= -1.00	0.467 Z= 0.52	0.203 Z= 0.13	
2	5.21 Z= 0.27	5.9 Z= 2.00	m	0.449 Z= -0.44	0.539 Z= -0.04	0.157 Z= 0.13	m	0.067 Z= 0.50	0.009 Z= -3.50	0.013 Z= -0.33	0.068 Z= -0.33	0.013 Z= -1.50	
3	4.75 Z= 0.71	21.2 Z= -0.57	m	2.318 Z= -0.05	1.185 Z= -0.41	0.445 Z= 0.53	m	1.522 Z= -0.33	1.005 Z= 0.00	0.165 Z= -1.10	0.234 Z= 0.24	0.118 Z= 0.00	

Figura 24 – Diagrama de anéis para os resultados do lote LIS55 obtidos pelo LAQUATEC.

### Lab 700165 Brazil, LIS 2016 55 Ring Diagrams



## 5. CONCLUSÃO E MELHORIAS A SEREM IMPLEMENTADAS

Devido a uma gama de resultados insatisfatórios apresentados na análise efetuada para amostra LIS 52, inseriu-se algumas melhorias nas metodologias empregadas como:

- ✓ Aquisição de novos padrões em substituição aos antigos e todos rastreados ao NIST tanto para análise por cromatografia a líquido de Íons (IC) como para ICP-OES.
- ✓ Utilização da técnica de ICP-OES para análise dos cátions (Na, K, Ca e Mg) no equipamento pertencente ao Laboratório de Combustão e Propulsão (LABCP) do INPE em Cachoeira Paulista.
- ✓ Utilização da “Curva Linear” para cálculo com a medição dos parâmetros pelo padrão 0 (água tipo 1), ao invés de um modelo de Curva Linear cujo zero seja estimado matematicamente.
- ✓ Aquisição de um condutivímetro possibilitando a comparação do valor teórico e prático e,
- ✓ Utilização de amostras certificadas e padrões de recuperação durante a análise para certificação da curva de calibração o que permitiu maior controle e conseqüentemente a melhora dos resultados obtidos.

Apesar da melhora dos resultados apresentados pelas implementação temos ainda, alguns cátions cujas determinações quantitativas devam ser otimizadas. Como no caso dos cátions sódio e potássio pela técnica do ICP-OES. Estas discrepâncias devem-se provavelmente a baixa concentração dos analitos ficando bem próximas a limites inferiores de detecção do equipamento na visão radial. Como passos futuros, pretende-se analisar estes íons na visão axial adequando aos sistemas de baixa concentração dos analitos.

## **6. APÊNDICE**

APÊNDICE A: Tabela geral com as conclusões finais.

APÊNDICE B: Dados dos Equipamentos utilizados

## 7. REFERÊNCIAS

FORTI, M. C.; ALCAIDE, R. L. M. Manual de procedimentos de cromatografia iônica do laboratório de aerossóis, soluções aquosas e tecnologias - LAQUATEC. São José dos Campos: INPE, 2011. v. 1. 52 p. (sid.inpe.br/mtc-m19/2011/06.03.13.41-MAN). Disponível em: < <http://mtc-m19.sid.inpe.br/col/sid.inpe.br/mtc-m19/2011/06.03.13.41/doc/publicacao.pdf> >.

FORTI, M. C.; ALCAIDE, R. L. M. PROTOCOLO DE DETERMINAÇÃO DE ÂNIOS INORGÂNICOS EM SOLUÇÕES AQUOSAS POR CROMATOGRÁFIA IÔNICA. São José dos Campos: INPE, 2012. v. 1. 27 p. (sid.inpe.br/mtc-m19/2012/01.20.16.17-NTC). Disponível em: <http://urlib.net/8JMKD3MGP7W/3B86KQ5>

MANUAL FOR THE GAW PRECIPITATION CHEMISTRY PROGRAMME, Guidelines, Data Quality Objectives and Standard Operating Procedures No 160. Prepared by: Gaw Precipitation Chemistry Science Advisory Group. Disponível em: <http://www.qasac-america.org/sites/default/files/GAW-Precip%20Chem%20Manual%20No.160.pdf#page=21>

MANUAL DE INSTRUÇÕES MEDIDOR DE pH/CONDUTIVIDADE 914. METROHM manual 8.912.8001EN/2014-06-30 – Fornecido pelo Fabricante.

APÊNDICE A: Tabela geral com as conclusões finais.

Rodada	Parâmetro	Metodologia	Conclusão Final		
			Sample 1	Sample 2	Sample 3
LIS 52 (2015)	pH	Eletrodo	Bom	Bom	Satisfatório
	Sulfato	IC	Satisfatório	Satisfatório	Satisfatório
	Nitrato	IC	Bom	Bom	Bom
	Amônio	IC	Satisfatório	Insatisfatório	Bom
	Cloreto	IC	Insatisfatório	Insatisfatório	Insatisfatório
	Sódio	IC	Satisfatório	Insatisfatório	Insatisfatório
	Potássio	IC	Insatisfatório	Insatisfatório	Insatisfatório
	Cálcio	IC	Bom	Insatisfatório	Bom
	Magnésio	IC	Bom	Insatisfatório	Satisfatório
LIS 53 (2015)	pH	Eletrodo	Insatisfatório	Satisfatório	Satisfatório
	Sulfato	IC	Bom	Bom	Bom
	Nitrato	IC	Bom	Bom	Bom
	Amônio	IC	Bom	Bom	Bom
	Cloreto	IC	Bom	Satisfatório	Bom
	Sódio	IC	Satisfatório	Satisfatório	Bom
	Potássio	IC	Bom	Bom	Bom
	Cálcio	IC	Bom	Bom	Satisfatório
	Magnésio	IC	Satisfatório	Satisfatório	Bom
LIS 54 (2016)	pH	Eletrodo	Insatisfatório	Satisfatório	Insatisfatório
	Condutividade	Condutimétrico	Bom	Bom	Insatisfatório
	Sulfato	IC	Insatisfatório	Satisfatório	Satisfatório
	Nitrato	IC	Bom	Bom	Bom
	Amônio	IC	Bom	Bom	Bom
	Cloreto	IC	Bom	Bom	Bom
	Sódio	IC	Bom	Bom	Bom
	Potássio	IC	Satisfatório	Bom	Bom
	Cálcio	ICP-OES	Bom	Satisfatório	Satisfatório
	Magnésio	ICP-OES	Satisfatório	Satisfatório	Bom
LIS 55 (2016)	pH	Eletrodo	Bom	Bom	Satisfatório
	Condutividade	Condutimétrico	Satisfatório	Insatisfatório	Bom
	Sulfato	IC	Bom	Bom	Satisfatório
	Nitrato	IC	Bom	Bom	Bom
	Amônio	IC	Bom	Bom	Bom
	Cloreto	IC	Satisfatório	Bom	Satisfatório
	Sódio	IC	Bom	Insatisfatório	Bom
	Potássio	IC	Satisfatório	Bom	Satisfatório
	Cálcio	ICP-OES	Bom	Bom	Bom
	Magnésio	ICP-OES	Bom	Insatisfatório	Bom

APÊNDICE B: Dados dos Equipamentos utilizados:

<b>Cromatógrafo a líquido de Íons (IC)</b>	Cromatógrafo Líquido de Íons com supressão Modelo: 850 Professional IC S/N: 1850000009102	Marca Metrohm	Patrimônio 091.323
	Módulo de extensão: Bomba para análise de cátions Modelo: 872 Extension Module S/N: 1872003010105	Marca Metrohm	Patrimônio 102.769
	Módulo de extensão: Detector Amperométrico Modelo: 791 VA Detector S/N: 1791001008102	Marca Metrohm	Patrimônio 091.323
	Interface Modelo: 771 IC Compact Interface S/N: 1771001007114	Marca Metrohm	Patrimônio 091.323
	Injetor Automático IC Modelo: 858 Professional Sampler Processor	Marca Metrohm	Patrimônio 102.770
<b>ICP-OES</b>	Modelo: iCAP7400 Duo S/N: IC74DC140705	Marca Thermo Scientific	Patrimônio 075527
<b>Peagâmetro/ Condutivímetro</b>	Modelo: 914 S/N: 1914002003252	Marca Metrohm	Patrimônio 109.714
<b>Balança Analítica</b>	Modelo: AUW220D S/N: D307800016	Marca Shimadzu	Patrimônio 092.138
<b>Purificador de água</b>	Ultra Purificador de água - Modelo: Master P&D	Marca GEHAKA	Patrimônio 092.454