



INTER  
FACES  
CIENTÍFICAS

SAÚDE E AMBIENTE

ISSN IMPRESSO 2316-3313

E - ISSN 2316-3798

DOI - 10.17564/2316-3798.2016v5n1p27-38

---

**IMPLANTAÇÃO DE METODOLOGIA APLICADA AO MONITORAMENTO DE METAIS EM OSTRAS, COMO SENTINELA DA CONTAMINAÇÃO DE ZN E CD DA BAÍA DE SEPETIBA/RJ**  
**IMPLEMENTATION OF A METHODOLOGY APPLIED TO METAL MONITORING IN OYSTERS AS SENTINEL FOR ZN AND CD CONTAMINATION IN SEPETIBA BAY/RJ**  
**METODOLOGÍA DE IMPLEMENTACIÓN APLICADAS A LA VIGILÂNCIA METAL EN LAS OSTRAS COMO INDICADOR DE LA CONTAMINACIÓN ZN Y CD EN LA BAHÍA DE SEPETIBA / RJ**

---

Natasha Leite Fernandes<sup>1</sup>  
Savério Martins Correa<sup>1</sup>  
Genilda Pressato da Rocha<sup>1</sup>

Natacha Martins Bomfim Barreto<sup>1</sup>  
Marcos Paulo Alves Lavatori<sup>1</sup>  
Joao Ricardo Fonseca Teixeira<sup>1</sup>

## RESUMO

O presente trabalho trata da implantação de uma metodologia analítica para o monitoramento da toxicidade provocada pelos metais cádmio e zinco na baía de Sepetiba mediante utilização ostras *Cassostrea rhizophorae* como bioindicadores. O processo de preparo das ostras utilizado nesta metodologia consiste em duas etapas: liofilização e digestão dos moluscos. Com a necessidade de se garantir a confiabilidade metrológica dos resultados, realizou-se a validação de acordo pelo documento orientativo DOC-CGCRE-08 revisão 04 do INMETRO. Foi realizado também o cálculo de estimativa de incerteza da

medição, procedimento que visa agregar, juntamente à validação, maior qualidade aos procedimentos de quantificação dos metais. A comprovação de que a metodologia desenvolvida alcançou o objetivo proposto, foi o reconhecimento junto ao Inmetro através da sua acreditação em 2014.

## PALAVRAS-CHAVE

Metais. Ostra. Metrologia.

## ABSTRACT

This paper describes the establishment of an analytical methodology for monitoring the toxicity caused by cadmium and zinc metals in Sepetiba Bay using *Crassostrea rhizophorae* oysters as biomarkers. The oyster preparation process used in this methodology consists in two steps: lyophilization and digestion. To ensure metrological reliability of the results, the validation of the methodology was performed according to INMETRO guidance document (DOC-CGCRE-08 Revision 04). The measurement uncertainty estimation

was also carried out to give together methodology validation, higher quality for metal measurement. The evidence that this methodology has achieved the proposed objective was INMETRO accreditation in 2014.

## KEYWORDS

Metals. Oysters. Metrology.

## RESUMEN

Este artículo trata sobre el establecimiento de una metodología analítica para el control de la toxicidad causada por el cadmio y zinc metales en la Bahía de Sepetiba mediante el uso de las ostras *Crassostrea rhizophorae* como biomarcadores. El proceso de preparación de las ostras utilizado esta metodología consiste en dos etapas: la liofilización y la digestión de los moluscos. Con la necesidad de garantizar la fiabilidad de los resultados metrológicos, hubo validación de acuerdo con el documento de orientación DOC- Cgcre - 08 Revisión 04 de INMETRO. También se llevó a cabo el procedimiento de cálculo de es-

timación de la incertidumbre de medida que tiene como meta sumar los procedimientos de validación, de mayor calidad para la medición de los metales. La prueba de que esta metodología ha logrado el objetivo propuesto fue el reconocimiento por el INMETRO través de su acreditación en 2014 .

## PALABRAS CLAVE

Metales. Ostra. Metrologia.

## 1 INTRODUÇÃO

Uma contínua avaliação do meio ambiente marinho tem levado a um aprimoramento das metodologias de monitoramento utilizadas. Na tentativa de determinar com maior precisão e acurácia o impacto causado em um ecossistema, depara-se com questões importantes como a escolha das ferramentas analíticas e biológicas.

Nenhum equipamento pode avaliar efeitos tóxicos, apenas os seres vivos podem informar sobre a toxicidade de uma substância. Por isso, é importante fazer uso de organismos vivos no monitoramento ambiental. A partir desta ideia, a escolha de um organismo sentinela para ser usado como bioindicador é fundamental para o sucesso do trabalho.

A utilização de moluscos bivalves, como a ostra *Cassostrea rhizophorae*, para serem sentinelas de contaminação, é aplicada em todo mundo. Seu processo de alimentação consiste em filtrar a água, o que possibilita o acúmulo de contaminantes em seu tecido, sendo de grande utilidade para avaliação do ambiente marinho.

Com a grande expansão industrial na região da baía de Sepetiba na década de 60, a Cia Mercantil Ingá (atualmente em estado falimentar) iniciou o processo de produção de cádmio e zinco. A baixa eficiência do processo culminou em um acúmulo de rejeitos sólidos, compostos principalmente por esses elementos, onde eram armazenados ao ar livre e lixiviados diretamente para a baía.

Em decorrência do problema apresentado, fez-se necessário a realização de um monitoramento na região, para avaliar o impacto causado por esta atividade. Por essa razão, considerando as características peculiares da ostra, implantamos uma metodologia

para analisamos cádmio e zinco no molusco, através da técnica de espectrometria de emissão com plasma (ICPOES), sendo utilizada como ferramenta do estudo ambiental realizado na baía. E, para garantir a confiabilidade metrológica dos resultados, realizou-se a validação do método e o cálculo da estimativa de incerteza de medição, a fim de comprovar a eficácia dessa metodologia de análise.

## 2 OBJETIVOS

Implantação de uma metodologia analítica para ser aplicada como ferramenta no monitoramento de zinco e cádmio na baía de Sepetiba, utilizando ostras da espécie *Cassostrea rhizophorae*. Realizar a validação do método e calcular a estimativa de incerteza de medição a fim de demonstrar que, nas condições em que é praticado, o método apresenta resultados confiáveis.

## 3 MATERIAIS E MÉTODOS

### 3.1 PROCESSO DE ABERTURA E *DIGESTÃO DAS OSTRAS*

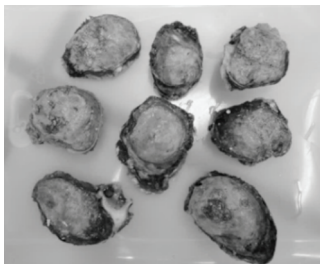
A diretriz de preparo das ostras para análise é, primeiramente, fazer um “pool” somente com os moluscos, desprezando-se a concha, a fim de se ter uma amostra com massa representativa.

Abaixo, estão descritas as etapas do processo de abertura:

Etapas 1: seleção das ostras

Foram selecionadas ostras com tamanhos próximos (figura 1).

Figura 1 - Ostras selecionadas.

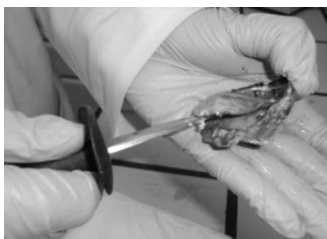


Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

Etapa 2: abertura da ostra

Lavou-se a concha da ostra para tirar todo o resíduo de areia e abriu-se com o auxílio de um abridor próprio, para retirada do molusco (figura 2).

Figura 2 - Abertura da ostra.

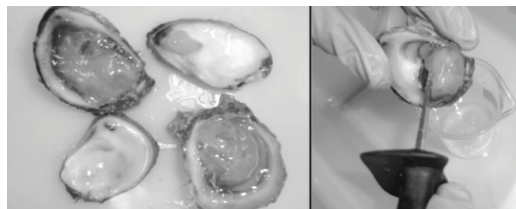


Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

Etapa 3: retirada do molusco da concha.

Com a concha da ostra aberta, lavou-se o molusco e transferiu-se para o bécher (figura 3).

Figura 3 - Abertura da ostra.

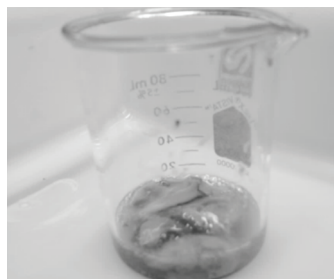


Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

Etapa 4: homogeneização do pool.

Com o auxílio de um mixer, misturou-se o pool de moluscos até que fosse totalmente processado (figura 4).

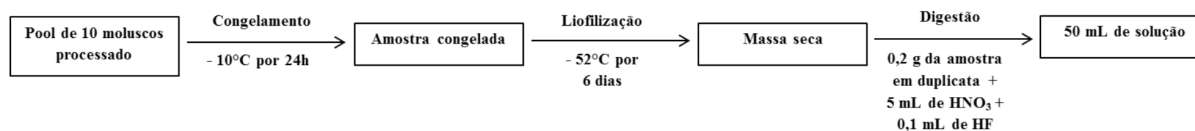
Figura 4 - Pool do molusco.



Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

O processo de digestão, após a preparação do pool, consistiu em congelar a amostra, liofilizar, pesar em duplicata a massa seca em balança analítica e, posteriormente digerir em digestor de micro-ondas. Em seguida, avolumadas com água tipo I, conforme esquematizado abaixo (figura 5).

Figura 5 - Esquema do processo para digestão da amostra.



Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

### 3.2 LEITURA DAS AMOSTRAS

O método para a quantificação dos metais cádmio e zinco tem como base o EPA 200.7 (Environmental Protection Agency), onde a leitura das amostras é re-

alizada no espectrômetro de emissão com plasma (IC-POES). Utilizou-se uma curva analítica para cádmio na faixa de 0,01 a 1,0 mg/L e para zinco uma faixa de 0,2 a 10 mg/L, nas condições descritas na tabela 1.

Tabela 1 - Condições de operação do ICP-OES marca Varian, modelo 720-ES.

Metal	Comprimento de Onda (nm)	Fluxo de Gás do Plasma (L/min)	Fluxo de Gás Auxiliar (L/min)	Potência do Plasma (KW)	Vista do Plasma
Cádmio	228.802	15.0	1.50	1.30	Axial
Zinco	213.857	15.0	1.50	1.30	Axial

Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

### 3.3 VALIDAÇÃO DA METODOLOGIA

Foi realizada a validação da metodologia, baseada no documento DOC-CGCRE-008 rev.04, do Inmetro, onde foram avaliados os seguintes parâmetros:

- Seletividade: testou-se a igualdade das inclinações das curvas analíticas, sendo uma com a matriz de ostra e a outra curva sem a matriz, aplicando-se o teste t student, com intervalo de 95% de confiança;
- Linearidade: após a comprovação de que não há efeito de matriz, fez-se um gráfico de resíduos da curva analítica sem matriz, para verificar possíveis tendências e, aplicou-se o teste de Cochran para avaliar a homocedasticidade da curva;
- Valores aberrantes: verificou-se a existência de valores aberrantes ao longo da faixa de trabalho, através do teste de Grubbs, para o nível de confiança de 95%;
- Limite de Quantificação (LQ): determinou-se o LQ, através de nove replicatas do primeiro ponto da curva analítica, segundo a equação 1.

$$LQ = 5s \quad (1)$$

Onde:

s = desvio padrão amostral obtido das nove replicatas do primeiro ponto da curva.

- Limite de Detecção (LD): determinou-se o LD, através de nove replicatas do primeiro ponto da curva analítica, segundo a equação 2;

$$LD = 0 + t_{(n-1, 1-\alpha)} \cdot s \quad (2)$$

Onde:

t = distribuição t *student*.

n = número de replicatas.

α = nível de confiança de 95 %.

s = desvio padrão amostral obtido das nove replicatas do primeiro ponto da curva.

- Recuperação: realizou-se um teste de recuperação, utilizando-se três níveis de concentração da curva analítica com a matriz de ostra, em triplicata. Calculou-se o percentual de recuperação, segundo as equação 3;

$$\text{Recuperação (\%)} = \left( \frac{C_{\text{experimental}}}{C_{\text{nominal}}} \right) \times 100 \quad (3)$$

- Repetibilidade: foi calculado para três níveis de concentração da curva analítica, realizada em triplicata, a média, o desvio padrão e o desvio padrão relativo (equação 4);

$$\text{RSD (\%)} = \left( \frac{X_m}{s} \right) \times 100 \quad (4)$$

Onde:

RSD = desvio padrão relativo.

$X_m$  = média entre as replicatas.

s = desvio padrão entre as replicatas.

- Precisão intermediária: Foi avaliada a precisão sobre a mesma amostra com cinco replicatas, na concentração de 0,4 mg/L de cádmio e outra amostra na concentração de 0,5 mg/L de zinco, utilizando o mesmo método, porém, diferindo nos equipamentos para determinação. Os resultados dos dois equipamentos foram comparados através de teste F, com intervalo de 95% de confiança;

### 3.4 ESTIMATIVA DE INCERTEZA DE MEDIÇÃO

As principais fontes de contribuição de incerteza avaliadas para o método em questão são provenientes do próprio modelo matemático utilizado para o cálculo da concentração dos metais na ostra. Assim, destacam-se as incertezas oriundas da curva analítica, balança e o balão utilizado para avolumar a amostra.

Utilizou-se a equação geral (5) para o cálculo da incerteza padrão combinada dos metais, onde se baseia nas derivadas parciais dos termos da equação do modelo matemático do método e a equação (6) para o cálculo da incerteza expandida:

$$u_c^2(x) = \left( \frac{\partial x}{\partial a} \times u_a \right)^2 + \left( \frac{\partial x}{\partial b} \times u_b \right)^2 + \left( \frac{\partial x}{\partial c} \times u_c \right)^2 + \dots + \left( \frac{\partial x}{\partial \infty} \times u_{\infty} \right)^2 \quad (5)$$

$$U = \mu_c^2 \times v_{eff} \quad (6)$$

Onde:

$U$  = incerteza expandida

$\mu_c^2$  = incerteza padrão combinada

$v_{eff}$  = graus de liberdade efetivos

Para avaliar as fontes de incerteza e montar a espinha de peixe, baseou-se no modelo matemático do método, conforme equação 7 abaixo:

$$C_{metal} (mg/Kg) = \frac{\left[ \frac{(C_1 - B) \times V}{M_1} \times D \right] + \left[ \frac{(C_2 - B) \times V}{M_2} \times D \right]}{2} \quad (7)$$

Onde:

$C_1$  = concentração da replicata 1 em mg/L.

$C_2$  = concentração da replicata 2 em mg/L.

B = concentração do branco em mg/L.

V = volume final em mL.

$M_1$  = massa da replicata 1.

$M_2$  = massa da replicata 2.

D = fator de diluição.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

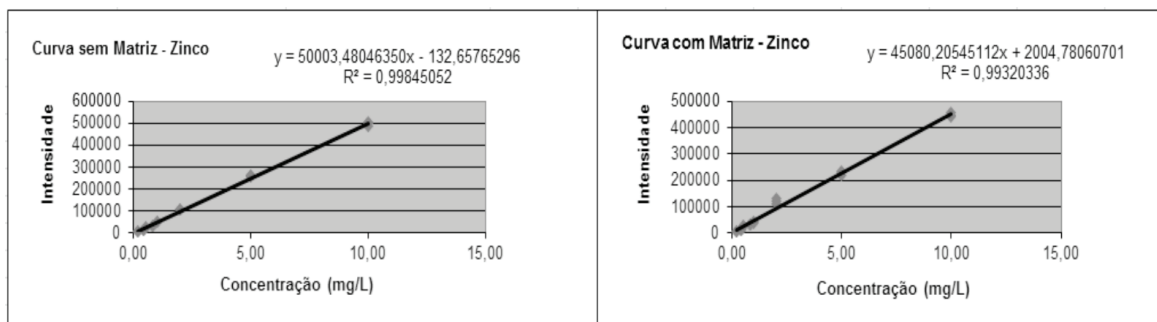
### 4.1 VALIDAÇÃO DO MÉTODO

A seguir, estão descritos os resultados obtidos no estudo de validação de cádmio e zinco na ostra:

- Seletividade

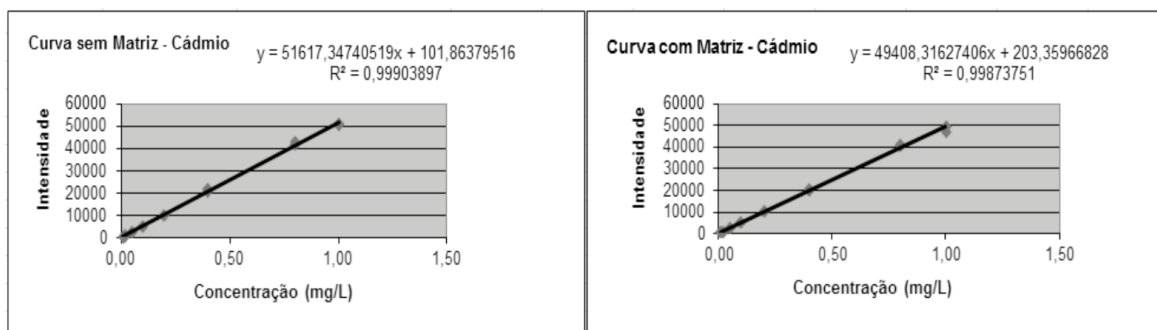
Avaliando a igualdade das inclinações das curvas com e sem matriz (figuras 6 e 7), pode-se garantir que não há interferências na quantificação de cádmio e zinco em ostras, demonstrando ser um método bem seletivo, uma vez que  $t_{calculado}$  foi menor que  $t_{tabelado}$ , conforme tabela 2.

Figura 6 - Comparação das curvas analíticas do zinco.



Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

Figura 7 - Comparação das curvas analíticas do cádmio.



Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

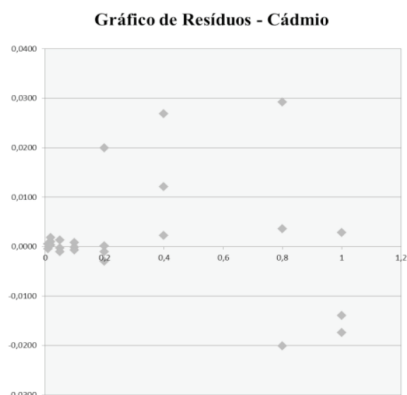
Tabela 2 - Resultados do teste de t Student.

Metal	t calculado	t tabelado
Cádmio	0,96	2,01
Zinco	1,69	2,01

Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

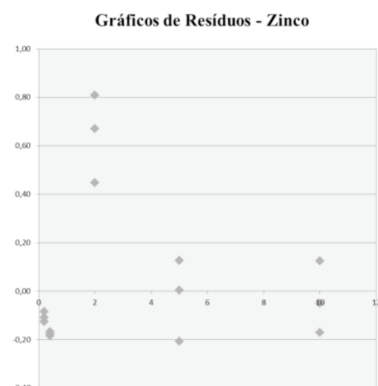
• Linearidade

Figura 8 - Avaliação de tendência do zinco.



Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

Figura 9 - Avaliação de tendência do zinco.



Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

Tabela 3 - Dados obtidos na regressão linear e teste de Cochran.

Metal	Linearidade (R <sup>2</sup> )	C <sub>calculado</sub>	C <sub>tabelado</sub>
Cádmiu	0,99904	0,4919	0,6161
Zinco	0,99320	0,3899	0,6838

Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

Analisando a tabela 3, podemos observar que a linearidade foi satisfatória, indicando que a curva analítica apresenta pontos bem correlacionados, comprovando que existe proporcionalidade entre a intensidade do sinal gerado no equipamento e a concentração do analito na amostra. No teste de Cochran, por apresentar  $C_{\text{calculado}} < C_{\text{tabelado}}$ , atesta a homocedasticidade da curva, o que permite a utilização do método de regressão linear.

Nas figuras 8 e 9, tanto para cádmio quanto para zinco, não foi observado tendências no gráfico de resíduos, uma vez que a distribuição dos pontos está bem aleatória.

• Valores aberrantes

Segundo o critério de aceitação para o teste de Grubbs,  $G_{\text{superior}}$  e  $G_{\text{inferior}} < 1,156$  (valor tabelado para  $n = 3$ ), em nenhum dos níveis de concentração estudados foram observados valores aberrantes, conforme as tabelas 4 e 5, comprovando que a faixa de trabalho pode ser aplicada para duas matrizes, o que confirma a seletividade do método.

Tabela 4 - Teste de Grubbs para valores aberrantes no cádmio.

Concentração (mg/L)	Curva sem Matriz		Curva Com Matriz	
	G <sub>superior</sub>	G <sub>inferior</sub>	G <sub>superior</sub>	G <sub>inferior</sub>
0,010	1,107	0,837	0,662	1,150
0,020	0,788	1,125	1,025	0,973
0,050	1,027	0,970	1,097	0,862
0,100	1,014	0,986	1,071	0,910
0,200	1,063	0,923	0,902	1,076
0,400	0,993	1,007	0,827	1,111
0,800	0,749	1,135	1,092	0,872
1,000	0,903	1,075	1,041	0,953

Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)



Tabela 5 - Teste de Grubbs para valores aberrantes no zinco.

Concentração (mg/L)	Curva sem Matriz		Curva com Matriz	
	G <sub>superior</sub>	G <sub>inferior</sub>	G <sub>superior</sub>	G <sub>inferior</sub>
0,20	1,009	0,991	1,047	0,945
0,40	0,650	1,151	1,015	0,984
0,50	1,014	0,986	1,141	0,723
0,80	0,876	1,089	0,995	1,005
1,00	1,085	0,885	0,781	1,127
2,00	1,146	0,698	0,911	1,070
5,00	0,956	1,039	0,904	1,074

Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

- Limite de Quantificação e Limite de Detecção

Os limites foram satisfatórios, considerando que a quantificação é realizada em equipamento com alta sensibilidade. Como a unidade é expressa em massa, foi convertida para mg/Kg.

Tabela 7 - Avaliação da recuperação para zinco e cádmio.

Matriz (ostra) + padrão - Zinco			Matriz (ostra) + padrão - Cádmio		
Concentração Nominal (mg/L)	Concentração Experimental (mg/L)	Recuperação (%)	Concentração Nominal (mg/L)	Concentração Experimental (mg/L)	Recuperação (%)
0,50	0,51	<b>102,13</b>	0,010	0,010	<b>96,74</b>
0,50	0,53		0,010	0,009	
0,50	0,51		0,010	0,010	
1,00	0,99	<b>98,61</b>	0,100	0,098	<b>98,34</b>
1,00	0,94		0,100	0,097	
1,00	0,97		0,100	0,097	
10,00	9,91	<b>99,07</b>	0,800	0,812	<b>101,49</b>
10,00	10,08		0,800	0,804	
10,00	9,79		0,800	0,829	

Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

Tabela 6 - Expressão do LQ e LD para zinco e cádmio.

Zinco		Cádmio	
nº de replicatas	9	nº de replicatas	9
Desvio Padrão Amostral	0,82	Desvio Padrão Amostral	0,03
Distribuição t student	2,306	Distribuição t student	2,306
LQ	4,12 mg/Kg	LQ	0,16 mg/Kg
LD	1,90 mg/Kg	LD	0,07 mg/Kg

Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

- Recuperação

As concentrações estudadas apresentadas na tabela 7 apresentaram boa recuperação, ficando em torno de ± 2% para zinco e ± 4% para cádmio, em vista da complexidade da matriz.

• Repetibilidade

dicando que o método possui boa precisão quando executado sempre nas mesmas condições de análise, segundo dados na tabela 8:

Os três níveis de concentração estudados apresentaram desvio padrão relativo menor que 5%, in-

Tabela 8 - Estudo de repetibilidade para cádmio e zinco.

Zinco				Cádmio			
Concentração Nominal (mg/L)	x Concentração Experimental Média (mg/L)	s	RSD%	Concentração Nominal (mg/L)	Concentração Experimental Média (mg/L)	s	RSD %
<b>0,5</b>	0,52	0,01	<b>2,37</b>	<b>0,02</b>	0,018	0,001	<b>4,14</b>
<b>1,0</b>	0,85	0,02	<b>1,88</b>	<b>0,20</b>	0,197	0,002	<b>0,81</b>
<b>10,0</b>	9,92	0,15	<b>1,50</b>	<b>1,00</b>	0,983	0,003	<b>0,31</b>

Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

• Precisão Intermediária

Conforme observado na tabela 9, não houve diferenças estatísticas significativas entre os resultados

obtidos nos dois equipamentos, permitindo que a análise de cádmio e zinco na ostra seja feita em ambos.

Tabela 9 - Ensaio de repetibilidade para cádmio e zinco.

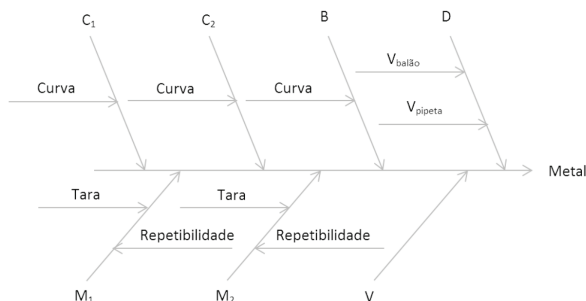
Cádmio			Zinco		
Amostra	Equipamento 1 Concentração lida (mg/L)	Equipamento 2 Concentração lida (mg/L)	Amostra	Equipamento 1 Concentração lida (mg/L)	Equipamento 2 Concentração lida (mg/L)
1	0,418	0,403	1	0,503	0,495
2	0,401	0,400	2	0,502	0,508
3	0,425	0,406	3	0,511	0,527
4	0,410	0,402	4	0,530	0,516
5	0,407	0,408	5	0,507	0,538
<b>F<sub>calculado</sub></b>		4,3901	<b>F<sub>calculado</sub></b>		0,6516
<b>F<sub>tabelado</sub></b>		7,7086	<b>F<sub>tabelado</sub></b>		7,7086

Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

## 4.2 CÁLCULO DA ESTIMATIVA DE INCERTEZA DE MEDIÇÃO

A seguir, está esquematizada a espinha de peixe (figura 9), onde cada fonte de incerteza na vertical é uma variável do modelo matemático e, as horizontais, são as fontes secundárias.

Figura 9 - Fontes de incerteza na análise de cádmio e zinco na ostra.



Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

Após estabelecer as fontes de incerteza, aplicou-se o modelo matemático na fórmula geral para cálculo da incerteza combinada, conforme equação 8:

$$u_{\text{metal}}^2 = \left(\frac{\partial C_{\text{metal}}}{\partial C_1} \times u_{C_1}\right)^2 + \left(\frac{\partial C_{\text{metal}}}{\partial C_2} \times u_{C_2}\right)^2 + \left(\frac{\partial C_{\text{metal}}}{\partial B} \times u_B\right)^2 + \left(\frac{\partial C_{\text{metal}}}{\partial D} \times u_D\right)^2 + \left(\frac{\partial C_{\text{metal}}}{\partial M_1} \times u_{M_1}\right)^2 + \left(\frac{\partial C_{\text{metal}}}{\partial M_2} \times u_{M_2}\right)^2 + \left(\frac{\partial C_{\text{metal}}}{\partial V} \times u_V\right)^2 \quad (8)$$

Na tabela 10, constam os resultados obtidos para a estimativa de incerteza de medição.

Tabela 10 - Resultados da incerteza de medição.

Elemento	Cádmio	Zinco
Nível de Concentração (mg/L)	1,0 mg/Kg	20,0 mg/Kg
Incerteza Padrão Combinada ( $\mu_C^2$ )	0,57	3,49
Graus de Liberdade Efetivos ( $v_{\text{eff}}$ )	2	2

Elemento	Cádmio	Zinco
Incerteza Expandida ( $U$ )	1,14 mg/Kg	6,98 mg/Kg

Fonte: FERNANDES, N. L. et al (2015)

Este resultado refere-se ao nível de concentração de 1,0 mg/Kg de cádmio e 20,0 mg/Kg de zinco na ostra, que correspondem a concentração do primeiro ponto da curva analítica de cada metal.

A incerteza irá variar conforme varia a concentração do analito.

## 5 CONCLUSÃO

Os resultados estatísticos dos ensaios demonstraram-se satisfatórios para todos os critérios de aceitação dos parâmetros utilizados na validação, atestando que a método implantado oferece confiabilidade metrológica. E, o reconhecimento junto ao Inmetro, através da acreditação, comprova que a metodologia alcançou o objetivo proposto.

## 6 RECONHECIMENTOS

Os autores agradecem ao Sistema Firjan pelo estímulo a produção científica.

## REFERÊNCIAS

COOPERATION ON INTERNATIONAL TRACEABILITY IN ANALYTICAL CHEMISTRY – CITAC. **Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement**. Guide CG.4. 3 ed. Eurachem: QUAM. 2012.

ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY- EPA . EPA 2007: Determination of Metals and Trace Elements

in Water and Waste by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry.

FILHO, A. et al. Utilização de macrófitas marinhas no monitoramento da contaminação por metais pesados: O caso da Baía de Sepetiba. **Acta Botânica Brasileira**, v. 12, 411-419 p. 1998.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA - INMETRO. **Orientações sobre validação de métodos analíticos- DQO-CGCRE-008**. 04 jul. 2011.

SKOOG, D. A. et al. **Fundamentos da Química Analítica**. Trad. 8 ed. São Paulo: Thomson, 2007.

---

Recebido em: 29 de Maio de 2016  
Avaliado em: 30 de Maio de 2016  
Aceito em: 3 de Junho de 2016

---

1. Instituto SENAI de Tecnologia Ambiental /Sistema Firjan, Rio de Janeiro, Brasil