

LARISSA CANDIAN FERREIRA

**COMPARAÇÃO DE LEITURAS DE TURBIDEZ DE AMOSTRAS DE ÁGUA BRUTA
E TRATADA EM DIFERENTES EQUIPAMENTOS: CONTRIBUIÇÕES À
PORTARIA MS Nº 2914/2011**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

VIÇOSA
MINAS GERAIS - BRASIL
2018

**Ficha catalográfica preparada pela Biblioteca Central da Universidade
Federal de Viçosa - Câmpus Viçosa**

T

F383c
2018
Ferreira, Larissa Candian, 1991-
Comparação de leituras de turbidez de amostras de água
bruta e tratada em diferentes equipamentos : contribuições à
Portaria MS nº 2914/2011 / Larissa Candian Ferreira. – Viçosa,
MG, 2018.
xiv, 93 f. : il. (algumas color.) ; 29 cm.

Inclui anexos.

Orientador: Rafael Kopschitz Xavier Bastos.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Viçosa.

Referências bibliográficas: f. 82-88.

1. Água - Qualidade - Medição. 2. Turbidez. 3. Água -
Estações de tratamento. I. Universidade Federal de Viçosa.
Departamento de Engenharia Civil. Programa de Pós-Graduação
em Engenharia Civil. II. Título.

CDD 22. ed. 628.161

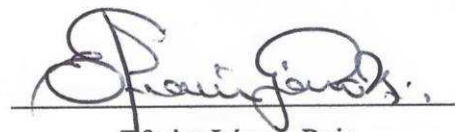
LARISSA CANDIAN FERREIRA


**COMPARAÇÃO DE LEITURAS DE TURBIDEZ DE AMOSTRAS DE ÁGUA BRUTA
E TRATADA EM DIFERENTES EQUIPAMENTOS: CONTRIBUIÇÕES À
PORTARIA MS Nº 2914/2011**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

Aprovada: 19 de fevereiro de 2018.


Daniel Adolpho Cerqueira


Efraim Lázaro Reis


Ann Honor Munteer
(Presidente)

AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente, a Deus, que em Sua bondade e misericórdia infinitas, guiou meus passos ao longo de toda essa jornada.

Agradeço aos meus pais, Alba e Vancir, por serem minha base, meu lar e minha vida.

Agradeço à minha “gêmea”, Lívia, por ser a irmã-companheira mais fiel que eu poderia ter.

Agradeço à minha família, avó, tios/as e primos/as, por sempre estarem torcendo e contribuindo para meu sucesso.

Agradeço ao professor Rafael Bastos, orientador e amigo, pela parceria pessoal e profissional que já se estende há cinco anos, desde a orientação no projeto final de curso.

Agradeço aos ex e atuais funcionários da Divisão de Água e Esgotos da Universidade Federal de Viçosa (DAG UFV): ao Gustavo, Janderson e João, por terem colaborado em diversos momentos ao longo da pesquisa e terem feito meu trabalho acontecer; ao Vitor, pela presteza e prontidão de sempre; ao Sebastião, Zé Geraldo, Cícero, Vanderlei, Eduardo, Daniel, Raimundo e Silvério, com os quais tive a honra de dividir muitas das minhas manhãs e tardes de trabalho no laboratório da DAG.

Agradeço à Mariana, melhor estagiária que eu poderia ter, pela competência e cumplicidade.

Agradeço ao Thiago, estagiário que foi “adotado” por mim e que contribuiu de diversas formas para o sucesso deste trabalho.

Agradeço ao professor Nicácio e seus estagiários, Gabriel e Jamile, pela solicitude com que contribuíram para o funcionamento de equipamentos essenciais à pesquisa.

Agradeço às/aos queridas/os amigas/os, ex e atuais frequentadores da salinha da pós-graduação: Lia, Vivian, Iván, Bruno, Rosane, Bárbara, Gabi, Thais, Lorrana, Karina, Adriana, Carol, Keila, Puiatti, Paula, Deysiane... Cada um/a, à sua maneira, me deu forças para seguir adiante e contribuiu para tornar meus dias na salinha – e fora dela – muito mais felizes.

Agradeço às empresas colaboradoras, PoliControl e Digimed, pelo empréstimo de equipamentos para a pesquisa.

Agradeço à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela concessão da bolsa de estudos de mestrado.

Agradeço à Universidade Federal de Viçosa (UFV) pelos melhores nove anos da minha vida.

Agradeço ao Departamento de Engenharia Civil (DEC) e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da UFV (PPGEC-UFV) pela oportunidade de realização do mestrado.

Agradeço à Juliana por ter me apontado o caminho para abrir as asas.

Agradeço à proprietária e aos funcionários do Vitrola Café (Ethel, prof. Peternelli, Renan, Karina e Eliana), por terem se tornado minha família nessa reta final.

Agradeço à Glória, companheira de casa e amiga para a vida toda, por ter compartilhado comigo as alegrias e dissabores desse caminho que escolhemos trilhar.

Agradeço ao Mateus por nunca ter deixado de estar perto.

Agradeço às queridas amigas Paula, Val, Maíra, Ana Marília e Fabi que, de longe ou de perto, estiveram sempre presentes nos meus dias bons e ruins.

Agradeço, enfim, a todos/as os/as amigos/as que fiz em Viçosa desde que escolhi morar aqui.

Obrigada por acreditarem em mim!

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	vi
LISTA DE QUADROS	viii
LISTA DE TABELAS	ix
RESUMO	xi
ABSTRACT	xiii
1. INTRODUÇÃO	1
1.1. Caracterização do problema	1
1.2. Hipótese	3
1.3. Objetivos	3
2. REVISÃO DE LITERATURA	3
2.1. Turbidez como parâmetro de qualidade da água	3
2.1.1. Definição, causas, histórico e quantificação de turbidez	3
2.1.2. Princípio de medição e características dos turbidímetros modernos	6
2.2. Metrologia aplicada à medição de turbidez	14
2.2.1. Medição: aspectos conceituais introdutórios	14
2.2.2. Erro e incerteza de medição	16
2.2.2.1. Tipos e estimativa dos erros de medição	16
2.2.2.2. Incerteza	20
2.2.2.3. Fontes de erros e minimização do erro de medição	21
2.2.2.4. Aplicações à medição de turbidez	22
2.2.3. Calibração de sistemas de medição	25
2.2.4. Controle estatístico da qualidade	30
2.3. Controle da turbidez para a segurança da água para consumo humano	33
2.3.1. Significado do controle de turbidez	33
2.3.2. Turbidez em normas e diretrizes de qualidade da água para consumo humano como indicador da qualidade parasitológica da água	34
2.3.3. Estudos de variabilidade de medidas de turbidez	37
3. MATERIAL E MÉTODOS	39
3.1. Descrição dos ensaios	39
3.1.1. Estudo 1	40
3.1.2. Estudo 2	42
3.2. Descrição dos equipamentos	42

3.2.1. Turbidímetros portáteis	42
3.2.2. Turbidímetro de bancada	43
3.2.3. Turbidímetros <i>on line</i>	44
3.3. Análise estatística dos dados	45
3.3.1. Sistematização inicial dos dados	45
3.3.2. Testes de diferenças entre leituras de turbidez.....	46
3.3.3. Teste de confiabilidade das medidas de turbidez em relação a um padrão	47
3.3.4. Estimativa de validade das medidas de turbidez em relação a um padrão	48
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	49
4.1. Estudo 1	49
4.1.1. Considerações iniciais	49
4.1.2. Estatística descritiva dos dados de turbidez	53
4.1.3. Testes de diferenças entre leituras de turbidez	57
4.1.4. Teste de confiabilidade das leituras de turbidez	61
4.1.5. Estimativa de validade das leituras de turbidez	64
4.1.6. Síntese dos resultados do Estudo 1	65
4.2. Estudo 2	67
4.2.1. Considerações iniciais	67
4.2.2. Estatística descritiva dos dados de turbidez	73
4.2.3. Testes de diferenças entre leituras de turbidez	74
4.2.4. Teste de confiabilidade das leituras de turbidez	76
4.2.5. Estimativa de validade das leituras de turbidez	78
4.2.6. Síntese dos resultados do Estudo 2	79
5. CONCLUSÕES	80
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	82
ANEXOS	89

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Turbidímetro à vela de Jackson	5
Figura 2. Síntese da formazina	5
Figura 3. Sistema ótico de um nefelômetro	6
Figura 4. Ilustração de turbidímetros <i>on line</i> (a), portátil (b) e de bancada (c)	13
Figura 5. Turbidímetro digital portátil com indicação direta de 0,52 uT	16
Figura 6. Exemplificação de erros aleatórios e sistemáticos em um teste de balística	18
Figura 7. Conjunto de padrões de formazina utilizados na calibração do turbidímetro digital portátil representado na Figura 5	28
Figura 8. Modelo de turbidímetro <i>on line</i> (a) e solução padrão de formazina com concentração igual a 4000 uT (b) utilizada para calibração desse equipamento	29
Figura 9. Erlenmeyers contendo, da esquerda para a direita, amostras de água bruta (AB), decantada (AD) e filtrada (filtro 1 – F1, filtro 2 – F2 e F1 + F2 – AF), previamente ao início da sequência de análises	41
Figura 10. Distribuição de frequência dos dados de turbidez da água bruta da ETA UFV nos períodos de chuva e seca (valores obtidos com o equipamento TB e pelo operador OP1 durante o Estudo 1, maio de 2015 a março de 2016)	50
Figura 11. Distribuição de frequência (a) e frequência acumulada (b) dos dados de turbidez da água decantada da ETA UFV (valores obtidos com o equipamento TB e pelo operador OP1 durante o Estudo 1, maio de 2015 a junho de 2016)	51
Figura 12. Distribuição de frequência (a) e frequência acumulada (b) dos dados de turbidez da água filtrada da ETA UFV (valores obtidos com o equipamento TB e pelo operador OP1 durante o Estudo 1, maio de 2015 a junho de 2016)	52
Figura 13. Distribuição de frequência dos dados de turbidez da água bruta da ETA UFV nos períodos de chuva e seca (valores obtidos com o equipamento TB e pelo operador OP1 durante o Estudo 2, julho de 2016 a setembro de 2017)	67
Figura 14. Leituras de turbidez da água bruta obtidas com o turbidímetro de bancada (TB) e com o turbidímetro <i>on line</i> TO1, ao longo do Estudo 2 (julho de 2016 a setembro de 2017)	68
Figura 15. Leituras de turbidez da água decantada obtidas com o turbidímetro de bancada (TB) e com o turbidímetro <i>on line</i> TO1, ao longo do Estudo 2 (julho de 2016 a setembro de 2017)	69

Figura 16. Leituras de turbidez da água filtrada (filtro 1) obtidas com o turbidímetro de bancada (TB) e com o turbidímetro <i>on line</i> TO1, ao longo do Estudo 2 (julho de 2016 a setembro de 2017)	70
Figura 17. Leituras de turbidez da água filtrada (filtro 2) obtidas com o turbidímetro de bancada (TB) e com o turbidímetro <i>on line</i> TO1, ao longo do Estudo 2 (julho de 2016 a setembro de 2017)	71
Figura 18. Leituras de turbidez da água filtrada (filtro 1 + filtro 2) obtidas com o turbidímetro de bancada (TB) e com os turbidímetros <i>on line</i> TO1 e TO2, ao longo do Estudo 2 (julho de 2016 a setembro de 2017)	72

LISTA DE QUADROS

Quadro 1. Interferências típicas associadas à medição de turbidez	7
Quadro 2. Princípios de funcionamento, características, aplicações e faixas de leitura aproximadas de instrumentos de medição de turbidez	10
Quadro 3. Principais características e usos dos turbidímetros avaliados	45

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Número de dados em cada intervalo de valores de turbidez durante o Estudo 1, distribuídos por equipamento e operador	53
Tabela 2. Estatística descritiva dos dados de turbidez na faixa de 0,00 a 0,30 uT, por operador e equipamento, Estudo 1	54
Tabela 3. Estatística descritiva dos dados na faixa de 0,31 a 0,50 uT, por operador e equipamento, Estudo 1	55
Tabela 4. Estatística descritiva dos dados na faixa de 0,51 a 1,0 uT, por operador e equipamento, Estudo 1	55
Tabela 5. Estatística descritiva dos dados na faixa de 1,1 a 5,0 uT, por operador e equipamento, Estudo 1	56
Tabela 6. Estatística descritiva dos dados na faixa de 5,0 a 10 uT, por operador e equipamento, Estudo 1	56
Tabela 7. Resultado do teste Tukey para o intervalo de 0,00 a 0,30 uT, Estudo 1	57
Tabela 8. Resultado do teste Tukey para o intervalo de 0,31 a 0,50 uT, Estudo 1	58
Tabela 9. Resultado do teste Tukey para o intervalo de 0,51 a 1,0 uT, Estudo 1	58
Tabela 10. Resultado do teste Tukey para o intervalo de 1,0 a 5,0 uT, Estudo 1	59
Tabela 11. Resultado do teste Tukey para o intervalo de 5,1 a 10 uT, Estudo 1	60
Tabela 12. Concordância entre pares de valores de turbidez até 0,30 uT, Estudo 1	62
Tabela 13. Concordância entre pares de valores de turbidez até 0,50 uT, Estudo 1	63
Tabela 14. Valores calculados de proporção global de concordâncias observadas (Po), proporção global de concordâncias esperadas (Pe) e índice Kappa (K), para os pontos de corte de 0,30 e 0,50 uT, Estudo 1	63
Tabela 15. Valores calculados de sensibilidade (S) e especificidade (E), para os pontos de corte de 0,30 e 0,50 uT, Estudo 1	65
Tabela 16. Estatística descritiva dos dados de turbidez das águas bruta, decantada e filtrada, separados por equipamento, Estudo 2	74
Tabela 17. Resultado do teste Tukey para as águas bruta, decantada, filtrada 1 e filtrada 2, Estudo 2	75
Tabela 18. Resultado do teste Tukey para a água filtrada (filtro 1 + filtro 2), Estudo 2	75
Tabela 19. Concordância entre pares de valores de turbidez até 0,30 uT, Estudo 2	77
Tabela 20. Concordância entre pares de valores de turbidez até 0,50 uT, Estudo 2	77

Tabela 21. Valores calculados de proporção global de concordâncias observadas (P_o), proporção global de concordâncias esperadas (P_e) e índice Kappa (K), para os pontos de corte de 0,30 e 0,50 uT, Estudo 2	78
Tabela 22. Valores calculados de sensibilidade (S) e especificidade (E), para os pontos de corte de 0,30 e 0,50 uT, Estudo 2	79

RESUMO

CANDIAN FERREIRA, Larissa, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, fevereiro de 2018. **Comparação de leituras de turbidez de amostras de água bruta e tratada em diferentes equipamentos: contribuições à Portaria MS nº 2914/2011.** Orientador: Rafael Kopschitz Xavier Bastos.

Neste trabalho, avaliou-se a confiabilidade analítica e diferenças entre leituras de turbidez de amostras de água bruta, decantada e filtrada da Estação de Tratamento de Água da Universidade Federal de Viçosa tendo em conta dois dos principais fatores de interesse na medição de turbidez: operadores e equipamentos. Foram utilizados quatro turbidímetros portáteis (três de mesma marca e modelo), seis equipamentos *on line* (cinco de mesma marca e modelo) e um de bancada. A pesquisa foi dividida em dois estudos: (i) Estudo 1, entre maio de 2015 e março de 2016, quando foram avaliadas diferenças entre leituras de turbidez realizadas por dois operadores com os equipamentos portáteis e de bancada; (ii) Estudo 2, entre de julho de 2016 e setembro de 2017, no qual foram avaliadas diferenças entre leituras fornecidas pelos equipamentos de bancada e *on line*. Nos dois estudos, o turbidímetro de bancada foi assumido como o equipamento padrão (aquele que forneceria os valores “verdadeiros” de turbidez). Tendo isso em conta e tomando como referência os limites especificados na norma brasileira de qualidade da água para consumo humano para turbidez de efluentes de filtros rápidos - 0,50 uT (máximo permitido) e 0,30 uT (recomendação), foram avaliadas a confiabilidade (acurácia) das medidas de turbidez, além da sensibilidade e especificidade dos equipamentos (respectivamente, a capacidade de detectar valores inferiores e acima dos valores de referência). Em geral, o teste de confiabilidade demonstrou que a acurácia das medidas fornecidas pelos demais equipamentos em relação ao turbidímetro de bancada foi baixa, particularmente para medidas abaixo de 0,3 uT no caso dos turbidímetros portáteis e entre 0,3-0,5 uT no caso dos equipamentos *on line*. Também em linhas gerais, os turbidímetros portáteis e *on line* apresentaram elevada sensibilidade, mas especificidade mais baixa, comparativamente ao equipamento de bancada. Testes estatísticos de diferença de médias mostraram que no Estudo 1 houve diferença significativa entre as leituras realizadas pelos dois operadores nas faixas de valores mais baixas de turbidez (até 0,50 uT); entre equipamentos, as diferenças foram maiores também para valores mais baixos de turbidez e diminuíram em mais valores altos (não houve diferença significativa na faixa de 5,1 a 10 uT). No Estudo 2, foram observadas diferenças significativas entre os todos os equipamentos e para todas os tipos de água, com o equipamento de bancada apresentando leituras maiores do

que um dos equipamentos *on line*, porém mais baixas que as do outro. Não obstante, todas as diferenças foram muito pequenas em magnitude, particularmente nas leituras de turbidez de água filtrada. Conclui-se que o atendimento dos limites de turbidez de água filtrada especificados na norma brasileira de qualidade da água para consumo humano pode ser verificado independentemente do equipamento utilizado

ABSTRACT

CANDIAN FERREIRA, Larissa, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, February, 2018. **Comparison of turbidity measurements of raw and treated water samples in different instruments: contributions to the Brazilian drinking-water quality regulation.** Adviser: Rafael Kopschitz Xavier Bastos.

In this work, the analytical reliability and differences between turbidity readings of raw, settled and filtered water samples from the University of Viçosa water treatment plant were evaluated taking into account two of the main factors of interest in turbidity measurements: operators and instruments. Four portable turbidimeters (three of the same brand and model), six online instruments (five of the same brand and model) and one benchtop turbidimeter were used. The research was comprised of two separate studies: (i) Study 1, from May 2015 to March 2016, when differences between turbidity readings carried out by two operators using portable and benchtop instruments were compared; (ii) Study 2, from July 2016 to September 2017, in which differences between readings provided by the bench and the online instruments were evaluated. In both studies, the benchtop turbidimeter was assumed as the standard instrument (the one that would provide the "true" turbidity values). Taking this into account and having the Brazilian drinking-water quality standards for rapid sand filtration as references – 0.50 uT (maximum) and 0.30 uT (recommendation), the reliability (accuracy) of the turbidity measurements and the instrument's sensitivity and specificity (respectively, the ability to detect values lower than and above the reference values) were evaluated. In general, the reliability test showed that the accuracy of the measurements provided by all other instruments relatively to the benchtop turbidimeter was low, particularly for measurements below 0.3 uT in the case of the portable turbidimeters, and for readings between 0.3-0.5 uT in the case of the online instrument. Generally, portable and online turbidimeters presented high sensitivity, but lower specificity, compared to benchtop instrument. The statistical tests showed that in Study 1 there were significant differences between readings carried out by the two operators in the lowest range values of turbidity (up to 0.50 uT); between instruments, the differences were also higher for lower turbidity values and decreased in higher values (there was no significant difference in the range of 5.1 to 10 uT). In Study 2, there were significant differences between all the equipment and for all waters types, with benchtop readings higher than those of one of the online turbidimeter, but lower than the other. Nevertheless, all differences were very small in magnitude, particularly for filtered water readings. It is

concluded that compliance with the filtered water turbidity threshold values specified in the Brazilian drinking-water quality standard can be evaluated regardless of the type of turbidimeter used.

1. INTRODUÇÃO

1.1. Caracterização do problema

A turbidez, talvez a principal característica física de qualidade da água, é causada por partículas em suspensão, inorgânicas e orgânicas, tais como argila, silte, precipitados de elementos químicos (ferro e manganês, por exemplo), plâncton e resíduos vegetais. Expressa a transparência de um líquido a partir da medida da dispersão e absorção de luz pelas partículas em suspensão (APHA, AWWA, WEF, 2012; HEALTH CANADA, 2012).

Hoje, praticamente todos os turbidímetros têm funcionamento baseado na nefelometria: emissão de um feixe luminoso e medição da intensidade de luz dispersa em detector situado a 90° em relação à fonte de luz incidente; esta medida é convertida em sinal elétrico e registrada como valor de turbidez no painel do equipamento em unidades nefelométricas de turbidez - UNT (HEALTH CANADA, 2012) (neste trabalho, acompanhando a notação utilizada na Portaria MS nº 2914 / 2011, as medidas de turbidez são expressas simplesmente como unidades de turbidez - uT). Existem turbidímetros que utilizam outros ângulos de medição de luz, mas já se tem padronizado que os nefelômetros são os mais adequados para medidas de turbidez abaixo de 40 uT (APHA, AWWA, WEF, 2012; HEALTH CANADA, 2012).

A medição de turbidez pode, entretanto, estar sujeita a elevada variabilidade, devido a interferências de fatores tais como: frequência de calibração, qualidade dos padrões de calibração, estado do equipamento, estado e manuseio das cubetas, manuseio das amostras e experiência do operador; em turbidímetros *on line* (também referidos na literatura nacional como turbidímetros de processo ou de fluxo contínuo), a formação de bolhas de ar pode também constituir fonte de interferência (SCARDINA *et al.*, 2006; HEALTH CANADA, 2012). Embora as interferências configurem-se como um impacto importante e frequente na medição de turbidez, o tipo e a magnitude da interferência podem depender da faixa de turbidez a ser avaliada (SADAR, 2002).

A partir da década de 1980, a tecnologia de instrumentação vem evoluindo e, desde então, novos *designs* de turbidímetros têm surgido com objetivos de melhorar a sensibilidade e minimizar interferências associadas à leitura de turbidez, além de abranger uma grande diversidade de tamanhos e composições de partículas, atuando tanto em faixas de valores altas quanto baixas de turbidez (SADAR, 2002).

A presença de turbidez em excesso na água pode, além de causar rejeição por parte do consumidor, representar perigo à saúde, já que partículas em suspensão podem fornecer

alimento (na rede de distribuição, favorecendo a formação de biofilmes) e servir de abrigo para microrganismos, dificultando sua inativação durante a desinfecção (USEPA, 1999). Além disso, a turbidez, ou melhor, a remoção de turbidez por meio da filtração, como indicador da remoção de partículas em suspensão é associada à remoção de cistos e oocistos de protozoários, mais especificamente de *Giardia* e *Cryptosporidium* - dois parasitas humanos de reconhecida transmissão via consumo de água (HEALTH CANADA, 2012). Ou seja, em normas de potabilidade da água a turbidez assume, para além de significado estético, significado de saúde.

Porém, a identificação de (oo)cistos desses protozoários é realizada por microscopia, em um processo demorado de análise e limitado técnica e economicamente. Assim, embora relações numéricas mais precisas entre a remoção de turbidez e de *Giardia* e *Cryptosporidium* permaneçam controversas, a turbidez acabou por se consolidar como alternativa rápida, barata e segura de controle da remoção de protozoários patogênicos em águas de abastecimento (HAMILTON *et al.*, 2002; BASTOS *et al.*, 2009) e, neste sentido, a turbidez da água pós-filtração / pré-desinfecção tem sido incorporada em várias normas de potabilidade da água de referência internacional, tais como as normas estadunidense, canadense e neozelandesa (USEPA, 2006; HEALTH CANADA, 2017; NHMRC, NRMMC, 2016), além da própria norma brasileira (BRASIL, 2011). Nota-se, inclusive, que o padrão de potabilidade de turbidez da água filtrada tem se tornado cada vez mais restritivo nessas normas, o que justifica a preocupação com o controle de qualidade das medidas de turbidez nas estações de tratamento de água (ETA).

Atualmente, existem três modelos de equipamentos de medição de turbidez disponíveis no mercado: portátil, de bancada e *on line* (também referidos na literatura nacional como turbidímetros de processo ou de fluxo contínuo). Cada modelo possui características distintas de *design* e funcionamento e requer cuidados específicos de operação e manutenção. Em vista disso e tendo em conta que estudos realizados no Brasil já demonstraram diferenças importantes entre valores fornecidas por turbidímetros de diferentes marcas e modelos (TEIXEIRA *et al.*, 2004; BASTOS *et al.*, 2015), o presente trabalho visou somar contribuições na avaliação da confiabilidade analítica de medidas de turbidez.

1.2. Hipótese

Diferentes equipamentos para medição de turbidez disponíveis atualmente no mercado fornecem diferentes leituras, especialmente em medidas de turbidez baixa.

1.3. Objetivos

Objetivo geral

Avaliar a confiabilidade analítica de medidas de turbidez de diferentes magnitudes fornecidas por turbidímetros de diferentes marcas e modelos, contribuindo, dessa forma, com a discussão em torno do padrão de turbidez da água filtrada da norma brasileira de qualidade da água para consumo humano.

Objetivos específicos

- Analisar a confiabilidade e a estimativa de validade (em relação a um padrão) dos valores de turbidez obtidos com equipamentos portáteis, de bancada e *on line*.
- Analisar, estatisticamente, diferenças entre os valores de turbidez obtidos por um mesmo operador utilizando equipamentos portáteis, de bancada e *on line*.
- Analisar, estatisticamente, diferenças entre os valores de turbidez obtidos por diferentes operadores utilizando equipamentos portáteis e de bancada.
- Avaliar os fatores que podem causar variações nos resultados de turbidez.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1. Turbidez como parâmetro de qualidade da água

2.1.1. Aspectos conceituais e histórico de quantificação da turbidez

Conforme já referido, a turbidez é uma medida da transparência relativa de um líquido e expressa a propriedade ótica de dispersão e absorção da luz por partículas em suspensão. Como exposto por Sadar (1998), um feixe de luz permanece relativamente intacto quando transmitido através da água pura, mas até mesmo as moléculas em um fluido puro dispersam a luz em certo grau; portanto, nenhuma solução possui turbidez zero. Nas amostras que contêm sólidos em suspensão, a transmissão da luz está relacionada com o tamanho, forma e composição das partículas presentes, bem como com o comprimento de onda (cor) da luz incidente. A dispersão de luz se intensifica conforme aumenta a concentração de partículas,

porém quando a concentração for superior a um determinado valor, os níveis detectáveis de luz difusa e transmitida passam a decair, marcando o limite superior de turbidez mensurável.

Sadar (1998) afirma que as primeiras tentativas de quantificar a turbidez datam do início do século XX, quando Whipple e Jackson desenvolveram uma suspensão padrão contendo 1000 ppm (partes por milhão) de diatomáceas em água destilada. A diluição dessa suspensão de referência resultou em uma série de padrões usados para produzir uma escala de ppm de sílica, que foi utilizada por Jackson para calibração de um turbidímetro existente à época, denominado diafanômetro, criando o que se tornou conhecido como turbidímetro à vela de Jackson. Composto por uma vela e um tubo de vidro, esse equipamento foi calibrado em graduações equivalentes às concentrações da suspensão de sílica; a medição era realizada preenchendo-se, gradativamente, o tubo com uma solução turva até que a imagem da vela acesa, vista do topo do tubo, desaparecesse – o que ocorria quando a luz dispersa se igualava à luz transmitida. O turbidímetro à vela de Jackson é ilustrado na Figura 1.

Ainda de acordo com o relato de Sadar (1998), em 1926, Kingsbury e Clary desenvolveram a formazina (Figura 2), uma suspensão para fabricação de padrões de turbidez preparada a partir de 5g de sulfato de hidrazina e 50g de hexametilenotetramina em um litro de água destilada. A solução adquire coloração branca após 48h a 25°C. Padrões primários de turbidez preparados a partir da síntese direta de suspensões de formazina apresentam aceitação quase universal na indústria de água e outras associadas. Em 1955, a relação entre ppm de sílica e turbidez foi abandonada e o *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, a partir da 10ª edição, passou a adotar simplesmente o termo “unidade de turbidez” (uT), em lugar de “unidade ppm” e “escala de sílica” (SADAR, 1998). Conforme afirma Sadar (2003), a formazina possui diversas características desejáveis, como reprodutibilidade e presença de cadeias de diferentes comprimentos, que a tornam um bom padrão de calibração para luz dispersa, abrangendo a ampla variedade de formas e tamanhos de partículas presentes na água. Por outro lado, fatores como baixa estabilidade em baixas concentrações (por exemplo, soluções entre 2 e 20 uT são estáveis por aproximadamente 12 a 24h), além de possível carcinogenicidade dos compostos utilizados na síntese da formazina, são listados como limitações ao uso dessa substância.

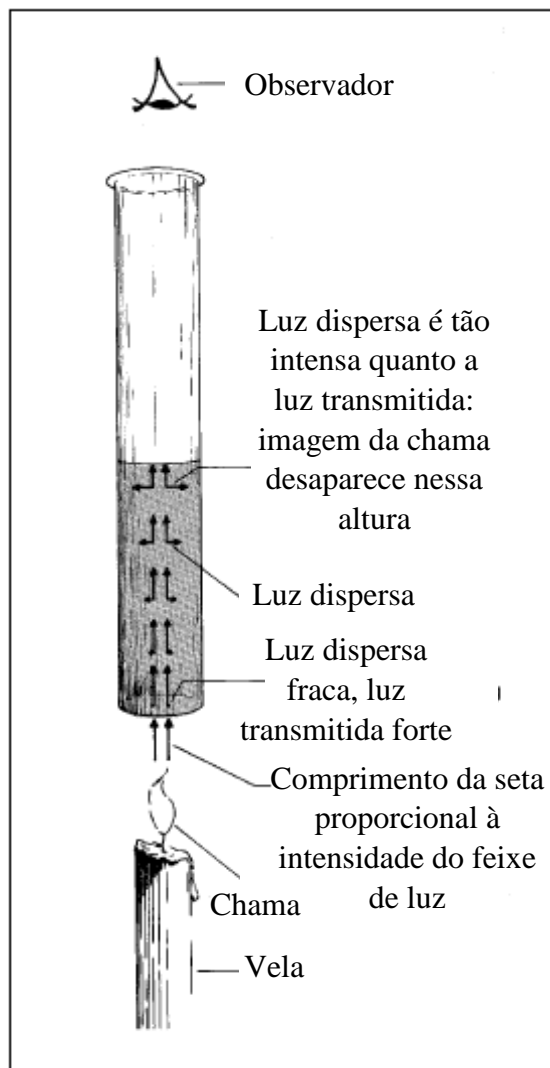


Figura 1. Turbidímetro à vela de Jackson. Fonte: adaptado de SADAR, 1998.

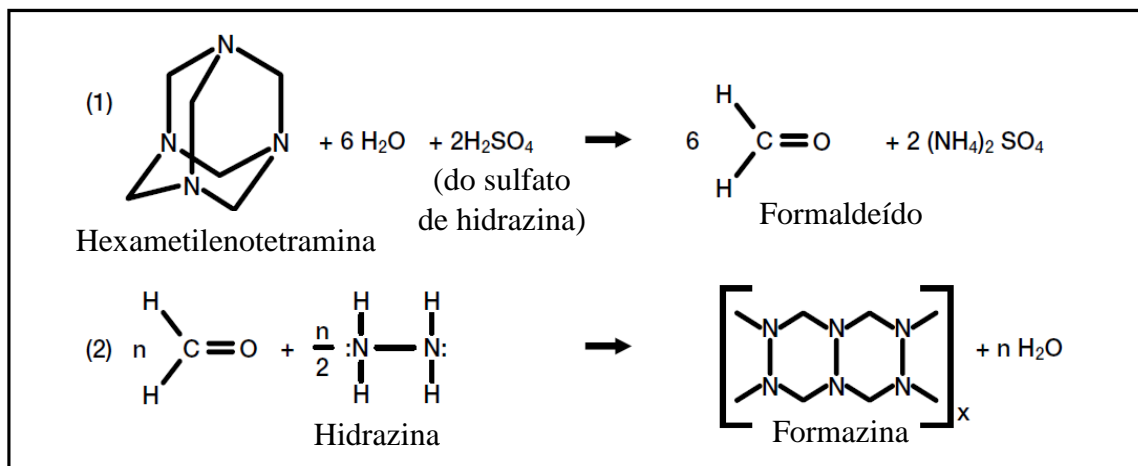


Figura 2. Síntese da formazina. Fonte: adaptado de SADAR, 1998.

Além da formazina, alguns padrões alternativos empregados atualmente utilizam uma mistura de microesferas poliméricas de estireno divinilbenzeno (SDVB) suspensas em meio aquoso ultrapuro. A distribuição do tamanho das esferas (0,10 a 0,30 μm de diâmetro) é menor do que a encontrada na formazina (0,01 a 10 μm) e as partículas são esferas uniformes; portanto, as propriedades de dispersão da luz e as características de refração não são as mesmas da formazina (SADAR, 2003).

2.1.2. Princípio de medição e características dos turbidímetros modernos

Segundo Pádua e Di Bernardo (2003), o desenvolvimento da nefelometria, a simplicidade na determinação da turbidez e a facilidade na interpretação dos resultados possibilitaram que esta variável se tornasse a mais utilizada na avaliação da presença de partículas em suspensão na água de abastecimento para consumo humano. O funcionamento dos turbidímetros modernos é baseado na emissão de um feixe luminoso (luz incidente) e na detecção da luz refletida (dispersa) pelas partículas em suspensão, a qual é convertida em sinal elétrico e registrada no painel do equipamento. O detector que mede a dispersão da luz fica situado a um ângulo fixo em relação à incidência do feixe luminoso; se esse ângulo for de 90° , o instrumento é, então, denominado nefelômetro. Assim sendo, a turbidez relaciona-se, fundamentalmente, com o índice de refração da luz dispersa pelas partículas presentes na água, o qual é influenciado por fatores como a natureza e o tamanho das partículas e o ângulo de observação. A nefelometria foi adotada pelo *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* como o melhor método para medição de turbidez em função da sensibilidade, precisão e aplicabilidade em ampla faixa de tamanhos de partículas e concentrações (USEPA, 1999). Na Figura 3 é apresentado o esquema de um nefelômetro.

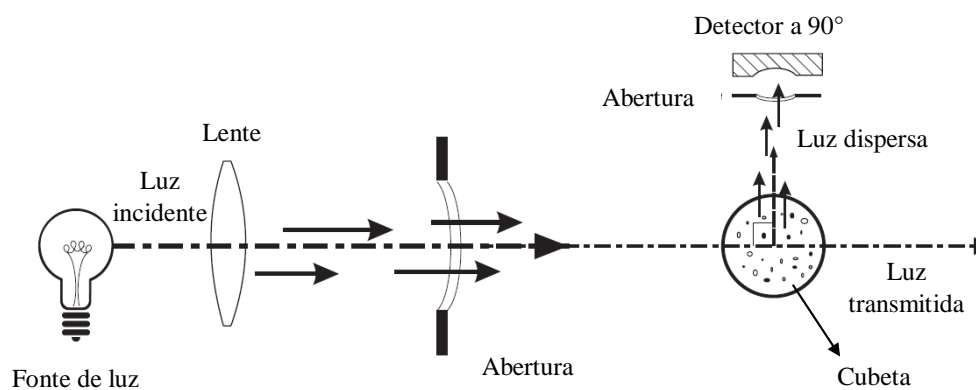


Figura 3. Sistema óptico de um nefelômetro. Fonte: adaptado de SADAR, 2005.

Sadar (2002) afirma que, embora as interferências representem um impacto importante e sempre presente na medição de turbidez, o tipo e a magnitude da interferência muitas vezes depende da faixa de turbidez a ser medida. Em faixas de turbidez mais baixas ($< 5,0$ uT), as principais interferências são a luz difusa e a presença de bolhas; em valores mais elevados de turbidez ($\geq 5,0$ uT), os fatores que causam maior impacto são a presença de cor na água e a densidade das partículas. No Quadro 1 estão resumidas as principais interferências em leituras de turbidez.

Quadro 1. Interferências típicas associadas à medição de turbidez

Interferência	Efeito na medição
Presença de cor (partículas que absorvem luz)	Negativo (valor reportado é menor do que o valor real)
Cor na matriz	Negativo se os comprimentos de onda da luz incidente se sobrepuserem aos espectros absorptivos dentro da matriz da amostra
Tamanho da partícula	Positivo ou negativo, dependendo do comprimento de onda da luz incidente: a) partículas grandes dispersam longos comprimentos de onda mais facilmente do que partículas pequenas; b) partículas pequenas dispersam comprimentos de onda curtos de forma mais eficiente do que comprimentos de onda longos
Luz difusa	Positivo (valor reportado é maior do que o valor real)
Densidade da partícula	Negativo (valor reportado é menor do que o valor real)
Contaminação (da cubeta de medição, por exemplo)	Positivo (valor reportado é maior do que o valor real)

Fontes: SADAR, 2002; SADAR, 2009.

De acordo com Sadar (2002), o desenvolvimento dos primeiros turbidímetros analíticos ocorreu durante os anos 1960 e a tecnologia ótica desses equipamentos não sofreu mudanças até a metade dos anos 1980. Desde então, a tecnologia de instrumentação tem avançado consideravelmente e novos *designs* têm sido criados para maximizar a sensibilidade e minimizar as tradicionais interferências associadas à leitura de turbidez. Instrumentos modernos têm sido necessários para medir faixas de valores tanto altas quanto baixas de turbidez, abrangendo vasta gama de tamanhos e composições de partículas. A capacidade de medir uma ampla faixa de turbidez depende do projeto do instrumento. Destacam-se três

componentes de projeto que são considerados críticos para um nefelômetro (SADAR, 1998; SADAR, 2011):

(i) Fonte de luz incidente

Embora diversos tipos de fontes de luz sejam utilizados nos nefelômetros modernos, a mais comum é a lâmpada de filamento de tungstênio (luz branca), a qual possui saída espectral ampla e é robusta, barata e confiável. Fontes monocromáticas ou de banda estreita (por exemplo, diodos emissores de luz – LED) podem ser utilizadas em nefelômetros quando tipos específicos de partículas estiverem presentes na amostra ou quando uma fonte de luz bem caracterizada for necessária. Outras fontes de luz menos utilizadas incluem lasers e lâmpadas de mercúrio. Com relação às normas para medição de turbidez, a norma estadunidense, EPA 180.1 (USEPA, 1993), estabelece a utilização de lâmpada de filamento de tungstênio operando a uma temperatura de cor na faixa de 2200 a 3000K; já a norma europeia, ISO 7027 (ISO, 1993), requer que a saída de luz incidente do instrumento seja de 860 nm e que a largura de banda espectral seja menor do que 60 nm. Lâmpadas de tungstênio são mais sensíveis para partículas menores, mas a presença de cor nas amostras geralmente interfere no resultado; por outro lado, instrumentos com saída de 860 nm não são tão sensíveis a partículas pequenas, mas são menos propensos a sofrer interferência de cor.

(ii) Detector

Quando o sinal da luz aplicada interage com a amostra, a resposta deve ser detectada pelo instrumento. Existem quatro tipos de detectores utilizados atualmente nos nefelômetros: tubo fotomultiplicador, fotodiodo a vácuo, fotodiodo de silício e fotocondutor de sulfeto de cádmio, os quais diferem entre si de acordo com a resposta a uma distribuição particular de comprimentos de onda. Fotomultiplicadores possuem sensibilidade espectral de pico próxima à região do ultravioleta e azul, no final do espectro visível; o fotodiodo a vácuo geralmente apresenta uma resposta espectral semelhante à do fotomultiplicador, podendo ser ainda mais estável. Fotodiodos de silício geralmente possuem sensibilidade de pico espectral na região visível do vermelho ou próximo ao infravermelho; finalmente, o fotocondutor de sulfeto de cádmio possui sensibilidade de pico espectral entre aquelas apresentadas pelo fotomultiplicador e pelo fotodiodo de silício.

Tanto a distribuição espectral da fonte quanto a resposta espectral do detector são elementos fundamentais no desempenho do nefelômetro. Geralmente, quando a fonte de luz incidente

possui comprimento de onda menor, o instrumento é mais sensível a partículas menores; analogamente, quando a fonte de luz possui comprimento de onda maior, o instrumento é mais sensível a partículas relativamente maiores. O detector também afeta a resposta de modo similar: como o fotomultiplicador e o fotodiodo a vácuo são extremamente sensíveis em regiões espectrais de menores comprimentos de onda (ultravioleta e azul), um equipamento que utiliza fonte de luz policromática e um desses dois detectores é mais sensível a partículas relativamente menores. O fotodiodo de silício apresenta pico de resposta espectral em maiores comprimentos de onda e, portanto, é mais sensível a partículas relativamente maiores. Nos equipamentos modernos, a combinação fonte-detector define as características espectrais efetivas e a forma com a qual o instrumento irá responder à amostra.

(iii) Geometria ótica

As principais características que constituem a geometria ótica de um nefelômetro são o ângulo de detecção da luz dispersa e o comprimento percorrido pela luz difusa. Como já mencionado, diferenças na composição das partículas presentes na amostra provocam diferentes intensidades angulares de dispersão da luz. A maioria dos turbidímetros empregados na análise de água e águas residuárias utiliza ângulo de detecção de 90°, o qual, além de ser menos sensível a variações nos tamanhos das partículas, proporciona um sistema ótico simples e com baixa luz difusa. O comprimento do percurso atravessado pela luz difusa afeta tanto a sensibilidade quanto a linearidade¹ do instrumento. A sensibilidade aumenta à medida que o comprimento do percurso aumenta, enquanto a linearidade é prejudicada em elevadas concentrações de partículas devido à difusão e absorvência múltiplas. Novamente com relação às normas, tanto a norma estadunidense quanto a norma europeia estabelecem que o comprimento de percurso do filamento da lâmpada até o detector seja menor que 10 cm.

Diferentes tecnologias para medição de turbidez, bem como seus princípios, características e aplicações, são resumidos no Quadro 2.

¹ Linearidade é a “capacidade de uma metodologia analítica de demonstrar que os resultados obtidos são diretamente proporcionais à concentração do analito na amostra, dentro de um intervalo especificado”, conforme definido no Guia para Validação de Métodos Analíticos e Bioanalíticos (Resolução nº 899, de 29 de maio de 2003) da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA, 2003); no caso de métodos instrumentais, como a turbidimetria, esse conceito pode ser interpretado como a capacidade do sensor do equipamento em fornecer um sinal de saída diretamente proporcional à grandeza sob medição.

Sensibilidade é a “menor quantidade do analito presente em uma amostra que pode ser detectado, porém não necessariamente quantificado, sob as condições experimentais estabelecidas” (ANVISA, 2003); de maneira análoga, o conceito de sensibilidade pode ser interpretado como a menor variação da grandeza medida que o sensor do equipamento pode detectar.

Quadro 2. Princípios de funcionamento, características, aplicações e faixas de leitura aproximadas de instrumentos de medição de turbidez

(continua)

Princípio/tecnologia empregada	Características e aplicações	Faixa típica de leitura do instrumento (uT)
Nefelométrico, sem mecanismo de compensação de cor.	Utilização de luz branca; cumprimento do disposto na norma estadunidense (EPA 180.1:1993) ⁽¹⁾ para baixos valores de turbidez	0-40
Luz branca, com mecanismo de compensação de cor	Utilização de um detector nefelométrico como detector primário, mas podem ser utilizados outros detectores para minimizar interferências; pode ser empregado para medidas de valores altos e baixos de turbidez	0-4000
Nefelométrico, próximo à faixa de luz infravermelha (IR), sem mecanismo de compensação de cor	Cumprimento da norma europeia (ISO 7027:1999) ⁽²⁾ ; nesse equipamento, o comprimento de onda (860-890 nm) é menos susceptível a interferências de cor. Dessa forma, é bom para amostras que possuem cor e para baixos valores de turbidez	0-1000
Nefelométrico, próximo à faixa de luz infravermelha (IR), com mecanismo de compensação de cor	Cumprimento das normas estadunidense e europeia. Contém um algoritmo de relação para monitorar e compensar interferências	0-1000
Superfície de dispersão	Não se aplica às diretrizes regulatórias. A turbidez é determinada através da luz dispersa da superfície ou próxima à superfície da amostra. O ângulo de detecção ainda é nefelométrico, mas as interferências não são tão substanciais quanto aquelas presentes em medidas de nefelometria não ratiométrica (sem compensação de interferências). Usado para elevadas faixas de valores de turbidez	10-10000
Dispersão de volta/ com mecanismo de compensação de cor	Detecção da dispersão de volta para elevados valores e detecção nefelométrica para baixos valores de turbidez	100-10000

Quadro 2. Princípios de funcionamento, características, aplicações e faixas de leitura aproximadas de instrumentos de medição de turbidez

(conclusão)

Princípio/tecnologia empregada	Características e aplicações	Faixa típica de leitura do instrumento (uT)
Atenuação da luz	Não se aplica às diretrizes regulatórias. Encontrado em turbidímetros que utilizam um detector de transmissão a 180° do feixe de luz incidente, cujo comprimento de onda é de 860 nm. São mais susceptíveis a interferências e, dessa forma, melhor aplicáveis a valores medianos de turbidez	20-1000

Fontes: SADAR, 2002; GRAY e GLYSSON, 2002; SADAR, 2009.

⁽¹⁾ Determinação nefelométrica de turbidez para amostras de água potável, subterrânea ou superficial, doce ou salina, de uso doméstico ou industrial, entre 0-40 uT (amostras com valores de turbidez > 40 uT devem ser diluídas). Estabelece os seguintes critérios: lâmpada de tungstênio (luz branca) como fonte de luz; distância entre o feixe de luz incidente e a luz dispersa não excedendo 10 cm; detector localizado a 90° do feixe de luz incidente; detector e sistema de filtro (se utilizado) devem apresentar um pico de resposta espectral entre 400 e 600 nm (USEPA, 1993).

⁽²⁾ Métodos quantitativos para determinação de turbidez com a utilização de turbidímetros óticos. Estabelece os seguintes critérios: comprimento de onda da radiação incidente igual a 860 nm; ângulo de medição, entre os eixos óticos da radiação incidente e da radiação difusa, igual a 90°; lâmpadas de tungstênio equipadas com monocromadores; filtros, díodos e lasers podem ser utilizadas como fontes de radiação monocromática (ISO, 1999).

Com relação ao *design* e à finalidade de utilização, três são os tipos de turbidímetros encontrados atualmente no mercado: portátil, de bancada e *on line*. Cada um destes possui características distintas e requer cuidados específicos de operação e manutenção, conforme se explora a seguir em texto que tem como referência central USEPA (1999).

2.1.3. Principais tipos de turbidímetros disponíveis no mercado

(i) Turbidímetro de bancada

De uso exclusivo em laboratório, os turbidímetros de bancada possuem cubetas de vidro nas quais são colocadas amostras para leitura de turbidez. A utilização desses equipamentos exige aderência aos procedimentos informados pelo fabricante para que se garanta a redução de erros gerados por fatores como cubetas sujas, presença de bolhas de ar e sedimentação de partículas na amostra. Normalmente, turbidímetros de bancada podem permanecer ligados continuamente (a menos que o fabricante não recomende); se isso não ocorrer, pode ser necessário um período de aquecimento antes do início das medições. A calibração desses

equipamentos deve ser realizada de acordo com as recomendações do fabricante, com frequência mínima trimestral, e a verificação da calibração deve idealmente ser realizada com frequência diária; caso a verificação aponte desvio de $\pm 10\%$ em relação ao valor padrão (verdadeiro), pode ser necessário proceder à limpeza do equipamento e realizar nova calibração. Para assegurar boa durabilidade, os turbidímetros de bancada devem ser armazenados e utilizados em local seguro e protegido de poeira, umidade e compostos químicos, tais como cloro e ácidos, e com temperatura controlada (entre 0 e 50°C). Para garantir maior vida útil a esses equipamentos, alguns cuidados devem ser tomados: realizar limpeza das lentes, lâmpadas e outras peças internas com materiais apropriados para evitar sujeira e riscos; substituir a lâmpada anualmente ou com maior frequência, caso seja recomendado pelo fabricante; realizar nova calibração sempre que algum componente ótico do sistema for substituído ou limpo. Na Figura 4c é apresentado um modelo de turbidímetro de bancada.

(ii) Turbidímetro *on line*.

Os turbidímetros *on line* são normalmente fixados na parede e possuem uma câmara interna pela qual a amostra flui e é posteriormente drenada para descarte ou recirculação no processo de tratamento da água. São, portanto, equipamentos em que não há manuseio do operador durante a medição: a amostra entra na câmara (por gravidade ou bombeamento) e é lida e descartada. A situação ideal é que a amostra entre por gravidade, pois o bombeamento pode levar a mudanças nas características das partículas e ocasionar a presença de bolhas; porém, como nem sempre esse cenário ideal é possível, podem ser utilizadas bombas peristálticas para conduzir a água até os equipamentos, possibilitando menor impacto nas partículas presentes na amostra. Os turbidímetros *on line* devem ser instalados em locais que permitam fácil acesso para procedimentos rotineiros de operação, manutenção e calibração, ao abrigo da luz direta e de mudanças bruscas de temperatura (o ideal é que esteja entre 0 e 40°C). Alguns cuidados que devem ser tomados para garantir a vida útil desses equipamentos incluem: verificar e regular, com frequência semanal, o fluxo de entrada de água de acordo com a recomendação do fabricante; realizar, com frequência variável em função da qualidade da água analisada, inspeção e limpeza de lâmpadas, lentes, sensores, câmaras internas e tubulações; realizar a calibração de acordo com a recomendação do fabricante, com frequência mínima trimestral (ou sempre que algum componente for substituído), e verificação da calibração com frequência mínima mensal; substituir a lâmpada uma vez ao

ano ou conforme recomendado pelo fabricante. Na Figura 4a é apresentado um modelo de turbidímetro *on line*.

(iii) Turbidímetro portátil

Turbidímetros portáteis são aqueles destinados, principalmente, para uso em campo; são compactos, funcionam com baterias e permitem o armazenamento de dados para posterior avaliação (HACH COMPANY, 2013). Da mesma forma como deve ocorrer para os equipamentos de bancada e *on line*, os turbidímetros portáteis devem ser submetidos a rotina cuidadosa de operação e manutenção e deve-se garantir que o laboratório esteja equipado com peças para troca. Na Figura 4b é apresentado um modelo de turbidímetro portátil.

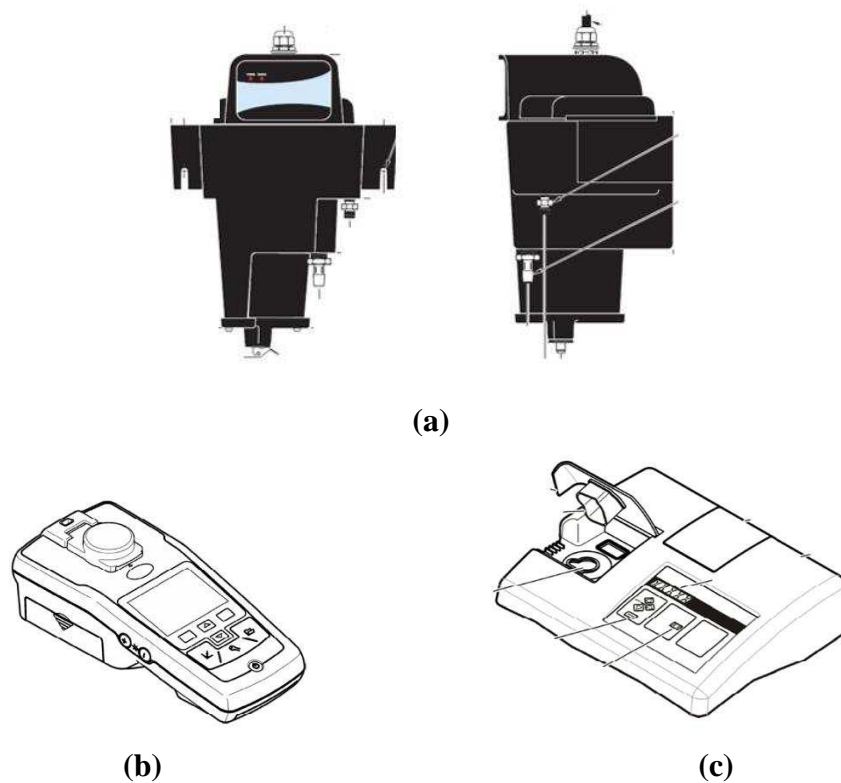


Figura 4. Ilustração de turbidímetros *on line* (a), portátil (b) e de bancada (c).
Fonte: HACH COMPANY, 2007; HACH COMPANY, 2013; HACH COMPANY 2014.

2.2. Metrologia aplicada à medição de turbidez

2.2.1. Medição: aspectos conceituais introdutórios

A medição é uma maneira de narrar o mundo e, como tal, desde tempos remotos esteve presente nas mais diversas atividades cotidianas da humanidade (GONÇALVES JR., 2001). Tal operação permite avaliar e aprimorar o desempenho de um sistema, garantindo a segurança e o controle do processo. Gonçalves Jr. (2001) pondera que mais fácil do que medir é cometer erros de medição, já que diversos são os fatores que podem gerá-los; dessa forma, identificar e controlar erros nem sempre é fácil. A operação de medição é efetuada por meio do que se denomina sistema de medição (SM), em que o valor momentâneo do mensurando (grandeza sob medição) é apresentado como múltiplo ou fração de uma unidade padrão de referência do SM, reconhecida internacionalmente; como resultado da aplicação do SM ao mensurando, tem-se um número acompanhado de uma unidade de indicação.

A literatura tem mostrado que não existem sistemas de medição perfeitos, nos quais o resultado da medição pode ser indicado como um valor único seguido de uma unidade de medição. De acordo com Gonçalves Jr. (2001), fatores como perturbações externas – por exemplo, condições climáticas e ambientais, além do operador e da técnica de operação utilizada, uso de força excessiva sobre o equipamento, medição irregular ou SM inadequado - podem ocasionar erros de medição. Sendo assim, para expressar o resultado de uma medição, deve-se considerar não apenas um número e uma unidade, mas sim uma faixa provável de valores – incerteza – que leva em conta os efeitos indesejáveis (erros), dentro da qual esteja situado o valor verdadeiro do mensurando. A partir da obtenção da indicação de um mensurando pelo sistema de medição (resultado base, composto por valor central e unidade) e considerando a incerteza de medição ainda presente no resultado, o operador obtém o resultado da medição propriamente dito, o qual indica o que se pode afirmar com segurança sobre o valor do mensurando. Gonçalves Jr. (2001) afirma que a determinação do resultado da medição deve ser realizada com base (i) no conhecimento do processo de medição (fenômeno físico e características); (ii) no conhecimento do sistema de medição (aspectos metrológicos e operacionais); e (iii) no bom senso do operador.

Segundo Gonçalves Jr. (2001), são três os componentes que, genericamente, estão presentes em um sistema de medição: sensor/transdutor, unidade de tratamento do sinal e dispositivo mostrador. O transdutor é o componente do sistema de medição que está em contato com o mensurando, gerando um sinal proporcional a este (mecânico, elétrico ou outro) de acordo

com uma função característica, geralmente linear e baseada em fenômenos físicos; ou seja, um transdutor transforma um efeito físico em outro. O transdutor pode possuir vários módulos, sendo que o módulo que entra em contato direto com o mensurando é denominado sensor. A unidade de tratamento do sinal tem por finalidade amplificar a potência do sinal emitido pelo transdutor, podendo, ainda, atuar como filtro, compensador, integrador, processador, etc.; esse módulo pode não ser encontrado em sistemas de medição mais simples. Finalmente, o dispositivo mostrador tem a função de receber o sinal tratado na unidade anterior e transformá-lo em um número compreensível ao usuário, ou seja, gerar uma indicação direta perceptível.

O sistema de medição pode operar de acordo com dois princípios básicos: método da indicação ou deflexão e método de zeragem ou compensação. No primeiro, a indicação direta da medição é obtida no dispositivo mostrador conforme o mensurando é aplicado sobre o sistema de medição; o dispositivo mostrador pode ser um mostrador de ponteiro, indicador digital ou registrador gráfico. No segundo, o que se busca é obter uma grandeza padrão de valor conhecido, que seja equivalente e oposta ao mensurando, para que as duas, ao atuarem sobre um dispositivo comparador, indiquem diferença zero; o exemplo mais conhecido de dispositivo que utiliza o método de zeragem é a balança de prato. Um sistema de medição pode, ainda, operar de acordo com o método diferencial (combinação dos métodos de indicação e zeragem), em que se compara o mensurando a uma grandeza padrão e se avalia a diferença por um instrumento que opera de acordo com o método da indicação. Os três métodos apresentam vantagens e desvantagens, sendo que o método diferencial é o que possui mais características favoráveis, entre as quais elevada estabilidade e velocidade de medição, custo moderado e erro máximo muito pequeno (GONÇALVES JR., 2001).

No caso particular em que o mensurando é a turbidez da água, pode-se identificar algumas características do sistema de medição definido pelo turbidímetro, equipamento que realiza a medição de turbidez. Com relação ao método de medição, por exemplo, verifica-se que o turbidímetro opera de acordo com o método da indicação, ou seja, a indicação direta pode ser visualizada no dispositivo mostrador (visor do equipamento) à medida que amostras de água contendo diferentes valores de turbidez são inseridas no equipamento. Na Figura 5 é exemplificada a indicação direta, que pode ser observada no visor do equipamento.

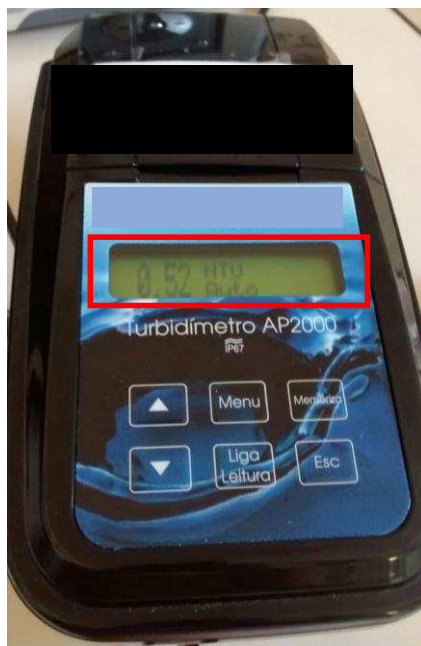


Figura 5. Turbidímetro digital portátil com indicação direta de 0,52 uT (destaque em linha vermelha).

A faixa de indicação pode variar de um equipamento para outro. No caso do turbidímetro mostrado na Figura 5, a faixa de indicação varia de 0,00 a 1000 uT. Alguns equipamentos de bancada e *on line* podem apresentar como indicação direta valores entre 0,00 e 10.000 uT ou entre 100 e 10.000 uT, de acordo com o princípio de medição. O incremento digital, que é a menor variação da indicação direta que o equipamento pode apresentar, geralmente é igual a 0,01 em equipamentos para medição de turbidez, como é o caso do turbidímetro da Figura 5. Como esse equipamento possui mostrador digital, a resolução corresponde ao incremento digital.

2.2.2. Erro e incerteza de medição

2.2.2.1. Tipos e estimativa dos erros de medição

O erro de medição é definido pela diferença entre o valor indicado no sistema e o valor verdadeiro da grandeza que está sendo medida. No entanto, como não é possível conhecer o valor verdadeiro, normalmente se utiliza o valor verdadeiro convencional (definido por Gonçalves Jr., 2001 como o valor conhecido com erros inferiores ou iguais a um décimo do erro de medição esperado) na caracterização do erro de medição; o erro de medição é, portanto, dado pela diferença entre o valor indicado no sistema e o valor verdadeiro

convencional do mensurando. São três as parcelas que compõem o erro de medição (GONÇALVES JR., 2001; EURACHEM, 2012):

- Erro sistemático – parcela do erro que ocorre nas medições realizadas sempre sob as mesmas condições; por exemplo, um dispositivo mostrador cujo ponteiro esteja torto apresentará um erro sistemático que irá se repetir enquanto o ponteiro estiver torto. A estimativa do erro sistemático de um sistema de medição é conhecida como tendência e geralmente não é constante ao longo de toda a faixa de medição do sistema.
- Erro aleatório – devido a variações imprevisíveis, para cima ou para baixo, que ocorrem nos valores médios das medições e que se repetem sob as mesmas condições. Podem contribuir para o surgimento desse tipo de erro fatores como variações nas condições ambientais, flutuações de tensão elétrica e existência de folgas ou atritos. Tal como ocorre com o erro sistemático, a forma como o erro aleatório se manifesta ao longo da faixa de medição depende de cada sistema, o que o torna de difícil previsão.
- Erro grosseiro – decorre, geralmente, de mau uso ou mau funcionamento do sistema de medição. Fatores como leitura errada, operação inadequada ou danos ao sistema levam ao surgimento de erros grosseiros. Apesar de imprevisível, a aparição de erros desse tipo é pouco frequente e facilmente detectável, desde que sejam tomados os devidos cuidados durante a medição.

Na Figura 6 é apresentada uma situação em que se pode caracterizar e distinguir erros sistemáticos e aleatórios. Supõe-se que esteja sendo testada a pontaria de quatro atiradores (A, B, C e D), cujo objetivo é acertar o centro do alvo localizado à mesma distância dos quatro. Cada atirador tem direito a 15 tiros e os resultados são os apresentados respectivamente nas Figuras 6a a 6d.

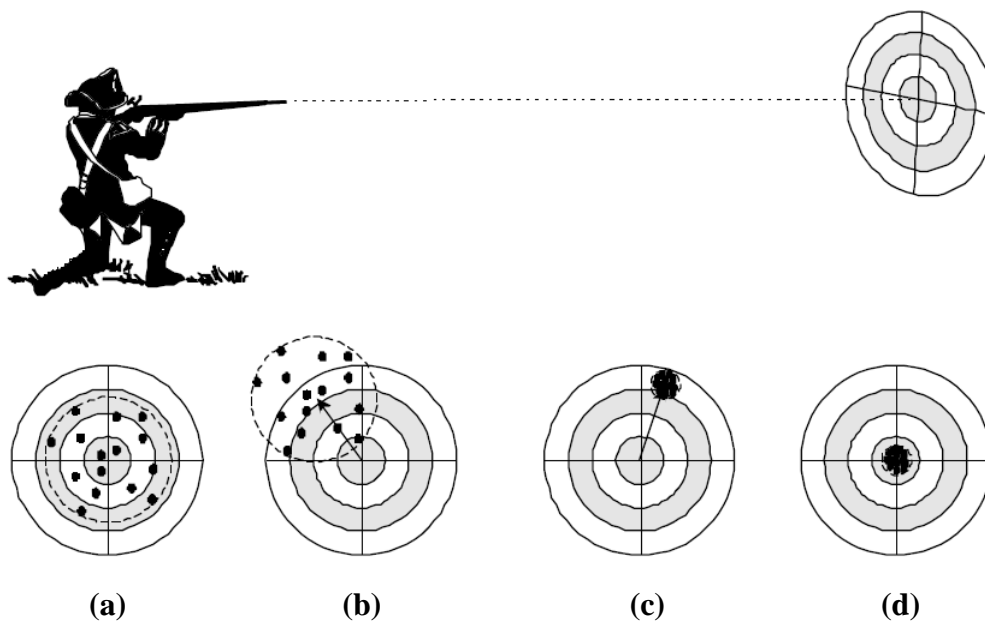


Figura 6. Exemplificação de erros aleatórios e sistemáticos em um teste de balística. Fonte: adaptado de GONÇALVES JR., 2001.

De acordo com Gonçalves Jr. (2001), o raio do círculo tracejado em cada uma das figuras representa o espalhamento dos tiros que ocorre em função do erro aleatório, enquanto a posição média das marcas dos tiros indica a presença do erro sistemático. Verifica-se, pelas Figuras 6a e 6b, que os tiros dos atiradores A e B espalharam-se por uma área relativamente grande no interior do círculo tracejado, o que implica que ambos os atiradores apresentaram elevado nível de erros aleatórios; a diferença entre eles está no erro sistemático: enquanto os tiros do atirador A formaram uma circunferência cujo centro coincide com o centro do alvo, denotando baixo nível de erros sistemáticos, o centro da circunferência que delimita os tiros do atirador B está muito distante do centro do alvo, o que indica elevado nível de erros sistemáticos. Conclui-se, portanto, que o atirador A apresentou alto nível de erros aleatórios e baixo nível de erros sistemáticos, ao passo que o atirador B apresentou elevado nível desses dois tipos de erros. Tomando as Figuras 6c e 6d, observa-se, inicialmente, que o nível de erros aleatórios dos atiradores C e D foi baixo, já que a dispersão dos tiros de ambos (representada pelo raio da circunferência tracejada) foi pequena. Com relação ao erro sistemático, pode-se afirmar que o atirador C apresentou elevados níveis desse componente do erro de medição, uma vez que as marcas dos tiros estão muito afastadas do centro da circunferência-alvo. Em contrapartida, é nítido que o atirador D apresentou baixos níveis de erros sistemáticos, em função da coincidência do centro da circunferência que delimita os tiros deste atirador com o centro do alvo. A conclusão, agora, é a de que o atirador C apresentou baixos níveis de erros

aleatórios e elevados níveis de erros sistemáticos, enquanto o atirador D (melhor entre os quatro, do ponto de vista da balística) apresentou baixos níveis tanto de erros aleatórios quanto sistemáticos.

Outra interpretação possível da Figura 6, complementar ao que foi anteriormente explicitado, é com relação aos conceitos de precisão e acurácia. Mikhail e Ackermann (1976), citados por Monico *et al.* (2009), afirmam que acurácia é o grau de proximidade de uma grandeza com o parâmetro (valor verdadeiro) para o qual ela foi estimada, enquanto precisão indica o grau de consistência da grandeza com sua média, ou seja, relaciona-se com a dispersão da distribuição das observações. Aplicando esses conceitos à Figura 6, pode-se observar que, dentre os quatro atiradores testados: o atirador A apresentou baixa precisão e elevada acurácia; o atirador B apresentou baixa precisão e baixa acurácia; o atirador C apresentou baixa acurácia e elevada precisão; e o atirador D apresentou elevada precisão e elevada acurácia, já que os tiros distribuíram-se próximos ao valor verdadeiro e com menor dispersão em relação a este.

Quando uma medição é repetida diversas vezes, o erro aleatório pode assumir tanto valores positivos quanto negativos (variações para cima ou para baixo do valor médio, conforme já mencionado). À medida que aumenta o número de dados, a média do erro aleatório tende a zero, já que seus valores tendem a se distribuir de forma simétrica entre positivos e negativos; por esse motivo, estatisticamente, o erro aleatório pode ser caracterizado por uma distribuição normal com média igual a zero. Considerando, então, um número suficientemente elevado de medições – de modo que o erro aleatório tenda a zero – e desprezando os erros grosseiros, pode-se estimar o erro sistemático como sendo a diferença entre a média de infinitas medições e o valor verdadeiro convencional do sistema. A tendência, estimativa do erro sistemático para um número finito de medições (o que se obtém na prática), é igualmente dada pela diferença entre a média das medições e o valor verdadeiro convencional do sistema. Finalmente, a correção, parâmetro também utilizado para estimar o erro sistemático, é numericamente igual à tendência, mas com sinal invertido (GONÇALVES JR., 2001).

Ainda com relação ao erro aleatório, é possível estimar seu valor individual para determinada medição; nesse caso, essa parcela do erro é dada pela diferença entre o valor da indicação individual e a média de infinitas indicações. Cabe reafirmar que o erro aleatório varia de forma totalmente imprevisível ao longo das medições, de modo que seu valor instantâneo tem pouco ou nenhum significado prático. Com a utilização de ferramentas estatísticas, pode-se caracterizar o erro aleatório; a partir de um determinado conjunto de medidas obtidas sob as mesmas condições, obtém-se o desvio padrão experimental, que está associado à dispersão

provocada pelo erro aleatório. Pode-se, dessa forma, exprimir o erro aleatório de forma quantitativa por meio da repetitividade, que corresponde à faixa de dispersão dentro da qual se situa o erro aleatório (Equação 1 - GONÇALVES JR., 2001).

$$Re = \pm t \cdot s \quad (1)$$

onde:

Re: repetitividade

t: coeficiente t de Student

s: desvio padrão experimental

Conforme Gonçalves Jr. (2001), as estimativas de tendência e repetitividade de um sistema de medição não são obtidas apenas em um ponto, mas são repetidas para vários pontos ao longo da faixa de medição. A curva de erros, representação gráfica desses pontos, traz no eixo horizontal o valor da indicação no sistema e no eixo vertical o erro de medição, sendo que o ponto central representa a tendência (T_d) e, ao redor desta, são traçados os limites esperados para o erro aleatório: $T_d + Re$ (limite superior) e $T_d - Re$ (limite inferior). Já o erro máximo do sistema de medição corresponde à faixa de valores, centrada no zero, que contém o maior erro que poderá afetar qualquer indicação obtida com esse sistema. A curva de erros do sistema deve, portanto, estar compreendida entre os limites do erro máximo, ou seja, $-E_{m\acute{a}x}$ e $+E_{m\acute{a}x}$. O erro máximo é um parâmetro característico do sistema de medição e não de um processo de medição em particular (GONÇALVES JR., 2001).

2.2.2.2. Incerteza

O Vocabulário Internacional de Metrologia – VIM (INMETRO, 2012) e a Eurachem - sistema europeu de rastreabilidade internacional das medições químicas (EURACHEM, 2012), definem como incerteza de medição o parâmetro não negativo, associado ao resultado da medição, que caracteriza a dispersão dos valores que podem ser atribuídos a um mensurando. A incerteza não corresponde ao erro aleatório, embora essa parcela do erro de medição seja uma de suas componentes (GONÇALVES JR., 2001). Normalmente é expressa pelas seguintes parcelas (GONÇALVES JR., 2001; EURACHEM, 2012):

- Incerteza padronizada – componente da incerteza expresso na forma do desvio padrão da ação de um determinado efeito aleatório sobre a indicação.

- Incerteza padronizada combinada ou incerteza total – equivale ao desvio padrão estimado como a raiz quadrada positiva da variância total, obtida pela combinação simultânea de todos os componentes da incerteza.
- Incerteza expandida – estimada a partir da incerteza combinada multiplicada pelo coeficiente t de Student. Representa a faixa de dúvidas que ainda persiste na medição com uma probabilidade definida (geralmente 95%).

Vale ressaltar a importância de se distinguir entre incerteza e erro: erro é um valor único e que não pode ser conhecido exatamente, podendo, quando conhecido, ser utilizado para corrigir o resultado de uma medição; por sua vez, incerteza é dada na forma de uma faixa de valores e, se puder ser conhecida em um determinado procedimento analítico, poderá ser aplicada a todas as medições realizadas através desse procedimento; no entanto, o valor da incerteza não pode ser utilizado para corrigir um resultado (EURACHEM, 2012).

2.2.2.3. Fontes de erro e minimização do erro de medição

Segundo Gonçalves Jr. (2010), os erros em uma medição podem ser gerados isoladamente ou pela combinação de fatores que influenciam o processo, tais como comportamento do sistema de medição, procedimento de medição, ação de grandezas de influência e ação do operador. As grandezas de influência externas (por exemplo, temperatura) e internas (por exemplo, modificação indevida do mensurando pela ação do sistema de medição) podem alterar diretamente o comportamento do sistema e gerar erros. O próprio operador pode modificar o mensurando, por exemplo, ao manusear o sistema de forma errônea ou não apropriada, o que também leva à introdução de erros adicionais ao processo de medição. Alguns procedimentos podem levar à minimização do erro de medição (GONÇALVES JR., 2001):

- Seleção correta do sistema de medição – o sistema deve ser apropriado para o mensurando, tanto do ponto de vista operacional quanto funcional. O valor do mensurando deve estar situado dentro da faixa de medição do sistema e deve-se atentar para possíveis modificações do mensurando pelo sistema. Fatores como tipo do mensurando (dinâmico ou estático), forma de operação do sistema e método de medição devem ser considerados na seleção do sistema de medição. Finalmente, é essencial conhecer o manual de operação do sistema que se está utilizando.

- Modelagem correta do sistema de medição – o conhecimento do processo de medição e do comportamento da grandeza que se quer medir permite ao operador definir, de forma mais segura, o procedimento de medição a ser adotado.
- Adequação do erro máximo ao sistema de medição – os níveis de erros podem variar de um sistema de medição para outro, e a qualidade do sistema está relacionada justamente com o nível de erro. Não é possível selecionar um sistema de medição com base apenas no nível de erro (e, conseqüentemente, custo); no entanto, o que se espera é que, nas condições estabelecidas pelo fabricante, os erros inerentes ao sistema sejam inferiores ao erro máximo de medição.
- Calibração – o procedimento de calibração ou, no mínimo, um procedimento mais cuidadoso de medição e verificação de erros em alguns pontos, deve ser realizado conforme a frequência recomendada pelo fabricante ou sempre que se observar que o sistema está se comportando de maneira diferente do que é rotineiramente observado. Além disso, a calibração permite identificar a tendência em alguns pontos da faixa de medição do sistema, o que possibilita a correção desse parâmetro e a conseqüente melhoria da incerteza da medição.
- Avaliação das influências das condições de operação – determinados sistemas de medição podem apresentar erros devido às condições ambientais, em razão de serem sensíveis às condições de operação. Nesse caso, a ordem de grandeza desses erros adicionais deve ser estudada e os erros corrigidos, caso sejam significativos no processo de medição.

2.2.2.4. Aplicações à medição de turbidez

Conforme Romachelli (2014), o ensaio de turbidez está sujeito a elevada variabilidade, uma vez que a medição é um processo dinâmico (partículas que causam turbidez estão em movimento desuniforme na amostra) e propenso a interferências de variáveis como padrões de calibração, cubetas, manuseio das amostras e experiência do operador. Para reduzir erros, garantir resultados mais confiáveis e aumentar a acurácia, principalmente nas leituras de amostras com turbidez mais baixa (mais propensas a erros), é recomendado (ROMACHELLI, 2014):

- Avaliar a influência isolada de cada variável causadora de incerteza no ensaio, para que se possa atribuir a cada uma a devida importância no processo - se pode ser reduzida ou eliminada ou se o operador deve conviver com essa fonte de incerteza.
- Padronizar a operação de medição, elaborando um procedimento operacional padrão (POP), a ser seguido por todos os envolvidos na medição de turbidez e revisado sempre que houver necessidade.
- Realizar treinamentos e avaliações periódicas para avaliar o desempenho do(s) operador(es) envolvido(s) na medição de turbidez.
- Trabalhar em ambiente limpo e utilizar materiais também limpos e adequados às medições.
- Com relação especificamente ao instrumento, deve-se adequar o tempo de leitura ao comportamento da amostra: águas lânticas (provenientes de lagos, represas e poços) tendem a ser mais estáveis e apresentar menor oscilação no valor de turbidez, enquanto águas lólicas (p.ex., águas de rios), mais heterogêneas, tendem a apresentar maior variabilidade nos resultados, exigindo, portanto, tempos de leitura diferentes.
- Ainda no que diz respeito ao equipamento, a calibração deve ser realizada de acordo com a frequência recomendada pelo fabricante.
- Os padrões de calibração utilizados devem ser rastreados pela RBC (Rede Brasileira de Calibração) e, caso sejam produzidos no próprio laboratório, devem ser utilizadas soluções padrão e vidrarias também rastreadas pela RBC.
- As cubetas devem estar completamente limpas e sem riscas importantes antes de cada uso. Durante a medição, a cubeta deve ser posicionada corretamente no equipamento e o uso de uma única cubeta por equipamento minimiza desvios. Finalmente, a limpeza deve ser realizada sem a utilização de materiais abrasivos (água e detergente neutro são suficientes) e o pareamento² das cubetas (se o equipamento exigir) deve ser realizado no máximo a cada três meses.

² Pareamento é o procedimento por meio do qual se efetua a leitura de turbidez da água ultrapura (com turbidez inferior a 0,10 uT) utilizando-se o jogo de cubetas do equipamento em questão, e se adota como cubeta de referência aquela que fornece a menor leitura. A importância do pareamento reside no fato de que, embora as cubetas normalmente sejam selecionadas oticamente durante o processo de produção, é comum a presença de variações pequenas entre elas, suficientes para causar variações nas leituras de uma mesma amostra de água, especialmente em faixas de valores baixos de turbidez (POLICONTROL, 2014).

- Os cuidados com o manuseio da amostra envolvem agitação vigorosa seguida de repouso e posterior inversão suave (mínimo de três vezes). Feito isso, a transferência para a cubeta deve ser imediata e seguida de limpeza com lenço de papel. Antes da leitura deve-se verificar visualmente se não ocorreu a formação de bolhas de ar, que podem interferir no resultado.

Conforme já mencionado, para se efetuar de maneira correta a estimativa das incertezas que estão envolvidas no processo de medição, é necessário conhecer as fontes de incerteza. No caso da medição de turbidez, Romachelli (2014) aponta que as principais fontes de erro atuantes sobre o processo, bem como as respectivas contribuições estimadas para a incerteza do resultado, são:

- Instrumento: $\pm 2\%$ da leitura ou $\pm 0,02$ uT, o que for maior.
- Padrões primários de calibração para o padrão de formazina (mais amplamente utilizado): $\pm 11\%$ se preparado pelo operador e $\pm 1\%$, se comprado rastreado pela RBC (Rede Brasileira de Calibração).
- Vidrarias volumétricas utilizadas no preparo de padrões: $\pm 0,25\%$ (se rastreadas pela RBC).
- Padrões secundários em gel (utilizados para a verificação da calibração): $\pm 5\%$.
- Cubetas: $\pm 0,50$ uT, se não estiverem pareadas, e $\pm 0,03$ uT, se estiverem pareadas.
- Manipulação do operador: não é possível estimar, de maneira generalizada, a dimensão dos efeitos que o manuseio pode acrescentar ao processo de medição, pois, de acordo com Medeiros *et al.* (2006), erros de operação advém da falta de conhecimento ou prática do usuário em realizar as leituras de forma correta. A posição em que a cubeta é inserida no equipamento e os modos de operação e calibração são questões que “devem ter seu fundamento claro para que o operador possa seguir rigorosamente as mesmas funções” sempre que utilizar o equipamento.

Ainda de acordo com Romachelli (2014), a USEPA considera o seguinte desvio total (resultante de todas as fontes de incerteza) como aceitável para o ensaio de turbidez: para resultados inferiores a 1,0 uT, desvio de $\pm 0,10$ uT; para resultados superiores a 1,0 uT, desvio de $\pm 10\%$ do valor lido. Normalmente, manuais de fabricantes de equipamentos de medição

de turbidez trazem dados que permitem identificar a incerteza de medição dos resultados fornecidos por esses equipamentos. É o caso do turbidímetro digital portátil representado na Figura 5 (Seção 4.2.1), cuja precisão é de $\pm 2\%$ na faixa de 0 a 500 uT e de $\pm 3\%$ na faixa de 500 a 1000 uT e a incerteza máxima é de $\pm 2\%$ em toda a escala de leitura, segundo informações do manual do fabricante (POLICONTROL, 2014).

2.2.3. Calibração de sistemas de medição

O VIM define calibração como sendo o procedimento que estabelece, sob determinadas condições, em uma etapa inicial, “uma relação entre os valores e as incertezas de medição fornecidos por padrões e as indicações correspondentes com as incertezas associadas” e, na etapa posterior, “utiliza esta informação para estabelecer uma relação visando a obtenção dum (sic) resultado de medição a partir duma (sic) indicação”. Ainda de acordo com o VIM, a calibração pode ser expressa por meio de uma declaração, função, diagrama ou curva de calibração ou, ainda, através de uma tabela de calibração; em alguns casos, essa operação pode consistir em uma correção aditiva ou multiplicativa sobre o valor da indicação, com uma incerteza de medição associada (INMETRO, 2012).

De acordo com Gonçalves Jr. (2001), a calibração pode ser realizada por toda e qualquer entidade que possua padrões rastreados e pessoal capacitado para executar a operação. No entanto, para que a calibração tenha validade oficial, é preciso que uma entidade credenciada faça o procedimento. No Brasil, a Rede Brasileira de Calibração – RBC, controlada pelo Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia – INMETRO, é composta por diversos laboratórios credenciados em todo o país, os quais estão aptos a realizar calibrações oficiais e a expedir certificados oficiais de calibração.

Além da calibração, Gonçalves Jr. (2001) menciona outras operações básicas para quantificar sistemas de medição. O ajuste é uma operação normalmente realizada após a calibração, quando o desempenho metrológico do sistema não está em conformidade com o comportamento esperado; é uma espécie de regulagem interna do sistema, com o objetivo de aproximar o valor indicado do valor correspondente ao mensurando. A regulagem, assim como o ajuste, também é um procedimento posterior à calibração, quando o sistema apresenta desempenho diferente do comportamento padrão esperado; o objetivo ainda é fazer coincidir o valor indicado com o valor do mensurando, mas a diferença é que, nesse caso, realiza-se uma regulagem somente nos fatores externos ao sistema. Finalmente, a verificação é realizada por entidades oficiais (Institutos de Pesos e Medidas, no âmbito estadual, ou INMETRO, no

âmbito federal), no contexto da metrologia legal; é uma operação mais simples que as demais, com o objetivo de comprovar que (i) o sistema de medição está funcionando corretamente, de acordo com as características metrológicas estabelecidas por lei e (ii) as características de uma medida materializada estão de acordo com as normas e determinações legais.

Conforme Gonçalves Jr. (2001), são três os métodos básicos de calibração: direta, indireta e parcial. Na calibração direta, a grandeza a ser medida é aplicada sobre o sistema de medição na forma de medidas materializadas, as quais possuem valor verdadeiro convencional conhecido (por exemplo, soluções de concentração padrão, blocos de massa ou comprimento padrão); para aplicar esse método é necessário que se disponha de uma série de medidas materializadas que abranjam toda a faixa de medição do sistema. A calibração indireta é utilizada quando não se pode aplicar o conceito de medida materializada – caso das medições de velocidade, por exemplo; nesse método, a grandeza medida é gerada por um dispositivo auxiliar, que atua, ao mesmo tempo, no sistema de medição a calibrar e no sistema de medição padrão; os valores indicados pelos dois sistemas são comparados, sendo as indicações do sistema padrão adotadas como valor verdadeiro convencional, e os erros determinados. Já a calibração parcial é utilizada normalmente durante a etapa de desenvolvimento do sistema de medição, quando não é possível realizar a calibração do sistema como um todo; dessa forma, pode-se realizar a calibração de determinados componentes do sistema de forma separada, e esse processo pode auxiliar na avaliação do desempenho final do sistema.

De acordo com Sadar (2003), os padrões são a base da medição científica, unidades fundamentais através das quais os trabalhos são descritos. Fornecem os termos necessários para expressar condições, procedimentos e resultados, servir como referência para a comparação de outras medições e estabelecer uma base para a compatibilidade na comunicação de trabalhos científicos em todo o mundo. Existem dois tipos de padrões utilizados na calibração de sistemas de medição: primário e secundário.

O padrão primário é o padrão de medição estabelecido a partir de um procedimento de medição primário ou criado como um artifício e escolhido por convenção (INMETRO, 2012). Como exemplos, pode-se citar o padrão primário de comprimento, o metro, definido como sendo igual a 1.650.763,73 comprimentos de onda de luz vermelho-alaranjada emitida pelo isótopo Krypton-86; o padrão de volume, o litro, definido como o espaço ocupado por $1 \text{ dm}^3 = 10^{-3} \text{ m}^3$; e o padrão de massa, o quilograma, definido por uma barra específica de platina e irídio (SADAR, 2003). Na química, padrões primários são frequentemente definidos por

repetibilidade; podem ser compostos que, ao serem preparados repetidamente, apresentam pureza e estabilidade aceitáveis. Como o próprio termo já sugere, a preparação de padrões primários resulta no estabelecimento de uma referência, uma base a partir da qual todas as medidas são tomadas; uma vez que o padrão primário é definido, nenhuma outra referência é necessária (SADAR, 2003).

Já o padrão secundário é aquele derivado por referência a um padrão primário de determinada grandeza da mesma natureza. A calibração pode ser obtida de maneira direta entre o padrão primário e o padrão secundário, ou pode envolver um sistema de medição intermediário calibrado pelo padrão primário, o qual, por sua vez, atribui um resultado de medição ao padrão secundário (INMETRO, 2012). Sadar (2003) afirma que, ao ser medido em comparação com um padrão primário e, muitas vezes, ajustado para coincidir com este, o padrão secundário é estabelecido para atuar como um valor conhecido a ser utilizado em comparações posteriores. Em medições físicas, padrões secundários são necessários porque pode haver apenas um padrão mestre definido e aceito como unidade padrão (como é o caso do quilograma), e cópias devem ser feitas para uso real. Esses padrões secundários são muitas vezes relatados como padrões de referência e são normalmente certificados. Seu valor derivado é rastreável para o padrão primário original. Entende-se que cópias não podem ser feitas com absoluta perfeição e apresentam probabilidade de erro.

Gonçalves Jr. (2001) pondera que, para que o valor indicado pelo sistema de medição padrão possa ser adotado como valor verdadeiro convencional, é preciso que seus erros sejam menores do que os erros esperados para o sistema de medição a calibrar. Na busca por um equilíbrio técnico e econômico (padrão com baixos erros, mas que não implique em custo tão elevado), normalmente o padrão escolhido é aquele que, nas condições de calibração e para cada ponto de calibração, apresenta incerteza menor ou igual a 1/10 da incerteza esperada para o sistema de medição a calibrar. Dessa forma, garante-se que o sistema de medição padrão apresente ao menos um dígito confiável a mais que o sistema a calibrar, o que é suficiente para a determinação dos erros deste. Caso não seja possível obter um padrão que seja dez vezes superior ao sistema de medição a calibrar, podem ser utilizados os valores de 1/5 ou mesmo 1/3 para a razão entre as incertezas dos sistemas de medição padrão e a calibrar.

O método de calibração de sistemas de medição de turbidez é do tipo direto, pois utiliza medidas materializadas cujo valor verdadeiro convencional é conhecido. Tais medidas são os padrões de turbidez, sendo a suspensão de formazina a substância utilizada na fabricação da

grande maioria desses padrões, conforme discutido na Seção 2.1.1. O padrão primário pode ser sintetizado por qualquer pessoa que possua materiais e equipamentos adequados para tal. Nesse caso, a necessidade de padrões secundários é uma questão de conveniência, devido à instabilidade das suspensões de formazina diluídas e à necessidade de preparar as diluições de formazina “frescas” para cada utilização. É importante ressaltar que, nesse caso, padrões secundários são usados para verificar a performance do instrumento no intervalo entre calibrações e não para realizar propriamente a calibração.

Para efetuar a calibração do equipamento no laboratório, o usuário normalmente dispõe de duas opções: utilizar uma sequência de padrões de concentração conhecida, já estabilizados e prontos para uso, ou efetuar diluições a partir de uma solução padrão, também de concentração conhecida, visando alcançar os padrões desejados. A escolha de uma ou outra opção depende, normalmente, do tipo e modelo do equipamento. Retomando o turbidímetro digital portátil da Figura 5, tem-se um exemplo de equipamento que é calibrado a partir de um conjunto de padrões de formazina já prontos para uso, nas concentrações <0,10, 20, 100 e 800 uT (Figura 7).



Figura 7. Conjunto de padrões de formazina utilizados na calibração do turbidímetro digital portátil representado na Figura 5.

O turbidímetro *on line* da Figura 8a é um exemplo de equipamento que permite ao usuário escolher entre preparar o padrão *in loco* ou adquirir o padrão já pronto para uso. No primeiro caso, a partir de uma solução de concentração conhecida de formazina (normalmente com turbidez de 4.000 uT, Figura 8b), o usuário prepara a solução padrão de 20 uT (com 5 mL da solução de 4.000 uT em 1 L de água destilada); no segundo caso, o usuário adquire a solução pronta de 20 uT para utilizar na calibração. Ambas as escolhas possuem vantagens e

desvantagens, que devem ser avaliadas antes de se tomar a decisão; por exemplo, adquirir a solução pronta de 20 uT minimiza possíveis erros relacionados com o procedimento de diluição em laboratório, mas implica maior custo; por outro lado, preparar a solução de 20 uT a partir da solução de 4.000 uT resulta em maior custo-benefício, pois a mesma solução padrão poderá ser utilizada para efetuar diversas calibrações, mas pode implicar erros caso o processo de diluição não seja realizado com os devidos cuidados.



Figura 8. Modelo de turbidímetro *on line* (a) e solução padrão de formazina com concentração igual a 4000 uT (b) utilizada para calibração desse equipamento.

A frequência de calibração em laboratório depende da recomendação de cada fabricante e de fatores como tipo de equipamento, frequência de uso e bom senso do operador. No caso de o equipamento começar a apresentar algum sinal de erro ou a fornecer medidas muito discrepantes das usuais, pode ser necessário efetuar a calibração ou, no mínimo, uma verificação da calibração, mesmo que ainda não tenha vencido o prazo da calibração anterior. Equipamentos portáteis e de bancada devem ser calibrados com mais frequência do que equipamentos *on line*, já que, nestes últimos, não há interferência humana na medição. Para

exemplificar a frequência de calibração, o fabricante recomenda que o turbidímetro da Figura 8a seja calibrado a cada três meses ou conforme a necessidade (HACH COMPANY, 2007), enquanto o fabricante do equipamento da Figura 5 não especifica uma frequência de calibração, mas recomenda que o procedimento seja realizado pelo usuário de acordo com o programa de qualidade previamente definido no laboratório (POLICONTROL, 2014).

2.2.4. Controle estatístico da qualidade

De acordo com Longo (1996), a preocupação com a qualidade de bens e serviços sempre esteve presente nas relações comerciais. Desde quando predominavam as relações de troca, os consumidores já possuíam o hábito de inspecionar os produtos que recebiam – o que acabou por caracterizar a era da inspeção, cujo foco era procurar defeitos no produto acabado e não produzir qualidade durante a produção. Com o avanço industrial e o surgimento da produção em massa, a era do controle estatístico substituiu a era da inspeção, incorporando técnicas de amostragem e outros procedimentos estatísticos ao longo da cadeia produtiva, além de contribuir para o aparecimento do setor de controle da qualidade nas empresas, já nos anos 1930. A partir da década de 1950, o advento da preocupação com a gestão da qualidade caracterizou o deslocamento da análise do produto ou serviço para a criação de um sistema de qualidade, de modo que a responsabilidade pela qualidade passou a ser da empresa como um todo e não apenas de um setor ou departamento específico.

O Guia Eurachem define alguns termos importantes utilizados em gestão da qualidade e avaliação da conformidade (EURACHEM, 2002):

- **Qualidade:** grau em que um conjunto de características inerentes ao produto ou serviço satisfaz determinados requisitos.
- **Acreditação:** procedimento através do qual um órgão competente reconhece que um organismo ou pessoa é apto a realizar tarefas específicas. No contexto das medições em laboratório, a acreditação é o reconhecimento formal de que o laboratório é competente para realizar calibrações ou testes específicos.
- **Certificação:** procedimento pelo qual um terceiro reconhece e garante que um produto, processo ou serviço está em conformidade com os requisitos especificados. A certificação, também conhecida como registro, difere da acreditação por não entrar no mérito da especificação da competência técnica do referido produto, processo ou serviço.

- **Garantia da qualidade:** abarca as medidas globais que um laboratório utiliza para assegurar a qualidade de suas operações. Tipicamente, a garantia da qualidade pode incluir, entre outros aspectos: ambiente de laboratório adequado; pessoal educado, treinado e qualificado; procedimentos padrão de treinamento e registros; manutenção e calibração adequada de equipamentos; procedimentos de controle da qualidade; métodos padrão documentados e validados; rastreabilidade e incerteza de medição; procedimentos de verificação e registro; ações preventivas e corretivas; ensaios de proficiência; procedimentos de auditoria e de revisão interna; procedimentos de reclamação..
- **Controle da qualidade:** conjunto de técnicas e atividades operacionais utilizadas para cumprir com os requisitos de qualidade. Exemplos: análise de materiais de referência/padrões de medição; utilização de amostras de controle de qualidade e gráficos de controle; análise de brancos; análises em duplicata.
- **Material de referência:** material ou substância que possui uma ou mais propriedades suficientemente homogêneas e bem estabelecidas, de modo que possa ser utilizado para calibração de um aparelho, avaliação de um método de medição ou para atribuir valores a materiais.
- **Material de referência certificado:** material de referência que possui um ou mais valores de propriedade certificados por um procedimento que estabelece sua rastreabilidade, e para o qual cada valor certificado é acompanhado por uma incerteza para um nível de confiança estabelecido.
- **Rastreabilidade:** propriedade que relaciona o resultado de uma medição ou o valor de um padrão a referências estabelecidas, geralmente padrões nacionais ou internacionais, através de uma cadeia ininterrupta de comparações, todas possuindo incertezas já estabelecidas.

Segundo Ribeiro Júnior (2012), a definição de qualidade foi elaborada de maneira diferente por diversos estudiosos. Por exemplo, Feigenbaum, considerando o ponto de vista financeiro, afirma que um processo de qualidade deve atender à satisfação do cliente sob níveis econômicos; Deming julga que a quantidade e a qualidade dos produtos aumentam à medida que diminui a variabilidade do processo produtivo; para Juran e para Crosby, qualidade significa adequação ao uso e atendimento às especificações, respectivamente; finalmente, Taguchi entende que os itens de um processo produtivo devem apresentar características as

mais próximas possível do valor-alvo, ao invés de simplesmente atender às especificações. Montgomery (2004), citado por Ribeiro Júnior (2012), afirma, ainda, que um processo de produção é composto por um sistema que possui variáveis de entrada (*inputs*), constituídas por fatores controláveis ou não (fontes de incerteza), e variáveis de saída (*outputs*), constituídas pelas características de qualidade medidas.

De acordo com as afirmativas dos autores citados, Ribeiro Júnior (2012) ressalta que o importante é identificar, da forma mais correta possível, a combinação entre os fatores controláveis que proporciona a adequação do produto ou serviço à respectiva especificação. O autor pondera, ainda, que a utilização correta dos métodos estatísticos nos programas de melhoria da qualidade contribui para auxiliar na tomada de decisões e na definição de conclusões técnicas, “no sentido de adquirir novos conhecimentos e de solucionar os problemas ligados à qualidade do processo”.

Para que, por exemplo, no controle operacional de ETAs seja possível medir com precisão valores de turbidez muito baixos (abaixo de 0,10 uT), procedimentos operacionais padrão rigorosos e um alto nível de garantia de controle da qualidade são obrigatórios. Os usuários devem assegurar que programas de operação, manutenção e calibração adequados estejam em vigor para todos os equipamentos. A manutenção preventiva também deve compor o programa de controle de rotina: inspeções semanais e limpeza regular das lentes, fontes de luz e reservatórios, por exemplo, são importantes para assegurar o funcionamento adequado do turbidímetro (HEALTH CANADA, 2012). No entanto, embora a utilização de técnicas e equipamentos apropriados seja uma parte importante da realização de medições adequadas de turbidez, é imprescindível que os usuários/operadores estejam cientes dos fatores que podem conduzir a dados de baixa qualidade. Tais fatores incluem más técnicas de laboratório, erros de cálculo, instrumentação com defeito ou mau funcionamento e produtos químicos (incluindo padrões de calibração) fora da validade. O desenvolvimento de um programa de garantia e controle de qualidade garante a minimização de erros gerados por medições imprecisas (USEPA, 1999). Os requisitos mínimos do programa de controle da qualidade, a ser aplicado para a medição de turbidez, são a demonstração inicial da capacidade do laboratório e a verificação contínua de seu desempenho (USEPA, 1993).

2.3. Controle da turbidez para a segurança da água para consumo humano

2.3.1. Significado do controle de turbidez

Nos mais diversos países, protozoários, principalmente *Giardia* e *Cryptosporidium*, têm sido identificados como importantes causas de transmissão de doenças de veiculação hídrica, em particular via consumo de água (KARANIS *et al.*, 2007; BALDURSSON e KARANIS, 2011; EFSTRATIOU *et al.*, 2017). No Brasil, há vários relatos de circulação de cistos de *Giardia* e de oocistos de *Cryptosporidium* no ambiente, particularmente em mananciais de abastecimento de água para consumo humano (por exemplo, BASTOS *et al.*, 2004; DIAS *et al.*, 2008; NETO *et al.*, 2010; RAZZOLINI *et al.*, 2010; ARAÚJO *et al.* 2011; LOPES *et al.*, 2011; SATO *et al.*, 2013; FRANCO *et al.*, 2016.). Entretanto, como apontado por Bevilacqua *et al.* (2009) e posteriormente confirmado por Coelho *et al.* (2017) em revisão sistemática em relação a *Giardia*, não há ocorrência bem documentada da transmissão de giardiose e criptosporidiose associada ao consumo de água, predominando a descrição de surtos relacionados a contatos interpessoais, notadamente envolvendo crianças em creches.

Infecções por *Giardia* são mais comuns que as causadas por *Cryptosporidium* e os sintomas da giardiose podem, inclusive, persistir por mais tempo. No entanto, *Cryptosporidium* é um protozoário cujo oocisto é menor e mais resistente de que o cisto de *Giardia*, o que o torna de mais difícil remoção por processos de tratamento de água, por exemplo, filtração e desinfecção (WHO, 2011). Como se comprova em informações sistematizadas de literatura, em vários surtos de giardiose e criptosporidiose associados ao consumo de água foram registrados eventos de falhas no tratamento da água e, em alguns, mais especificamente, de elevação da turbidez da água tratada (USEPA, 1999; BEVILACQUA *et al.*, 2009). Assim é que, já há algum tempo, são muitos os estudos que buscam associação entre remoção de turbidez e de (oo)cistos de *Giardia* e *Cryptosporidium* por filtração, bem como de valores absolutos de turbidez da água filtrada com a presença/ausência de (oo)cistos - muitos destes registrados em USEPA (2006) ou em Bastos *et al.* (2009) e Bastos *et al.* (2013). Porém, como destacado por Bastos *et al.* (2009), o estado da arte do conhecimento sobre o tema ainda é controverso, ao menos no que tange ao estabelecimento de relações numéricas entre a remoção de turbidez e de (oo)cistos ou de limites numéricos para turbidez da água filtrada que assegurem a ausência de (oo)cistos na água. Não obstante, como se discutirá a seguir, a turbidez tem sido incorporada em normas de qualidade da água como parâmetro indicador da remoção de (oo)cistos por meio da filtração, ou como pré-requisito para a desinfecção, pois

como já visto, partículas em suspensão podem proteger os microrganismos da ação dos desinfetantes.

2.3.2. Turbidez em normas e diretrizes de qualidade da água para consumo humano como indicador da qualidade parasitológica da água

Como sistematizado por Bastos *et al.* (2009), desde 1989 a turbidez é incorporada na regulamentação estadunidense como indicador da eficiência de remoção de protozoários por meio da filtração. À época o foco era o controle de *Giardia* e, para tanto, impunha-se como meta a remoção / inativação de 99,9% (3 log) de cistos desse protozoário, supostamente alcançável no tratamento em ciclo completo com o atendimento do padrão de turbidez de água filtrada de $\leq 0,50$ uT em 95% dos dados mensais, máximo de 5,0 uT (2,5 log remoção), e desinfecção para inativação equivalente a 0,5 log (USEPA, 1989; USEPA, 1991). Quase dez anos depois, o foco passou a ser o controle de oocistos de *Cryptosporidium* (USEPA, 1998) e, em revisões subsequentes da *Surface Water Treatment Rule* (USEPA, 2002; USEPA, 2006), a USEPA consolidou o padrão hoje vigente, que pretende assegurar 3 log de remoção de oocistos de *Cryptosporidium*, por meio do tratamento em ciclo completo (ou filtração direta): 0,5 log na decantação e 2,5 log na filtração, desde que atendido o padrão de turbidez de água filtrada de 0,30 uT em 95% dos dados mensais, máximo de 1,0 uT. A regulamentação da USEPA prevê ainda que se compute 0,5 log adicional de remoção de oocistos de *Cryptosporidium* nas seguintes situações: (i) efluente combinado de mais de um filtro: $\leq 0,15$ uT em 95% dos dados mensais; (ii) efluentes individuais de cada filtro: $\leq 0,15$ uT em 95% dos dados mensais e sempre $\leq 0,30$ uT em duas medidas consecutivas espaçadas de 15 minutos. De fato, o crédito adicional para os efluentes individuais pode ser somado ao crédito referente ao efluente combinado, de modo que se ambos os critérios forem atendidos 1,0 log adicional de remoção pode ser computado (USEPA, 2006).

Na formulação desses critérios a USEPA entende que para o atendimento do padrão de 0,30 uT como percentil 95% uma ETA operaria “tipicamente” com efluente filtrado entre 0,10-0,20 uT e, ainda, que operaria com turbidez abaixo de 0,10 uT de modo a atender o limite de 0,15 uT (USEPA, 2006). Os argumentos para tanto são apresentados em estudo relatado em USEPA (2003), realizado pela própria USEPA, em que foi avaliada a capacidade de diferentes tipos de turbidímetros de medir baixos níveis de turbidez, a partir da distribuição de suspensões padrão com 0,150 uT para vários laboratórios. Os resultados indicaram que todos os turbidímetros de bancada, portáteis e *on line* apresentaram viés positivo em

comparação com o valor real das amostras fornecidas, com resultados variando entre 0,176 e 0,228 uT. Isto sugere que os erros nos valores lidos pelos turbidímetros podem ser conservadores, o que significa dizer que as estações de tratamento podem alcançar valores de turbidez da água pós-filtração ligeiramente inferiores aos indicados no equipamento.

Por outro lado, em USEPA (2006) se faz menções a incertezas nas medidas de turbidez. Argumenta-se, por exemplo, que o critério de impor a observação ao limite de 0,30 uT entre duas leituras consecutivas espaçadas de 15 minutos seria representativo de flutuações temporais breves de leituras dos turbidímetros, ao mesmo tempo em que flagraria violações mais frequentes do padrão. Em outra passagem, reconhece-se que leituras de baixos valores de turbidez (particularmente na faixa de 0,01-0,50 uT) podem variar entre turbidímetros de diferentes *designs* e, ou fabricantes; sugere-se, então, que o registro de valores mais baixos de turbidez (por exemplo a redução de produção de água com 0,30 uT para 0,15 uT) deve ser visto como um indicador de melhoria relativa em uma mesma ETA, com aplicação questionável para efeito de comparações entre diferentes ETAs.

Ainda em USEPA (2006), se reconhece mais explicitamente que turbidímetros *on line* apresentam viés positivo (isto é, leituras mais elevadas) em relação a turbidímetros de bancada, mas isso é relativizado como problema no entendimento de que, nos EUA, provavelmente as ETAs que recebam créditos adicionais de remoção de oocistos por conta de produção de efluente filtrado com baixa turbidez utilizem turbidímetros *on line*; entende-se, assim, que eventuais erros sistemáticos de medição para mais viriam a favor da segurança, isto é, ao atenderem o padrão (0,30 ou 0,15 uT, por exemplo) de fato as ETAs estariam operando com valores ainda mais baixos. O contrário, porém, não é abordado, isto é, a violação do padrão pode de fato não o ser. Ainda com relação às dificuldades de medidas de valores tão baixos de turbidez, a USEPA pondera que a *American Society for Testing and Materials* (ASTM) dispõe de métodos e procedimentos padronizados para tal, tanto em turbidímetros *on line* quanto em equipamentos “estáticos” e que os equipamentos devem ter capacidade de detecção de diferenças de 0,01 uT ou menos em amostras com turbidez inferiores a 1,0 uT. Enfim, com todas estas ponderações a USEPA concluiu que os equipamentos atualmente disponíveis no mercado possuem capacidade confiável de medição em valores de 0,15 uT ou menos, mas que procedimentos rigorosos de calibração e manutenção se fazem sempre necessários.

A regulamentação da USEPA se tornou uma referência internacional com reflexos em vários países, por vezes com detalhamento ou rigor ainda maiores. No Canadá o critério para

filtração rápida (ciclo completo ou filtração direta) é bem similar ao dos EUA: $\leq 0,30$ uT em 95% das medidas de turbidez em cada filtro individualmente, por carreira de filtração ou em um mês, máximo de 1,0 uT; adicionalmente, há a recomendação de que os sistemas de filtração sejam projetados e operados de forma a reduzir os níveis de turbidez da água filtrada aos menores valores alcançáveis e que todos os esforços sejam feitos para que se alcance a meta de menos de 0,10 uT em cada filtro individualmente (HEALTH CANADA, 2017). As diretrizes australianas definem que a turbidez na saída de cada filtro deve ser $\leq 0,20$ uT e em nenhum momento pode exceder 0,50 uT (NHMRC, NRMMC, 2016). As diretrizes da Organização Mundial da Saúde recomendam que a meta de turbidez, para remoção de 3,0 log de *Cryptosporidium* durante a filtração convencional (ciclo completo), seja de até 0,30 uT em 95% das amostras mensais do efluente combinado dos filtros, com nenhuma amostra ultrapassando o valor de 1,0 uT (WHO, 2017b). Na Nova Zelândia (MINISTRY OF HEALTH, 2008) as diretrizes são bem mais detalhadas, incluindo aspectos relativos ao tipo de monitoramento, se “contínuo” (*on line*) ou “manual” (bancada). Para o tratamento em ciclo completo pode ser assumida remoção de 3,0 log (2,5 log para a filtração rápida) de oocistos de *Cryptosporidium* desde que a turbidez da água filtrada não exceda os seguintes valores máximos:

(i) monitoramento contínuo:

- 0,30 uT em mais que 5% do tempo em monitoramento mensal;
- 0,50 uT em mais que 1% do tempo em monitoramento mensal;
- 1,0 uT por mais de três minutos durante a carreira de filtração;

(ii) monitoramento manual:

- 0,30 uT em um número máximo de amostras em função do número de amostras analisadas (programa de monitoramento), estabelecido com base em critério estatístico que de tal forma que o valor máximo permitido (0,30 uT) não seja excedido em mais que 5% do tempo com 95% de confiança (valores tabelados em MINISTRY OF HEALTH, 2008);
- 0,50 uT em mais que uma amostra em monitoramento mensal;
- 1,0 uT em qualquer amostra durante a carreira de filtração.

Crédito adicional de 0,5 log de remoção pode ser atribuído, se a turbidez no efluente combinado de mais de um filtro não exceder os seguintes valores máximos:

- 0,15 uT em mais que 5% do tempo em monitoramento mensal;
- 0,30 uT em mais que 1% do tempo em monitoramento mensal;
- 0,50 uT por mais de três minutos durante a carreira de filtração.

No caso de efluentes de filtros individuais, pode ainda ser computado crédito adicional de remoção de 1 log se a turbidez não exceder os seguintes valores máximos:

- 0,10 uT em mais que 5% do tempo em monitoramento mensal;
- 0,30 uT em mais que 1% do tempo em monitoramento mensal;
- 0,50 uT por mais de três minutos durante a carreira de filtração.

No Brasil, o padrão de turbidez da água filtrada também tem se tornado mais restritivo: o valor máximo permitido (VMP) de 1,0 uT para filtração rápida, que vigorava até 2004 (BRASIL, 2004), em 2011 (Portaria 2914) caiu para 0,50 uT em 95% das medidas mensais e não mais que 1,0 uT em qualquer amostra (BRASIL, 2011). Depreende-se, assim, que o padrão brasileiro tem como foco prioritário o controle de *Giardia*, porém a Portaria 2914 / 2011 traz a seguinte recomendação adicional em relação ao controle de *Cryptosporidium* (BRASIL, 2011, p.12):

Quando a média aritmética da concentração de oocistos de *Cryptosporidium* spp. for maior ou igual a 3,0 oocistos/L no(s) ponto(s) de captação de água, recomenda-se a obtenção de efluente em filtração rápida com valor de turbidez menor ou igual a 0,30 uT em 95% (noventa e cinco por cento) das amostras mensais ou uso de processo de desinfecção que comprovadamente alcance a mesma eficiência de remoção de oocistos de *Cryptosporidium* spp.

Em resumo, o exposto neste item revela a importância que assume a medida de baixos valores de turbidez no controle de qualidade da água para consumo humano, com atribuição de significado de saúde (controle de protozoários) em diferenças na primeira, ou mesmo na segunda, casa decimal nas medidas de turbidez. Torna-se, portanto, clara a importância de se assegurar precisão e acurácia nestas medidas. Assim, clara também se apresenta a relevância do presente trabalho.

2.3.3. Estudos de variabilidade de medidas de turbidez

A literatura registra estudos de variabilidade e de comparação de leituras fornecidas por equipamentos de diferentes marcas e modelos. Na Nova Zelândia, Barter e Deas (2003)

avaliaram cinco turbidímetros nefelométricos portáteis de marcas diferentes, sendo dois com fonte de luz infravermelha e três com fonte de luz branca, com relação às leituras fornecidas para águas com diferentes qualidades. Os autores encontraram que as diferenças entre os equipamentos representaram a maior parte da variabilidade detectada entre os diferentes tipos de amostras. Os coeficientes de variação obtidos estiveram entre 6,6% e 44%, sendo que a maior variação apareceu nos extremos de turbidez, ou seja, em amostras com turbidez muito baixa (como água destilada e água de nascentes, até 0,50 uT) ou muito alta (como efluente de laticínio e de abatedouro, acima de 200 uT). Portanto, independentemente do tipo de amostra, os equipamentos apresentaram melhor desempenho em valores intermediários de turbidez nas respectivas faixas de operação. De acordo com os autores, os resultados demonstraram que a variabilidade entre medidores não foi tão díspar quanto a relatada em estudos anteriores, mas destacaram a importância de se reportar não apenas os valores de turbidez, mas também a marca e modelo do equipamento utilizado na medição.

Letterman et al. (2004) estudaram a variabilidade entre seis turbidímetros de bancada e quatro turbidímetros portáteis em medidas de valores baixos de turbidez; cada equipamento foi calibrado com quatro diferentes substâncias (formazina preparada pelo usuário, formazina comercial, formazina estabilizada comercial e suspensões comerciais de microesferas de estireno divinilbenzeno). O material de calibração, o tipo de fonte de luz (branca ou infravermelha) e o modo de operação não resultaram em efeito significativo na concordância dos valores medidos entre os instrumentos. Por outro lado, procedimentos de calibração específicos para leitura de valores baixos de turbidez revelaram-se como o principal fator determinante de diferenças de medidas observadas tanto em turbidímetros portáteis quanto de bancada. Em faixa de turbidez de aproximadamente 0,01 a 0,5 uT: turbidímetros que não contavam com calibração específica para valores baixos de turbidez forneceram leituras cerca de 0,1 a 0,3 uT mais altas do que as do grupo de equipamentos que contavam com tais cuidados. s.

No Brasil, Bastos et al. (2015) compararam o comportamento de dois turbidímetros portáteis com equipamentos de bancada – um analógico e um digital. Em período de estiagem, com valores de turbidez da água bruta próximos aos avaliados no presente trabalho (5 - 10 uT), todos os equipamentos forneceram leituras estatisticamente diferentes, muito embora apenas um dos turbidímetros portáteis tenha fornecido leitura média mais discrepante, acima dos demais ($\approx 8 \times 6$ uT). Na avaliação de amostras de água decantada (1,0 – 5,0 uT), o mesmo turbidímetro portátil forneceu as leituras mais elevadas (com médias próximas a 5 uT e 3 uT,

respectivamente em períodos de chuva e de estiagem), estatisticamente superiores e duas vezes ou mais acima das médias dos demais equipamentos, os quais, entre si, por vezes forneceram leituras estatisticamente semelhantes, por vezes distintas (médias de 2,2 – 2,5 uT no período de chuvas e \approx 1,0 - 1,8 uT em época de seca). Com relação à água filtrada (0,2 - 0,5 uT), novamente os turbidímetros portáteis, agora juntamente com o analógico de bancada, forneceram leituras mais elevadas (0,40 – 0,50 uT em época de chuvas e \approx 0,30 uT em período de seca), estatisticamente e mais de duas a três vezes acima das medidas médias do equipamento digital de bancada (0,20 - 0,30 uT e \approx 0,13 uT respectivamente em períodos de chuva e de estiagem). No mesmo estudo, os autores ainda avaliaram as diferenças entre equipamentos *on line* e de bancada e encontraram que ambos forneceram leituras de turbidez de água filtrada muito próximas entre si, ainda que por vezes estatisticamente diferentes: médias em torno de 0,20 - 0,25 uT para o turbidímetro *on line* e de 0,30 uT para o de bancada em período de chuvas; 0,12 - 0,14 uT para o turbidímetro *on line* e de 0,14 uT para o de bancada em período de seca; mas todas essas medidas foram quase a metade das fornecidas por turbidímetros portáteis.

Em estudo anterior, Teixeira *et al.* (2004) avaliaram medidas de turbidez da água filtrada fornecidas por equipamentos de bancada e *on line*, em escala piloto e encontraram que os resultados das análises da água filtrada com equipamento de bancada ($1,0474 \pm 0,3664$ uT) superaram em quase 30% (com significância estatística) as obtidas com o turbidímetro *on line* ($0,8097 \pm 0,2834$ uT). Diferenças de desempenho entre turbidímetros *on line* na leitura de valores baixos de turbidez foram registradas por Letterman et al (2002): o estudo encontrou pouca concordância entre diferentes equipamentos, com variação média nas medidas de turbidez de 0,50 uT; em parte, as discrepâncias foram atribuídas à formação de bolhas de ar.

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1. Descrição dos ensaios

Leituras de turbidez da água bruta e dos efluentes das diversas etapas do processo de tratamento da água em ciclo completo foram conduzidas no Laboratório de Controle da Qualidade da Água (LCQA) da Estação de Tratamento de Água da Universidade Federal de Viçosa (ETA UFV). A ETA UFV trata cerca de 30 L s^{-1} durante 12 horas diárias, em ciclo completo: mistura rápida hidráulica em calha Parshall, coagulação com sulfato de alumínio, floculação hidráulica, decantação convencional, filtração rápida descendente (dois filtros) e desinfecção com cloro gás.

As leituras de turbidez foram realizadas em conformidade com o estabelecido pelo *Standard Methods for the Examination of Water and Wasterwater*, método 2130 B – leitura nefelométrica de turbidez (APHA, 2012) e por manuais de fabricantes, seguindo sempre o mesmo procedimento padrão de leitura e cuidados com os equipamentos (manutenção e calibração). Em decorrência de alguns percalços - funcionamento inadequado e demora na obtenção de equipamentos, o trabalho foi dividido em dois estudos independentes um do outro, com delineamentos experimentais distintos e realizados em momentos também distintos.

3.1.1. Estudo 1

Realizado entre maio de 2015 e junho de 2016, o Estudo 1 envolveu a avaliação de amostras de água bruta (AB), decantada (AD) e filtrada (filtro 1 - F1; filtro 2 - F2; filtro 1 + filtro 2 - AF) da ETA UFV, com medidas de turbidez realizadas por dois operadores³ e em cinco equipamentos: quatro turbidímetros digitais portáteis, sendo três de mesma marca e modelo e um turbidímetro digital de bancada. Os dados obtidos nessa etapa, inicialmente separados por tipo de água, foram reclassificados em faixas de valores de turbidez, independentemente da origem. Foram realizadas, em média, de duas a três baterias de leituras por semana, totalizando 173 dados para água no intervalo entre 0,00 a 0,30 uT, 43 dados para 0,31 a 0,50 uT, 35 dados para 0,51 a 1,0 uT, 42 dados para 1,1 a 5,0 uT e 25 dados para 5,1 a 10 uT⁴.

Os turbidímetros portáteis foram gentilmente cedidos por empréstimo pelos respectivos fabricantes / representantes; o equipamento de bancada pertence à Divisão de Água e Esgotos (DAG) da UFV, órgão ao qual a ETA UFV está vinculada. Os procedimentos padrão adotados nessa fase, observados igualmente pelos dois operadores, foram:

- coleta das amostras de água em *erlenmeyers*, de onde eram extraídas as alíquotas para medição durante toda a sequência de análises (Figura 9);
- realização das leituras de turbidez em, no máximo, três horas após a coleta, em temperatura ambiente;

³ Os dois operadores trabalharam ao mesmo tempo e no mesmo ambiente durante cada bateria de ensaios, revezando equipamentos e aplicando os mesmos procedimentos padrão de operação. Cabe ressaltar que o Operador 2 foi treinado pelo Operador 1 e seguiu os procedimentos estabelecidos por este.

⁴ Dados obtidos pelo Operador 1, com o equipamento de bancada. O número total de dados obtidos por operador e por equipamento, para cada intervalo de valores de turbidez, é apresentado na Tabela 1 (item 4.1.1.).

- homogeneização das amostras nos *erlenmeyers* com o auxílio de um bastão de vidro, antes da retirada de cada nova alíquota;
- secagem e limpeza cuidadosas do exterior da cubeta com papel higiênico macio e, ou lenço de papel (sempre que possível) para eliminação de resíduos e manchas de gordura;
- homogeneização das cubetas por inversão (dez vezes) e avaliação cuidadosa da garantia de ausência de bolhas de ar, antes de proceder à leitura de cada amostra;
- realização das leituras em triplicata para cada amostra, de modo que o resultado final fosse dado pela média dos três valores obtidos;
- aferição da calibração dos equipamentos portáteis antes de cada série de leituras;
- limpeza cuidadosa das cubetas após o término da sequência de análises, com a utilização de detergente neutro e água destilada;
- calibração dos equipamentos utilizando os respectivos padrões de calibração e seguindo os procedimentos e frequências recomendados pelos fabricantes, ou sempre que fosse necessário – por exemplo, quando o equipamento indicava claramente a necessidade de calibração (através de uma mensagem no visor); em caso da inexistência dessa função, a calibração era efetuada quando as leituras destoassem muito dos valores usualmente obtidos;
- verificação da calibração dos equipamentos antes de cada série de análises.



(AB)

(AD)

(F1)

(F2)

(AF)

Figura 9. Erlenmeyers contendo, da esquerda para a direita, amostras de água bruta (AB), decantada (AD) e filtrada (filtro 1 – F1, filtro 2 – F2 e F1 + F2 – AF), previamente ao início da sequência de análises. Fonte: acervo da autora.

3.1.2. Estudo 2

O Estudo 2 foi realizado entre julho de 2016 e setembro de 2017. Nesse estudo foram avaliadas 2984 amostras de água bruta (AB), 973 de água decantada (AD), 2224 de água filtrada 1 (F1), 2784 de água filtrada 2 (F2) e 2402 de água filtrada 1 + filtrada 2 (AF = F1 + F2) da ETA UFV, mas em equipamentos diferentes dos utilizados no Estudo 1; desta feita foram utilizados cinco turbidímetros *on line* de mesma marca e modelo, cada um com uma das já mencionadas amostras de água; um sexto equipamento *on line* em que foram realizadas leituras apenas de amostras de água filtrada (AF) e um turbidímetro digital de bancada. Esse estudo foi incorporado à rotina de operação da ETA UFV, de modo que os dados coletados nos turbidímetros *on line* acompanharam a frequência horária das leituras no turbidímetro de bancada (utilizado na rotina da ETA), as quais eram realizadas pelos próprios operadores da estação; dessa forma, a coleta de dados tinha início às 8h e era encerrada às 18h, durante a semana, e às 15h, aos fins de semana (em média). Cinco dos equipamentos *on line*, além do de bancada, eram então de propriedade da DAG UFV; o sexto turbidímetro *on line* foi gentilmente cedido por empréstimo pelo representante comercial do equipamento.

Os procedimentos padrão adotados nesta fase foram:

- cuidados antes, durante e depois das leituras de turbidez no equipamento de bancada de forma análoga ao descrito no Estudo 1 (Seção 3.1.1.);
- verificação e correção da vazão de saída da água nos equipamentos *on line*, semanalmente ou conforme necessário;
- calibração dos equipamentos utilizando os respectivos padrões de calibração e seguindo os procedimentos e frequências recomendados pelos fabricantes.

3.2. Descrição dos equipamentos

3.2.1. Turbidímetros portáteis

De todos os turbidímetros utilizados na pesquisa, quatro foram do tipo digital portátil, de duas marcas diferentes; esses equipamentos foram utilizados apenas no Estudo 1. A frequência de calibração adotada para todos foi trimestral, já que não foi especificada pelos fabricantes.

a) Turbidímetro portátil Marca 1 (TP1)

O turbidímetro digital portátil Marca 1 (TP1) utiliza fonte de luz branca (lâmpada de tungstênio) e detector de fotocélula de silício. Possui dois modos de medição: média de sinal (automática ou manual) e *fast settling* (utilizado para amostras com elevada turbidez e rápida sedimentação). Permite alimentação com pilhas (para trabalhos de campo) ou fonte externa (para utilização em laboratório). A faixa de medição é de 0 a 1000 uT; a precisão é de 2% na faixa de leitura de 0 a 500 uT e de 3% na faixa de 500 a 1000 uT, e a incerteza máxima é de 2% em toda a escala. A calibração é efetuada com conjunto de padrões de formazina estabilizada nas concentrações de < 0,10, 20, 100 e 800 uT. Possui função de compensação de cor, corrigindo interferências decorrentes da presença de partículas que absorvem luz.

b) Turbidímetro portátil Marca 2 (TP2)

O turbidímetro digital portátil Marca 2 (TP2) utiliza fonte de luz infravermelha (LED) e três fotocélulas detectoras. Possui três modos de medição: normal, média (média de leituras no intervalo de tempo de 5s) e sedimentação rápida. A faixa de medição automática é de 0 a 1000 uT, podendo ser ajustada para outros intervalos, e a precisão é de 0,03 uT ou 3% da leitura (o que for maior). A calibração é realizada com padrões de formazina estabilizada em quatro pontos: 10, 100 e 500 uT, além do padrão “zero” (0,02 uT) que deve ser preparado pelo usuário a partir de bifiltração de água destilada ou deionizada em membrana 0,45µm. Esse equipamento realiza compensação automática de cor e possibilita medição da concentração de sulfato em amostras de água tratada e efluentes (faixa de medição de 0 a 80 ppm).

3.2.2. Turbidímetro de bancada

O turbidímetro digital de bancada⁵ (TB) foi utilizado nas duas etapas da pesquisa (Estudos 1 e 2). Esse equipamento utiliza como fonte de luz uma lâmpada de filamento de tungstênio (luz branca). A faixa de medição automática é de 0 a 10.000 uT, podendo ser ajustada para outros intervalos; permite também a medição de cor na faixa de 0 a 500 uC⁶. A precisão para medição de turbidez é de $\pm 2\%$ da leitura mais 0,01 uT na faixa de 0 a 1000 uT, $\pm 5\%$ da leitura na faixa de 1000 a 4000 uT e $\pm 10\%$ da leitura na faixa de 4000 a 10000 uT, com a

⁵ Esse foi o equipamento adotado como padrão – ou seja, como aquele que apresentou os verdadeiros resultados de turbidez – nas análises de confiabilidade e estimativa de validade (descritos nas Seções 3.3.3 e 3.3.4, respectivamente) em razão da elevada robustez, verificada por critérios como boa repetibilidade e acurácia.

⁶ Unidades de cor.

função de compensação de cor ativada (*ratio on*⁷); sem compensação de cor (*ratio off*), a precisão é de $\pm 2\%$ da leitura mais 0,01 uT na faixa de 0 a 40 uT. Esse equipamento possui, ainda, a função média de sinal (*signal averaging*), utilizada para corrigir variações de leitura causadas por flutuações de partículas ao acaso na amostra; quando a função está ativada (recomendação do fabricante para a maioria das amostras), uma leitura média é calculada a cada três segundos e apresentada no display do equipamento. O conjunto de padrões de calibração para esse equipamento é composto por soluções de formazina estabilizada nas concentrações de < 0,10, 20, 200, 1000, 4000 e 7500 uT; frequência de calibração trimestral, recomendada pelo fabricante, foi adotada na pesquisa.

3.2.3. Turbidímetros *on line*

Conforme abordado no item 3.1.2, foram utilizados cinco turbidímetros *on line* de uma marca e um sexto de outra marca. Esses equipamentos foram utilizados apenas na segunda etapa da pesquisa (Estudo 2).

a) Turbidímetro *on line* Marca 1 (TO1)

O turbidímetro *on line* Marca 1 (TO1) funciona em associação com um controlador. No controlador fica localizado o visor do equipamento (onde é mostrado o valor da turbidez), além de toda a parte operacional relacionada aos comandos a serem selecionados para realizar calibração, selecionar a faixa de medição, entre outros. Cada controlador possui duas entradas e, portanto, pode mostrar os resultados de dois equipamentos ao mesmo tempo. Já a lâmpada e o sensor estão localizados na parte superior do corpo do equipamento (“cabeça”).

Esse equipamento opera com fonte de luz branca; a faixa de medição é de 0 a 100 uT e a precisão é de $\pm 2\%$ da leitura ou $\pm 0,02$ uT, o que for maior, para valores entre 0 e 40 uT, e $\pm 5\%$ da leitura para valores entre 40 uT e 100 uT. A resolução é de 0,0001 uT para valores até 9,9999 uT; 0,001 uT para valores entre 10,000 e 99,999 uT; e 0,01 uT para 100,00 uT. A taxa de fluxo recomendada pelo fabricante é de 250 a 750 mL/min, dependendo da turbidez da água⁸. A calibração é realizada em apenas um ponto, com solução de formazina de 20 uT, que

⁷ De acordo com o manual do fabricante, a função *ratio on* fornece boa linearidade e estabilidade de calibração e ampla faixa de medição, além de ajudar a corrigir a interferência de cor na amostra. O fabricante recomenda que essa função seja utilizada na maioria das medições, devendo, obrigatoriamente, estar ativada na medição de amostras com turbidez acima de 40 uT.

⁸ O fabricante recomenda que: (i) para amostras com elevado teor de sólidos (elevada turbidez), deve-se operar com vazão elevada, ou seja, próxima a 700-750 mL/min e (ii) para amostras com baixo teor de sólidos (baixa turbidez), deve-se operar com baixa faixa de vazão, entre 300 e 400 mL/min.

pode ser comprada pronta para uso (formazina estabilizada) ou pode ser preparada pelo usuário a partir da solução padrão de 4000 uT – opção que foi utilizada neste estudo, em função do menor custo; a frequência de calibração adotada no estudo foi trimestral, conforme recomendação do fabricante.

b) Turbidímetro *on line* Marca 2 (TO 2)

O turbidímetro *on line* Marca 2 (TO2) difere fundamentalmente do TO1 por apresentar um *design* mais compacto, em que sensor e visor estão localizados na mesma peça; além disso, no interior do equipamento a amostra passa por um pequena cubeta com capacidade para 20 mL, ao contrário do TO1, que possui capacidade interna para 1 L de amostra. O turbidímetro TO2 pode operar com fonte de luz branca ou infravermelha; a versão utilizada neste trabalho opera com luz infravermelha. A faixa de medição pode variar de 0 a 10, 0 a 100 ou 0 a 1000 uT; o modelo utilizado nesta pesquisa possuía faixa de medição de 0 a 10 uT. A precisão é de $\pm 2\%$ da leitura ou $\pm 0,02$ uT, o que for maior, para valores abaixo de 40 uT, e $\pm 5\%$ da leitura para valores acima de 40 uT. A resolução é de 0,0001 uT para valores abaixo de 10 uT. A pressão máxima de operação deve ser de 1380 kPa e a taxa de fluxo recomendada pelo fabricante é de 100-1000 mL/min. O conjunto de padrões de calibração para esse equipamento é composto por soluções de formazina estabilizada nas concentrações de 0,02, 10, 100 e 1000 uT; frequência de calibração foi trimestral, conforme recomendação do fabricante.

Um resumo dos equipamentos utilizados na presente pesquisa é apresentado no Quadro 3.

Quadro 3. Principais características e usos dos turbidímetros avaliados

Tipo	Marca /Modelo	Fonte de luz	Aplicação	Quantidade	Código
Portátil	TP1	Branca	Estudo 1	3	TP1a, TP1b, TP1c
Portátil	TP2	Infravermelha	Estudo 1	1	TP2
Bancada	TB	Branca	Estudos 1 e 2	1	TB
<i>On line</i>	TO2	Infravermelha	Estudo 2	1	TO2
<i>On line</i>	TO1	Branca	Estudo 2	5	TO1

3.3. Análise estatística dos dados

3.3.1. Sistematização inicial dos dados

Inicialmente, os resultados obtidos nos dois estudos foram avaliados em termos de estatística descritiva com o software Excel[®]2013. Conforme Ribeiro Júnior (2013), esse tipo de análise

tem o objetivo de descrever um conjunto amostral de dados utilizando medidas de posição e dispersão, além do emprego de tabelas e gráficos para apresentação dos resultados. As leituras de turbidez, separadas por operador (somente no caso do Estudo 1) e equipamento (Estudos 1 e 2), foram descritas através de medidas de posição (média, mediana, máximo, mínimo, 1º e 3º quartis) e de dispersão (variância, desvio-padrão e coeficiente de variação). Posteriormente, efetuou-se uma série de testes estatísticos, os quais são descritos nas Seções 3.3.2 a 3.3.4.

3.3.2. Testes de diferenças entre leituras de turbidez

Inicialmente, com auxílio do software @Risk para Excel, versão 5.5, os dados em cada intervalo de turbidez foram submetidos ao teste de Kolmogorov-Smirnov (K-S) para verificação de ajuste a funções distribuição de probabilidades. Tendo os dados, em geral, bem se ajustado à distribuição normal, foram aplicados testes paramétricos para verificação de diferenças de médias entre leituras de turbidez. O nível de confiança adotado foi de 95%

Com o objetivo de verificar a ocorrência de diferenças entre leituras fornecidas pelos diferentes operadores e equipamentos, os resultados foram inicialmente submetidos à análise de variância (ANOVA) com o software Minitab®17. De acordo com Ribeiro Júnior (2013), a ANOVA é um teste que possibilita “decompor a variação total entre todas as observações nas variações devidas a causas conhecidas e independentes e a causas desconhecidas de natureza aleatória”; as causas conhecidas são as fontes de variação premeditadas e aquelas intrínsecas ao próprio experimento e que podem ser controladas pelo pesquisador (fontes de variação sistemáticas).

Para a realização da ANOVA, deve-se definir um delineamento experimental de acordo com as condições do experimento, de modo a garantir o isolamento de fatores não controlados. No Estudo 1, foi utilizado delineamento em blocos casualizados (DBC) com análise fatorial 5x2, isto é, cinco equipamentos e dois operadores. Cada dia de medição correspondeu a um bloco, já que as condições experimentais (turbidez da água bruta e no decorrer do tratamento) variaram ao longo dos dias. Para cada faixa de valor de turbidez foi realizada uma ANOVA, com posterior aplicação do teste Tukey para verificação de diferenças de medidas de turbidez entre pares de equipamentos / operadores. Dessa forma, foram realizadas cinco análises de variância para compor o conjunto dos resultados de comparação de turbidez no Estudo 1.

O Estudo 2 foi concebido em delineamento inteiramente casualizado (DIC), com análise de um fator (equipamento), tendo sido empregados dois equipamentos para as águas bruta, decantada, filtrada 1 e filtrada 2, e três equipamentos para a água filtrada, F1 + F2; cada dia de medição correspondeu a uma repetição. Para cada tipo de água foi realizado um teste Tukey para verificação de diferenças de medidas de turbidez entre pares de equipamentos. Dessa forma, foram realizados cinco testes para compor o conjunto dos resultados de comparação de turbidez para o Estudo 2.

3.3.3. *Teste de confiabilidade das medidas de turbidez em relação a um padrão*

Esse teste consiste em verificar a concordância dos resultados quando a medição se repete, ou seja, avaliar a acurácia da medição. A verificação da proporção de concordância entre pares de valores fornecidos por equipamentos diferentes é realizada com o índice Kappa, dado pela Equação (2):

$$K = \frac{P_o - P_e}{1 - P_e} \quad (2)$$

Em que: K = estatística Kappa;

P_o = proporção global de concordâncias observadas;

P_e = proporção global de concordâncias esperadas por chance.

As proporções P_o e P_e são estimadas pelas Equações (3) e (4):

$$P_o = \frac{1}{n} (\sum_{i=1}^k p_{ii}) \quad (3)$$

$$P_e = \frac{1}{n^2} (\sum_{i=1}^k (p_{i.}) (p_{.i})) \quad (4)$$

Em que: n = total de pares de leituras de turbidez realizadas;

k = número de categorias;

p_{ii} = células concordantes em uma tabela de contingência n x n;

$p_{i.}$ = somatório da linha i;

$p_{.i}$ = somatório da coluna i.

De acordo com Lilienfeld e Stolley (1994), citados por Teixeira *et al.* (2004), os valores do índice Kappa podem ser interpretados da seguinte forma: $K < 0$: não há concordância; $0 < K < 0,19$: concordância pobre; $0,20 < K < 0,39$: concordância regular; $0,40 < K < 0,59$: concordância moderada; $0,60 < K < 0,79$: concordância substancial; $0,80 < K < 1,00$: concordância quase perfeita.

Para a aplicação desse teste, é necessário estabelecer um ou mais pontos de corte, ou seja, valores menores ou iguais os quais se espera ou se deseja para os dados. Seguindo o proposto por Teixeira *et al.* (2004), no presente trabalho foram utilizados como pontos de corte o Valor Máximo Permitido (VMP) de 0,50 uT para a turbidez da água filtrada, estabelecido pela Portaria 2914/2011 (BRASIL, 2011) e o padrão estadunidense de 0,30 uT (USEPA 2009; USEPA, 2011), também para a água pós-filtração. Dessa forma, somente os valores de turbidez das águas filtradas foram submetidos ao teste de confiabilidade e avaliados pelos diferentes equipamentos, em relação ao equipamento de bancada TB, para os pontos de corte considerados.

3.3.4. Estimativa de validade das medidas de turbidez em relação a um padrão

Considerando o equipamento de bancada TB como padrão, tal como adotado no teste de confiabilidade, foram estimadas as proporções de acertos (verdadeiros positivos e verdadeiros negativos) e de erros (falso-positivos e falso-negativos) dos demais equipamentos em relação a este. A partir das Equações (5) e (6), foram estimadas a sensibilidade (capacidade de detectar resultados verdadeiramente positivos - valores de turbidez obtidos com os demais equipamentos que fossem inferiores aos obtidos com o TB) e a especificidade (capacidade de detectar verdadeiros negativos - valores de turbidez obtidos com os demais equipamentos que estivessem acima daqueles obtidos com o TB). Tal como ocorreu no teste de confiabilidade, foram utilizados pontos de corte para os valores de turbidez da água filtrada (0,50 e 0,30 uT); os valores de turbidez inferiores a esses pontos foram considerados como verdadeiros positivos, enquanto os valores de turbidez acima desses padrões foram considerados como verdadeiros negativos. Novamente, apenas os valores de turbidez da água filtrada foram submetidos à estimativa de validade.

$$S (\%) = \frac{VP}{VP+FN} \times 100 \quad (5)$$

$$E (\%) = \frac{VN}{VN+FP} \times 100 \quad (6)$$

Em que: S = sensibilidade;
E = especificidade;
VP = verdadeiros positivos;
VN = verdadeiros negativos;
FP = falso-positivos;
FN = falso-negativos.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Estudo 1

4.1.1. Considerações iniciais

De acordo com a avaliação dos dados de chuva acumulada mensal da estação meteorológica de Viçosa-MG (Anexo A), verificou-se que, embora em alguns meses do ano tenha ocorrido maior volume de chuvas, durante o período estudado todos os meses registraram dias de chuva. A variação na turbidez da água bruta também foi pequena, o que pode ser confirmado por meio do desvio interquartilico dos valores de turbidez constantes no gráfico da Figura 10; tanto nos meses de chuva (outubro de 2015 a março de 2016) quanto nos de estiagem (maio a setembro de 2015), 75% dos valores de turbidez foram inferiores a 10 uT e, sem levar em conta alguns poucos dados discrepantes, os valores máximos registrados não ultrapassaram 8 uT no período de seca e 10 uT no período de chuva⁹. Dessa forma, optou-se por desconsiderar a divisão inicialmente pensada dos dados em períodos de chuva e seca, tendo sido considerados os dados como um todo para fins de análise estatística.

⁹ Cumpre esclarecer que o ponto de captação de água da ETA UFV se localiza na segunda represa de uma série de cinco barramentos do manancial de abastecimento – ribeirão São Bartolomeu, o que atenua a turbidez da água bruta.

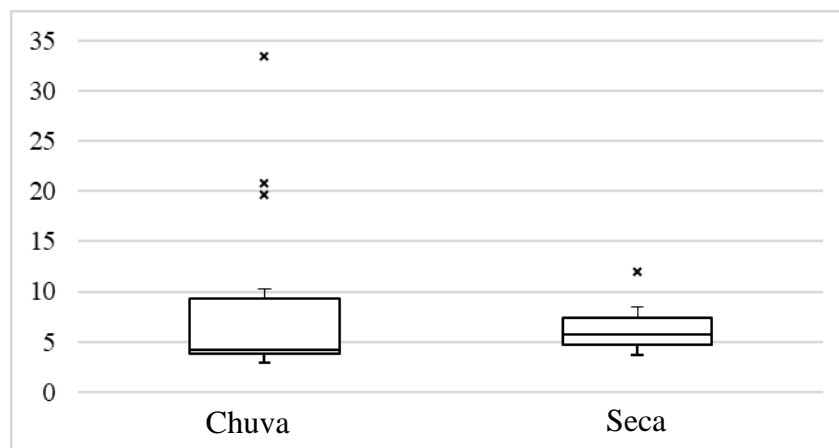
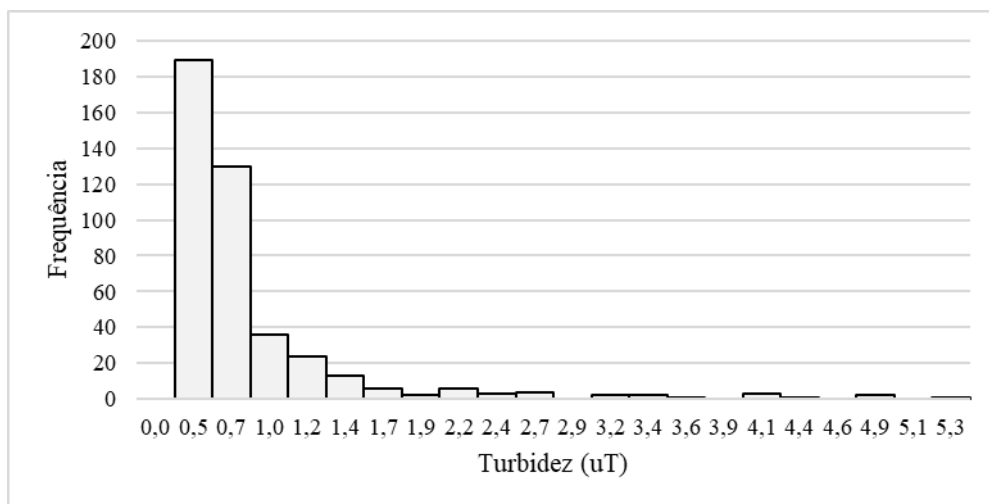
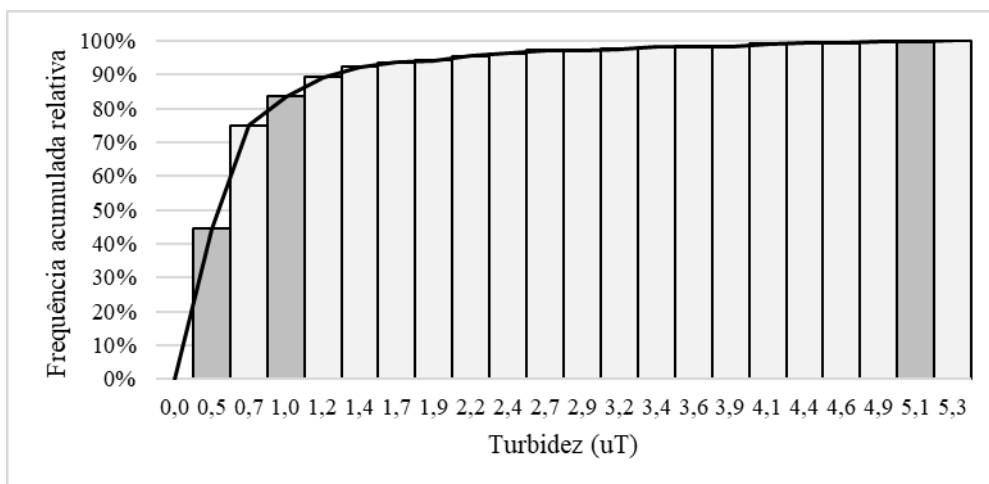


Figura 10. Distribuição de frequência dos dados de turbidez da água bruta da ETA UFV nos períodos de chuva e seca (valores obtidos com o equipamento TB e pelo operador OP1 durante o Estudo 1, maio de 2015 a junho de 2016).

As variações de turbidez da água bruta, de modo geral, foram bem absorvidas ao longo do tratamento na ETA UFV, o que pode ser verificado pela distribuição de frequência dos dados de turbidez das águas decantada (Figura 11) e filtrada (Figura 12) durante o período considerado. A análise da Figura 11b permite observar que mais de 80% dos dados de turbidez da água decantada estiveram abaixo de 1,0 uT, tendo a totalidade dos valores sido inferiores a 5,3 uT; conclui-se, então, que a água decantada apresentou muito boa qualidade, independentemente das variações apresentadas pela água bruta. O mesmo pode ser verificado para a água filtrada (Figura 12b), que apresentou a quase totalidade dos dados (99%) menores do que 0,50 uT (valor máximo permitido pela norma brasileira) e cerca de 95% dos dados inferiores a 0,30 uT. Ainda, valores de turbidez da água decantada inferiores a 0,50 uT foram observados em quase metade do tempo.

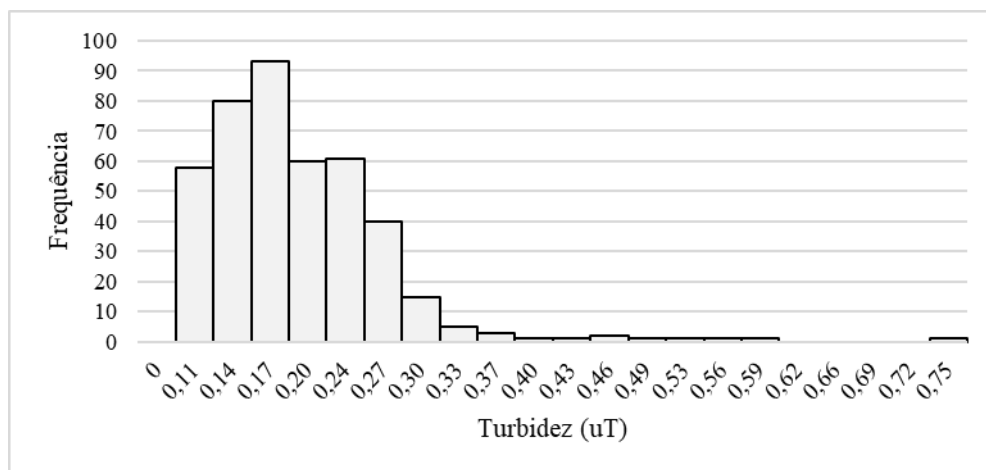


(a)

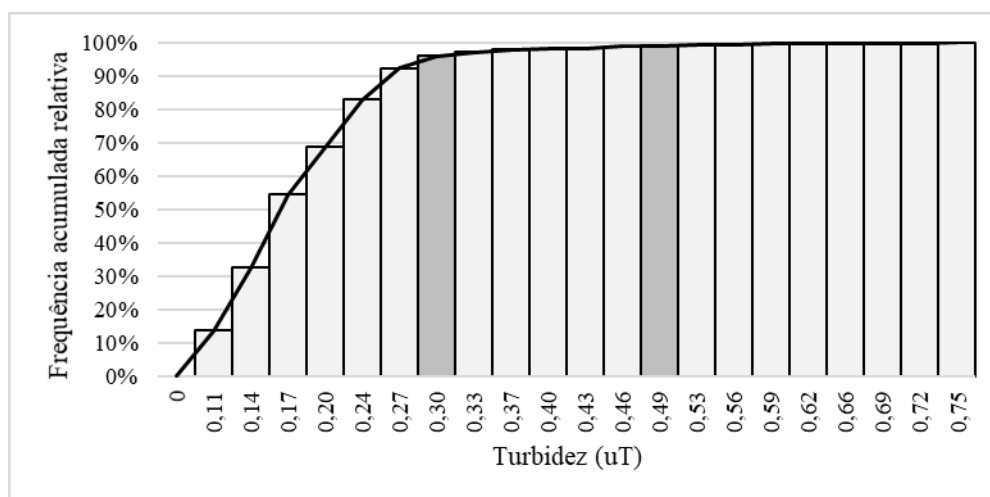


(b)

Figura 11. Distribuição de frequência (a) e frequência acumulada (b) dos dados de turbidez da água decantada da ETA UFV (valores obtidos com o equipamento TB e pelo operador OP1 durante o Estudo 1, maio de 2015 a junho de 2016).



(a)



(b)

Figura 12. Distribuição de frequência (a) e frequência acumulada (b) dos dados de turbidez da água filtrada da ETA UFV (valores obtidos com o equipamento TB e pelo operador OP1 durante o Estudo 1, maio de 2015 a junho de 2016).

Com base nesses resultados, optou-se por estudar as medidas de turbidez a partir da perspectiva de intervalos de valores, ao invés da separação por tipo de água. Assim, os dados como um todo, inicialmente separados por tipo de água (bruta, decantada e filtrada) e estação do ano (seca ou chuvosa), foram divididos entre os seguintes intervalos de valores: (i) 0,00 a 0,30 uT, sendo 0,30 uT a recomendação da norma estadunidense para turbidez da água filtrada (USEPA, 2009; USEPA 2011); (ii) 0,31 a 0,50 uT, sendo 0,50 uT o valor máximo permitido pela norma brasileira para turbidez da água filtrada (BRASIL, 2011); (iii) 0,51 a 1,0 uT; (iv) 1,1 a 5,0 uT; (v) 5,1 a 10 uT; e (vi) > 10 uT.

Na Tabela 1 é apresentado o número de dados obtidos em cada intervalo de turbidez, separados por equipamento e operador; conforme pode ser verificado, o número de dados

acima de 10 uT foi muito baixo e, portanto, esses dados não foram considerados nas análises estatísticas.

Tabela 1. Número de dados em cada intervalo de valores de turbidez durante o Estudo 1, distribuídos por equipamento e operador.

Intervalo	OP1					OP2				
	TP1a	TP1b	TP1c	TP2	TB	TP1a	TP1b	TP1c	TP2	TB
0,00 a 0,30 uT	186	184	181	166	173	166	155	148	150	156
0,31 a 0,50 uT	36	25	44	51	43	46	44	65	55	56
0,51 uT a 1,0 uT	31	39	27	33	35	41	45	38	47	40
1,1 uT a 5,0 uT	44	44	38	41	42	44	48	40	41	43
5,1 a 10 uT	22	26	28	26	25	23	27	28	25	24
> 10 uT	6	7	7	8	7	5	6	6	7	6
Total	325	325	325	325	325	325	325	325	325	325

OP: operador; TP: turbidímetro portátil; TB: turbidímetro de bancada.

4.1.2. Estatística descritiva dos dados de turbidez

A estatística descritiva dos dados de turbidez compreendidos em cada intervalo de valores, obtidos pelos operadores OP1 e OP2 com os turbidímetros portáteis TP1a, TP1b, TP1c (mesmas marcas e modelos) e TP2 e com o turbidímetro de bancada TB durante o Estudo 1, é apresentada nas Tabelas 2 a 6¹⁰. Verifica-se na Tabela 2 que o TB e o TP2 foram os equipamentos que apresentaram os maiores valores para a faixa de 0,00 a 0,30 uT, mas com diferença de apenas 0,05 uT entre a média destes equipamentos e a dos demais (TP1a, TP1b e TP1c). Na mesma faixa de valores, em todos os equipamentos avaliados, os dois operadores apresentaram a mesma média de leitura¹¹. O desvio-padrão dos dados obtidos por ambos os operadores com o equipamento de bancada (TB) foi o menor (0,048 - 0,050 uT), enquanto o TP1b apresentou o maior desvio-padrão (0,067 - 0,070 uT); porém, em geral, a variabilidade dos dados não diferiu tanto.

Na faixa de 0,31 a 0,50 uT (Tabela 3), as medidas realizadas pelos dois operadores apresentaram o mesmo valor médio em todos os equipamentos, enquanto a variabilidade (desvio-padrão) se mostrou ainda mais estreita que na faixa anterior de turbidez: entre

¹⁰ De acordo com a recomendação do *Standard Methods* (APHA, 2012), os valores turbidez obtidos neste trabalho foram reportados conforme segue: para valores entre 0 e 1 uT, reportou-se como o múltiplo de 0,05 mais próximo; para valores entre 1 e 10 uT, reportou-se como o múltiplo de 0,1 mais próximo; para valores entre 10 e 40 uT, reportou-se como a unidade inteira mais próxima; para valores entre 40 e 100 uT, reportou-se como o múltiplo de 5 mais próximo.

¹¹ Cabe reafirmar que os dois operadores trabalharam simultaneamente e seguiram os mesmos procedimentos padrão de medição durante todo o estudo.

0,049 uT (TP1c) e 0,065 uT (TP1a) (coeficiente de variação entre 13 e 16). Na faixa de 0,51 a 1,0 uT (Tabela 4), a única diferença de média de medidas entre operadores encontrada foi de 0,05 uT, em TP1a (OP1 = 0,70 uT e OP2 = 0,65 uT), enquanto a diferença média entre equipamentos não foi superior a 0,15 uT (0,80 uT em TP1b e 0,65 uT em TP1c, TP2 e TB); o desvio-padrão variou de 0,11 uT (TP1c, OP2) a 0,16 (TP1b, OP2 e TP2, OP1).

Nas demais faixas as diferenças entre medidas médias se mostraram um pouco maiores. Na faixa de 1,1 a 5,0 uT (Tabela 5), a maior diferença média encontrada entre operadores foi da ordem de 0,20 uT (TP1b, OP1 = 3,3 uT x TP1b, OP2 = 3,1 uT e TB, OP1 = 3,7 x TB, OP2 = 3,5), ao passo que a diferença média entre equipamentos com o mesmo operador chegou a 0,50 uT (TP1b, OP2 = 3,1 uT x TP2, OP2 = 3,6 uT); o desvio-padrão variou entre 0,84 uT (TP1a, OP1) e 1,2 uT (TP1b, OP2). Por fim, na faixa de valores mais altos de turbidez (5,1 a 10 uT, Tabela 6), a maior diferença média encontrada, tanto entre operadores quanto entre equipamentos, foi da ordem de 0,30 uT: 6,8 uT (TP1c, OP1; TP2, OP1; TP2, OP2) x 7,1 uT (TP1a, OP1; TP1b, OP1; TB, OP1; TP1c, OP2); no entanto os desvios-padrão permaneceram em faixas muito estreitas (1,3 uT em TP2, OP1 e 1,6 uT em TB, OP2).

Tabela 2. Estatística descritiva dos dados de turbidez na faixa de 0,00 a 0,30 uT, por operador e equipamento, Estudo 1.

Parâmetro	OP1					OP2				
	TP1a	TP1b	TP1c	TP2	TB	TP1a	TP1b	TP1c	TP2	TB
N	186	184	181	166	173	166	155	148	150	156
Mínimo	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
Máximo	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30
Mediana	0,10	0,10	0,10	0,20	0,20	0,15	0,10	0,10	0,20	0,20
Primeiro quartil (25%)	0,10	0,10	0,10	0,15	0,15	0,10	0,10	0,10	0,15	0,20
Terceiro quartil (75%)	0,20	0,20	0,15	0,25	0,20	0,20	0,20	0,20	0,25	0,25
Média aritmética	0,15	0,15	0,15	0,20	0,20	0,15	0,15	0,15	0,20	0,20
Variância	0,0034	0,0044	0,0037	0,0038	0,0023	0,0043	0,0049	0,0041	0,0029	0,0025
Desvio padrão	0,058	0,067	0,061	0,062	0,048	0,066	0,070	0,064	0,054	0,050
Coeficiente de variação (%)	41	46	43	33	24	40	47	43	26	23

OP: operador; TP: turbidímetro portátil; TB: turbidímetro de bancada.

Tabela 3. Estatística descritiva dos dados de turbidez na faixa de 0,31 a 0,50 uT, por operador e equipamento, Estudo 1.

Parâmetro	OP1					OP2				
	TP1a	TP1b	TP1c	TP2	TB	TP1a	TP1b	TP1c	TP2	TB
N	36	25	44	51	43	46	44	65	55	56
Mínimo	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30
Máximo	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Mediana	0,40	0,40	0,35	0,40	0,40	0,40	0,35	0,40	0,40	0,40
Primeiro quartil (25%)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Terceiro quartil (75%)	0,45	0,45	0,40	0,45	0,45	0,45	0,45	0,40	0,40	0,45
Média aritmética	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
Variância	0,0037	0,0027	0,0033	0,0031	0,0032	0,0042	0,0036	0,0024	0,0029	0,0037
Desvio padrão	0,061	0,052	0,057	0,056	0,057	0,065	0,060	0,049	0,054	0,061
Coefficiente de variação (%)	15	13	15	14	14	16	16	13	14	15

OP: operador; TP: turbidímetro portátil; TB: turbidímetro de bancada.

Tabela 4. Estatística descritiva dos dados de turbidez na faixa de 0,51 a 1,0 uT, por operador e equipamento, Estudo 1.

Parâmetro	OP1					OP2				
	TP1a	TP1b	TP1c	TP2	TB	TP1a	TP1b	TP1c	TP2	TB
N	31	39	27	33	35	41	45	38	47	40
Mínimo	0,50	0,50	0,55	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Máximo	0,95	1,0	1,0	1,0	1,0	0,95	1,0	0,90	1,0	1,0
Mediana	0,65	0,80	0,65	0,65	0,60	0,65	0,75	0,65	0,60	0,65
Primeiro quartil (25%)	0,60	0,70	0,60	0,55	0,55	0,55	0,65	0,55	0,55	0,60
Terceiro quartil (75%)	0,75	0,90	0,70	0,75	0,70	0,70	0,95	0,75	0,70	0,70
Média aritmética	0,70	0,80	0,65	0,65	0,65	0,65	0,80	0,65	0,65	0,65
Variância	0,018	0,022	0,014	0,024	0,019	0,017	0,026	0,012	0,018	0,015
Desvio padrão	0,14	0,15	0,12	0,16	0,14	0,13	0,16	0,11	0,13	0,12
Coefficiente de variação (%)	20	19	18	23	21	20	21	17	20	18

OP: operador; TP: turbidímetro portátil; TB: turbidímetro de bancada.

Tabela 5. Estatística descritiva dos dados de turbidez na faixa de 1,1 a 5,0 uT, por operador e equipamento, Estudo 1.

Parâmetro	OP1					OP2				
	TP1a	TP1b	TP1c	TP2	TB	TP1a	TP1b	TP1c	TP2	TB
N	44	44	38	41	42	44	48	40	41	43
Mínimo	1,1	1,1	1,1	1,1	1,1	1,3	1,1	1,1	1,2	1,1
Máximo	5,0	4,9	4,9	5,0	5,0	5,0	4,8	4,9	4,9	5,0
Mediana	3,5	3,5	3,7	3,7	3,8	3,5	3,4	3,6	3,8	3,6
Primeiro quartil (25%)	3,0	2,9	3,1	3,1	3,2	2,8	2,2	3,0	3,1	3,2
Terceiro quartil (75%)	3,9	4,0	4,1	4,5	4,2	4,2	3,8	4,0	4,3	4,1
Média aritmética	3,4	3,3	3,5	3,6	3,7	3,5	3,1	3,4	3,6	3,5
Variância	0,70	1,3	0,86	1,1	1,0	0,88	1,5	0,84	0,99	0,84
Desvio padrão	0,84	1,1	0,93	1,1	1,0	0,94	1,2	0,92	1,0	0,91
Coefficiente de variação (%)	24	34	27	30	27	27	40	27	27	26

OP: operador; TP: turbidímetro portátil; TB: turbidímetro de bancada.

Tabela 6. Estatística descritiva dos dados de turbidez na faixa de 5,0 a 10 uT, por operador e equipamento, Estudo 1.

Parâmetro	OP1					OP2				
	TP1a	TP1b	TP1c	TP2	TB	TP1a	TP1b	TP1c	TP2	TB
N	22	26	28	26	25	23	27	28	25	24
Mínimo	5,3	5,4	5,1	5,1	5,1	5,2	5,1	5,1	5,2	5,1
Máximo	10	10	10	9,5	9,8	10	10	10	9,8	10
Mediana	6,7	6,8	6,5	6,4	6,7	6,6	6,4	6,6	6,6	6,5
Primeiro quartil (25%)	6,1	5,9	5,8	5,8	5,9	6,0	5,7	6,1	5,6	5,7
Terceiro quartil (75%)	7,8	7,4	7,3	7,7	8,5	8,0	7,9	7,9	7,9	8,6
Média aritmética	7,1	7,1	6,8	6,8	7,1	7,0	6,9	7,1	6,8	7,0
Variância	2,0	2,1	2,1	1,7	2,3	2,2	2,3	2,3	1,9	2,7
Desvio padrão	1,4	1,5	1,4	1,3	1,5	1,5	1,5	1,5	1,4	1,6
Coefficiente de variação (%)	20	21	21	19	21	21	22	21	20	23

OP: operador; TP: turbidímetro portátil; TB: turbidímetro de bancada.

De modo geral, as diferenças de médias de leituras entre equipamentos e operadores foram maiores para valores de turbidez baixos, aqui compreendidos no intervalo de 0,00 a 0,30 uT, e diminuiram em valores mais elevados (acima de 1,0 uT); ao mesmo tempo, o desvio padrão aumentou conforme aumentaram os valores de turbidez. Esses resultados dão uma ideia

inicial da importância de casas decimais em valores baixos de turbidez e da susceptibilidade dessas medidas às variações nos níveis de dois fatores essenciais no processo de medição: operador e equipamento.

4.1.3. Testes de diferenças entre leituras de turbidez

i) Intervalo de 0,00 a 0,30 uT

A ANOVA para os dados de turbidez entre 0,00 e 0,30 uT indicou que pelo menos uma média diferiu das demais, tanto entre operadores quanto entre equipamentos; mostrou também que não houve interação significativa entre os níveis dos dois fatores (p -valor da interação = 0,136). O teste Tukey (Tabela 7) revelou que a média de leitura obtida pelo Operador 2 foi estatisticamente superior àquela obtida pelo Operador 1. Com relação aos equipamentos, o teste indicou que os turbidímetros portáteis da marca 1 apresentaram os menores valores de turbidez e que não houve diferença significativa entre eles; os maiores valores de turbidez foram obtidos pelos equipamentos portátil da marca 2 (TP2) e de bancada da marca 4 (TB), cujas médias foram significativamente diferentes. Portanto, a ordem de valores médios de turbidez por equipamento, do maior para o menor, foi: TB > TP2 > TP1a = TP1b = TP1c.

Tabela 7. Resultado do teste Tukey para o intervalo de 0,00 a 0,30 uT, Estudo 1 ⁽¹⁾.

Operador	N	Média teste	Média arredondada ⁽²⁾
OP2	2325	0,176900 ^A	0,20
OP1	2670	0,162408 ^B	0,15
Equipamento	N	Média teste	Média arredondada ⁽²⁾
TB	987	0,206251 ^A	0,20
TP2	948	0,196907 ^B	0,20
TP1a	1056	0,152183 ^C	0,15
TP1b	1017	0,147208 ^C	0,15
TP1c	987	0,145722 ^C	0,15

(1) Médias que não compartilham, separadamente por operador e por equipamento, a mesma letra são significativamente diferentes. (2) valores arredondados de acordo com a recomendação do *Standard Methods* (ver nota de rodapé nº 10). OP: operador; TP: turbidímetro portátil; TB: turbidímetro de bancada.

ii) Intervalo de 0,31 a 0,50 uT

Para os dados de turbidez entre 0,31 e 0,50 uT a ANOVA indicou que as médias de leitura entre operadores e entre equipamentos diferiram entre si e que não houve interação significativa entre os níveis dos dois fatores (p -valor da interação = 0,875). O teste Tukey

(Tabela 8) revelou que a média de leitura obtida pelo Operador 1 foi estatisticamente superior à obtida pelo Operador 2.

Tabela 8. Resultado do teste Tukey para o intervalo de 0,31 a 0,50 uT, Estudo 1 ⁽¹⁾.

Operador	N	Média teste	Média arredondada ⁽²⁾
OP1	597	0,395499 ^A	0,40
OP2	798	0,387931 ^B	0,40
Equipamento	N	Média teste	Média arredondada ⁽²⁾
TP1a	246	0,401031 ^A	0,40
TB	297	0,397568 ^A	0,40
TP2	318	0,392753 ^{AB}	0,40
TP1b	207	0,386163 ^{AB}	0,40
TP1c	327	0,381062 ^B	0,40

(1) Médias que não compartilham, separadamente por operador e por equipamento, a mesma letra são significativamente diferentes. (2) valores arredondados de acordo com a recomendação do *Standard Methods* (ver nota de rodapé nº 10). OP: operador; TP: turbidímetro portátil; TB: turbidímetro de bancada.

iii) Intervalo de 0,51 a 1,0 uT

Neste caso a ANOVA indicou que as médias de leitura entre operadores não diferiram entre si; para o fator equipamento, pelo menos uma média diferiu das demais. A análise de variância também mostrou que não houve interação significativa entre os níveis dos dois fatores (p-valor da interação = 0,753). O teste Tukey (Tabela 9) indicou que os valores obtidos com o equipamento portátil TP1b apresentaram turbidez média estatisticamente superior à dos demais turbidímetros, cujos valores médios foram considerados estatisticamente iguais. Portanto, a ordem de valores médios de turbidez por equipamento, do maior para o menor, foi: TP1b > TP1a = TP1c = TP2 = TB.

Tabela 9. Resultado do teste Tukey para o intervalo de 0,51 a 1,0 uT, Estudo 1 ⁽¹⁾.

Operador	N	Média teste	Média arredondada ⁽²⁾
OP1	495	0,692893 ^A	0,70
OP2	633	0,681928 ^A	0,70
Equipamento	N	Média teste	Média arredondada ⁽²⁾
TP1b	252	0,781384 ^A	0,80
TP1a	216	0,673215 ^B	0,65
TB	225	0,663388 ^B	0,65
TP2	240	0,660293 ^B	0,65
TP1c	195	0,658774 ^B	0,65

(1) Médias que não compartilham, separadamente por operador e por equipamento, a mesma letra são significativamente diferentes. (2) valores arredondados de acordo com a recomendação do *Standard Methods* (ver nota de rodapé nº 10). OP: operador; TP: turbidímetro portátil; TB: turbidímetro de bancada.

iv) Intervalo de 1,1 a 5,0 uT

A ANOVA para os dados de turbidez entre 1,1 e 5,0 uT revelou que não houve diferença entre as médias das leituras dos dois operadores; entre equipamentos, pelo menos uma média diferiu das demais. A análise de variância também mostrou que não houve interação significativa entre os níveis dos dois fatores (p-valor da interação = 0,818). O teste Tukey (Tabela 10) indicou que o valor médio obtido pelo turbidímetro portátil TP1b foi estatisticamente inferior ao dos demais equipamentos, os quais foram considerados estatisticamente iguais. Portanto, a ordem de valores médios de leituras de turbidez por equipamento, do maior para o menor, foi: TP1a = TP1c = TP2 = TB > TP1b.

Tabela 10. Resultado do teste Tukey para o intervalo de 1,1 a 5,0 uT, Estudo 1 ⁽¹⁾.

Operador	N	Média teste	Média arredondada ⁽²⁾
OP1	627	3,49611 ^A	3,5
OP2	648	3,42715 ^A	3,4
Equipamento	N	Média teste	Média arredondada ⁽²⁾
TP2	246	3,61199 ^A	3,6
TB	255	3,58711 ^A	3,6
TP1c	234	3,46178 ^A	3,5
TP1a	264	3,45341 ^A	3,5
TP1b	276	3,19385 ^B	3,2

(1) Médias que não compartilham, separadamente por operador e por equipamento, a mesma letra são significativamente diferentes. (2) valores arredondados de acordo com a recomendação do *Standard Methods* (ver nota de rodapé nº 10). OP: operador; TP: turbidímetro portátil; TB: turbidímetro de bancada.

v) Intervalo de 5,1 a 10 uT

Neste intervalo o resultado da ANOVA e do teste Tukey (Tabela 11) revelaram que não houve diferença estatisticamente significativa entre as médias de leituras tanto entre operadores quanto entre equipamentos; revelou também que não houve interação significativa entre operadores e equipamentos (p-valor da interação = 0,920). Dessa forma, as médias de leitura obtidas pelo Operador 1 e pelo Operador 2 podem ser consideradas estatisticamente iguais, assim como as médias de leitura dos equipamentos TP1a, TP1b, TP1c, TP2 e TB.

Tabela 11. Resultado do teste Tukey para o intervalo de 5,1 a 10 uT, Estudo 1 ⁽¹⁾.

Operador	N	Média teste	Média arredondada ⁽²⁾
OP2	381	6,96946 ^A	7,0
OP1	381	6,96865 ^A	7,0
Equipamento	N	Média teste	Média arredondada ⁽²⁾
TB	147	7,06872 ^A	7,1
TP1a	135	7,01873 ^A	7,0
TP1b	159	6,99075 ^A	7,0
TP1c	168	6,96589 ^A	7,0
TP2	153	6,80118 ^A	6,8

(1) Médias que não compartilham, separadamente por operador e por equipamento, a mesma letra são significativamente diferentes. (2) valores arredondados de acordo com a recomendação do *Standard Methods* (ver nota de rodapé nº 10). OP: operador; TP: turbidímetro portátil; TB: turbidímetro de bancada.

Apesar de os testes terem detectado diferenças significativas, e mesmo considerando o arredondamento dos valores de turbidez de acordo com os critérios do *Standard Methods*, observa-se que a média obtida pelo OP1 foi apenas 0,05 uT maior do que a obtida pelo OP2 no intervalo de 0,00 a 0,30 uT; na faixa de 0,31 a 0,50 uT, apesar da significância estatística, em valores absolutos a diferença entre médias foi praticamente inexistente.

Com relação aos equipamentos, de forma similar, apesar de ter sido detectada diferença estatisticamente significativa entre TB e TP2 na faixa 0,00 a 0,30 uT, as médias de turbidez obtidas com ambos os turbidímetros foram praticamente as mesmas ($\approx 0,20$ uT), sendo estas somente 0,05 uT superior (estatisticamente) à média dos demais equipamentos. Na faixa entre 0,31 e 0,50 uT o teste Tukey também apontou diferenças entre equipamentos, apesar de, novamente, as médias praticamente não terem diferido em termos absolutos ($\approx 0,40$ uT).

Em linhas gerais, isso se explicaria pela variabilidade muito estreita dos dados e, nos intervalos iniciais, pelos valores absolutos muito baixos de turbidez. Essa tendência permanece nas demais faixas de turbidez, porém com diferenças um pouco superiores entre equipamentos: 0,8 uT em TB x 0,65 uT nos demais turbidímetros na faixa de 0,51 a 1,0 uT; 3,5 - 3,6 uT em TB, TP1a, TP1b e TP2 x 3,2 uT em TP1c na faixa de 1,1 a 5,0 uT. Na faixa de valores mais altos de turbidez (5,1 a 10 uT), os valores absolutos foram praticamente os mesmos e não houve diferenças estatisticamente significativas, tanto entre operadores quanto entre equipamentos.

Na comparação entre este estudo e o já referido estudo de Bastos *et al.* (2015) (Seção 2.3.3), embora aqui haja alguma indicação de que os equipamentos portáteis possam gerar leituras ligeiramente mais baixas que o de bancada, em Bastos *et al.* (2015) há sugestões em contrário

e foram identificadas diferenças mais largas entre as medidas com os equipamentos portáteis e de bancada, chegando inclusive a colocar em questão a interpretação do atendimento aos padrões de 0,5 uT e 0,3 uT para água filtrada. Um fator que eventualmente pode ajudar a explicar as diferenças entre esses dois estudos é a atenção com a calibração dos equipamentos, realizada rigorosamente no presente trabalho, mas nem tanto em Bastos *et al.* (2015) (cumprir esclarecer que ambos os trabalhos foram conduzidos pelo mesmo grupo de pesquisa).

4.1.4. Teste de confiabilidade das leituras de turbidez

A penúltima etapa de avaliação dos dados obtidos no Estudo 1 foi a realização do teste de confiabilidade que, como abordado na Seção 3.3.3, teve por objetivo avaliar a acurácia das medições a partir da concordância de pares de valores de turbidez entre os equipamentos portáteis (TP1a, TP1b, TP1c e TP2) e o equipamento de bancada (TB), considerado como padrão. Para os pontos de corte de 0,30 e 0,50 uT, respectivamente, são apresentadas nas Tabelas 12 e 13 as concordâncias entre os pares de valores de turbidez; na Tabela 14, são apresentados os valores calculados de proporção global de concordâncias observadas, proporção global de concordâncias esperadas e o índice Kappa, para os mesmos pontos de corte.

Tabela 12. Concordância entre pares de valores de turbidez até 0,30 uT, Estudo 1.

OP1				OP2			
TB	TP1a		Total	TB	TP1a		Total
	Turbidez >0,3	Turbidez ≤ 0,3			Turbidez >0,3	Turbidez ≤ 0,3	
Turbidez >0,3	5	13	18	Turbidez >0,3	11	28	39
Turbidez ≤ 0,3	19	157	176	Turbidez ≤ 0,3	22	133	155
Total	24	170	194	Total	33	161	194
TB	TP1b		Total	TB	TP1b		Total
	Turbidez >0,3	Turbidez ≤ 0,3			Turbidez >0,3	Turbidez ≤ 0,3	
Turbidez >0,3	5	13	18	Turbidez >0,3	18	21	39
Turbidez ≤ 0,3	24	152	176	Turbidez ≤ 0,3	41	114	155
Total	29	165	194	Total	59	135	194
TB	TP1c		Total	TB	TP1c		Total
	Turbidez >0,3	Turbidez ≤ 0,3			Turbidez >0,3	Turbidez ≤ 0,3	
Turbidez >0,3	10	8	18	Turbidez >0,3	20	19	39
Turbidez ≤ 0,3	14	162	176	Turbidez ≤ 0,3	33	122	155
Total	24	170	194	Total	53	141	194
TB	TP2		Total	TB	TP2		Total
	Turbidez >0,3	Turbidez ≤ 0,3			Turbidez >0,3	Turbidez ≤ 0,3	
Turbidez >0,3	7	11	18	Turbidez >0,3	11	28	39
Turbidez ≤ 0,3	24	152	176	Turbidez ≤ 0,3	30	125	155
Total	31	163	194	Total	41	153	194

OP: operador; TP: turbidímetro portátil; TB: turbidímetro de bancada.

Tabela 13. Concordância entre pares de valores de turbidez até 0,50 uT, Estudo 1.

OP1				OP2			
TB	TP1a		Total	TB	TP1a		Total
	Turbidez >0,5	Turbidez ≤ 0,5			Turbidez >0,5	Turbidez ≤ 0,5	
Turbidez >0,5	1	2	3	Turbidez >0,5	2	2	4
Turbidez ≤ 0,5	9	182	191	Turbidez ≤ 0,5	10	180	190
Total	10	184	194	Total	12	182	194

TP1b				TP1b			
TB	TP1b		Total	TB	TP1b		Total
	Turbidez >0,5	Turbidez ≤ 0,5			Turbidez >0,5	Turbidez ≤ 0,5	
Turbidez >0,5	2	1	3	Turbidez >0,5	4	0	4
Turbidez ≤ 0,5	17	174	191	Turbidez ≤ 0,5	19	171	190
Total	19	175	194	Total	23	171	194

TP1c				TP1c			
TB	TP1c		Total	TB	TP1c		Total
	Turbidez >0,5	Turbidez ≤ 0,5			Turbidez >0,5	Turbidez ≤ 0,5	
Turbidez >0,5	3	0	3	Turbidez >0,5	3	1	4
Turbidez ≤ 0,5	1	190	191	Turbidez ≤ 0,5	4	186	190
Total	4	190	194	Total	7	187	194

TP2				TP2			
TB	TP2		Total	TB	TP2		Total
	Turbidez >0,5	Turbidez ≤ 0,5			Turbidez >0,5	Turbidez ≤ 0,5	
Turbidez >0,5	2	1	3	Turbidez >0,5	2	2	4
Turbidez ≤ 0,5	2	189	191	Turbidez ≤ 0,5	7	183	190
Total	4	190	194	Total	9	185	194

OP: operador; TP: turbidímetro portátil; TB: turbidímetro de bancada.

Tabela 14. Valores calculados de proporção global de concordâncias observadas (Po), proporção global de concordâncias esperadas (Pe) e índice Kappa (K), para os pontos de corte de 0,30 e 0,50 uT, Estudo 1.

Ponto de corte de 0,30 uT									
OP1					OP2				
Equipamento	Po	Pe	K	Concordância	Equipamento	Po	Pe	K	Concordância
TP1a	0,84	0,81	0,15	Pobre	TP1a	0,74	0,70	0,15	Pobre
TP1b	0,81	0,79	0,11	Pobre	TP1b	0,68	0,62	0,17	Pobre
TP1c	0,89	0,81	0,41	Moderada	TP1c	0,73	0,64	0,26	Regular
TP2	0,82	0,78	0,19	Pobre	TP2	0,70	0,67	0,09	Pobre

Ponto de corte de 0,50 uT									
OP1					OP2				
Equipamento	Po	Pe	K	Concordância	Equipamento	Po	Pe	K	Concordância
TP1a	0,94	0,93	0,13	Pobre	TP1a	0,94	0,92	0,23	Regular
TP1b	0,91	0,89	0,16	Pobre	TP1b	0,90	0,87	0,27	Regular
TP1c	0,99	0,96	0,85	Quase perfeita	TP1c	0,97	0,94	0,53	Moderada
TP2	0,98	0,96	0,56	Moderada	TP2	0,95	0,93	0,29	Regular

OP: operador; TP: turbidímetro portátil; TB: turbidímetro de bancada.

Os resultados do teste de confiabilidade das medidas de turbidez para o Estudo 1 demonstraram que: (i) a acurácia das medidas fornecidas pelos equipamentos portáteis em relação ao equipamento padrão (TB) não foi boa, o que pode ser verificado pelos baixos valores encontrados para o índice Kappa (Tabela 14) para os dois pontos de corte (0,30 e 0,50 uT); (ii) resultados piores foram obtidos para as medidas de valores mais baixos de turbidez (ponto de corte de 0,30 uT), o que se observa a partir da comparação entre os valores de índice Kappa calculados para os dois pontos de corte (Tabela 14).

Para o ponto de corte de 0,50 uT, o TP1c apresentou concordância quase perfeita com o TB, porém, os demais equipamentos portáteis apresentaram concordância entre pobre e moderada. Para o ponto de corte de 0,30 uT, os valores calculados para o índice Kappa foram ainda mais baixos, não ultrapassando 41% e 26% de concordância com o padrão, respectivamente nas leituras realizadas com TP1c pelos operadores OP1 e OP2. Com relação ao fator operador, discrepâncias apareceram mais nitidamente para o ponto de corte de 0,50 uT: os dados obtidos por OP1 levaram a estimativas de concordâncias pobres dos equipamentos portáteis TP1a e TP1b com o de bancada (regular quando operados por OP2), moderada para o equipamento TP2 (regular com OP2) e quase perfeita para TP1c (moderada com OP2). Para o ponto de corte de 0,30 uT, não houve diferenças importantes de concordância entre os dois operadores, tendo a maioria dos TP apresentado concordância pobre com TB, à exceção do equipamento TP1c: concordância moderada com OP1 e regular com OP2.

4.1.5. Estimativa de validade das leituras de turbidez

Por fim, e como complemento à análise do teste de confiabilidade, estimou-se a validade dos dados obtidos pelos dois operadores com os equipamentos portáteis em relação ao equipamento padrão TB, a partir da perspectiva da sensibilidade (capacidade de detecção de verdadeiros positivos) e da especificidade (capacidade de detecção de verdadeiros negativos). Os valores calculados de sensibilidade e especificidade, para os pontos de corte de 0,30 e 0,50 uT, são apresentados na Tabela 15.

Tabela 15. Valores calculados de sensibilidade (S) e especificidade (E), para os pontos de corte de 0,30 e 0,50 uT, Estudo 1.

Ponto de corte de 0,30 uT					
OP1			OP2		
Equipamento	S (%)	E (%)	Equipamento	S (%)	E (%)
TP1a	89	28	TP1a	86	28
TP1b	86	28	TP1b	74	46
TP1c	92	56	TP1c	79	51
TP2	86	39	TP2	81	28
Ponto de corte de 0,50 uT					
OP1			OP2		
Equipamento	S (%)	E (%)	Equipamento	S (%)	E (%)
TP1a	95	33	TP1a	95	50
TP1b	91	67	TP1b	90	100
TP1c	99	100	TP1c	98	75
TP2	99	67	TP2	98	75

OP: operador; TP: turbidímetro portátil; TB: turbidímetro de bancada.

Os resultados do teste de validade das medidas de turbidez para o Estudo 1 (Tabela 15) demonstraram que: (i) tanto a sensibilidade (capacidade de detectar valores inferiores a determinado valor de referência quando o equipamento padrão também assim detecta) quanto a especificidade (capacidade de detectar valores acima do valor de referência quando o equipamento padrão também assim detecta) dos turbidímetros portáteis foram menores para as medidas mais baixas de turbidez (ponto de corte de 0,30 uT); (ii) a sensibilidade foi em geral alta, porém caiu um pouco nas medidas de turbidez mais baixa (ponto de corte de 0,30 uT) efetuadas pelo OP2; (iii) a sensibilidade se mostrou de forma mais errática: variou de 33-100% e de 50-100%, respectivamente nas mãos de OP1 e OP2 no ponto de corte de 0,50 uT, e foi bem mais baixa (\approx 30-50%) para medidas abaixo de 0,30 uT, com os dois operadores.

4.1.6. Síntese dos resultados do Estudo 1

A estatística descritiva dos dados de turbidez do Estudo 1 mostrou que o TB e o TP2 foram os equipamentos que apresentaram os maiores valores para a faixa de 0,00 a 0,30 uT, mas com diferença de apenas 0,05 uT entre a média destes equipamentos e a dos demais (TP1a, TP1b e TP1c). Na mesma faixa de valores, em todos os equipamentos avaliados, os dois operadores apresentaram a mesma média de leitura. O desvio-padrão dos dados obtidos por ambos os operadores com o TB foi o menor, enquanto o TP1b apresentou o maior desvio-padrão; a variabilidade dos dados não diferiu tanto. Na faixa de 0,31 a 0,50 uT, as medidas realizadas

pelos dois operadores apresentaram o mesmo valor médio em todos os equipamentos, enquanto o desvio-padrão se mostrou ainda estreito que na faixa anterior de turbidez. Na faixa de 0,51 a 1,0 uT, a única diferença de média de medidas entre operadores encontrada foi de 0,05 uT, em TP1a, enquanto a diferença média entre equipamentos não foi superior a 0,15 uT. Nas demais faixas as diferenças entre medidas médias se mostraram um pouco maiores. Na faixa de 1,1 a 5,0 uT, a maior diferença média encontrada entre operadores foi da ordem de 0,20 uT, ao passo que a diferença média entre equipamentos com o mesmo operador chegou a 0,50 uT. Por fim, na faixa de valores mais altos de turbidez (5,1 a 10 uT), a maior diferença média encontrada, tanto entre operadores quanto entre equipamentos, foi da ordem de 0,30 uT; no entanto os desvios-padrão permaneceram em faixas muito estreitas.

O resultado do teste de confiabilidade demonstrou que a acurácia das medidas fornecidas pelos equipamentos portáteis em relação ao equipamento padrão (TB) não foi boa, e que resultados piores foram obtidos para as medidas de valores mais baixos de turbidez (ponto de corte de 0,30 uT). De modo geral e na prática, esses resultados sugerem que os turbidímetros portáteis avaliados em tese apresentam problemas de identificação do “valor verdadeiro” de turbidez – ou seja, problemas de acurácia, particularmente para medidas abaixo de 0,30 uT

A estimativa de validade revelou que tanto a sensibilidade quanto a especificidade dos turbidímetros portáteis foram menores para as medidas mais baixas de turbidez (ponto de corte de 0,30 uT) e que a sensibilidade foi em geral alta, mas caiu nas medidas de turbidez mais baixa (ponto de corte de 0,30 uT) efetuadas pelo OP2. Em resumo, esses resultados indicam que os turbidímetros portáteis avaliados apresentam bom “índice de acerto” na detecção do atendimento aos padrões de 0,30 uT e 0,50 uT, mas poderiam esconder violações ao padrão 0,30 uT (porém, nem tanto do padrão 0,50 uT).

Por fim, o teste Tukey demonstrou que, apesar das diferenças significativas encontradas, a média obtida pelo OP1 foi apenas 0,05 uT maior do que a obtida pelo OP2 no intervalo de 0,00 a 0,30 uT. Com relação aos equipamentos, de forma similar, apesar de ter sido detectada diferença estatisticamente significativa entre TB e TP2 na faixa 0,00 a 0,30 uT, as médias de turbidez obtidas com ambos os turbidímetros foram praticamente as mesmas, sendo estas somente 0,05 uT superior (estatisticamente) à média dos demais equipamentos. Na faixa entre 0,31 e 0,50 uT o teste Tukey apontou diferenças também entre equipamentos, apesar de, novamente, as médias praticamente não terem diferido em termos absolutos.

4.2. Estudo 2

4.2.1. Considerações iniciais

Analogamente ao que foi observado na primeira fase, constatou-se que durante o período do Estudo 2 (julho de 2016 a setembro de 2017) todos os meses registraram dias de chuva, conforme pode ser verificado nos gráficos de chuva acumulada mensal fornecidos pelo INMET (Anexo A). A variação na turbidez da água bruta, embora ligeiramente maior do que a observada no Estudo 1, também foi baixa, o que pode ser confirmado por meio dos desvios interquartílicos dos valores de turbidez constantes no gráfico da Figura 13. Nos meses de chuvas mais intensas (outubro de 2016 a março de 2017), 75% dos valores de turbidez foram inferiores a 10 uT e, com exceção de alguns valores discrepantes, todos os dados foram inferiores a 12 uT; nos meses mais tipicamente de estiagem (julho a setembro de 2016 e abril a setembro de 2017), 75% dos dados foram inferiores a 5,0 uT e quase todos os valores encontrados foram inferiores a 10 uT. Dessa forma, assim, como no Estudo 1 optou-se por desconsiderar a divisão inicial dos dados em períodos de chuva e seca, tendo sido considerados os dados como um todo para fins de análise estatística.

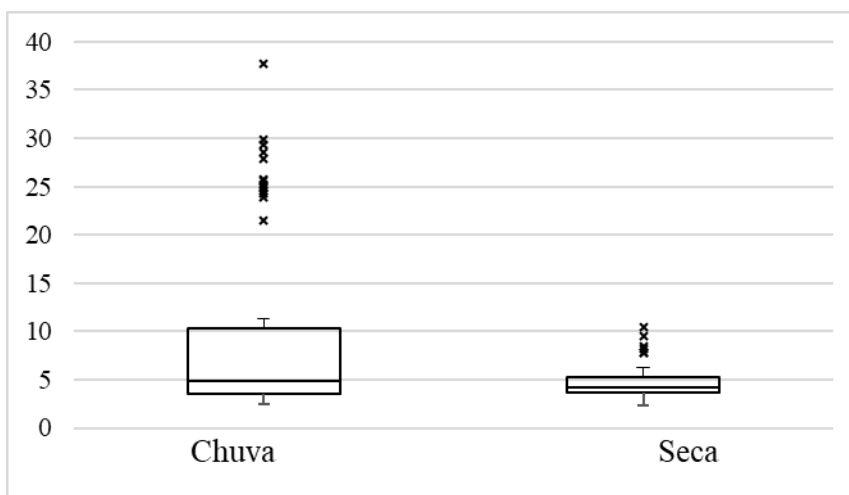


Figura 13. Distribuição de frequência dos dados de turbidez da água bruta da ETA UFV nos períodos de chuva e seca (valores obtidos com o equipamento TB e pelo operador OP1 durante o Estudo 2, julho de 2016 a setembro de 2017).

Como já mencionado na Seção 3.1.2, o Estudo 2 incluiu turbidímetros *on line*, sendo cinco de propriedade da DAG UFV e um cedido especificamente para esta pesquisa. Após os devidos ajustes, a distribuição dos dados válidos por equipamento e para cada tipo de água é apresentada nas Figuras 14 a 18.

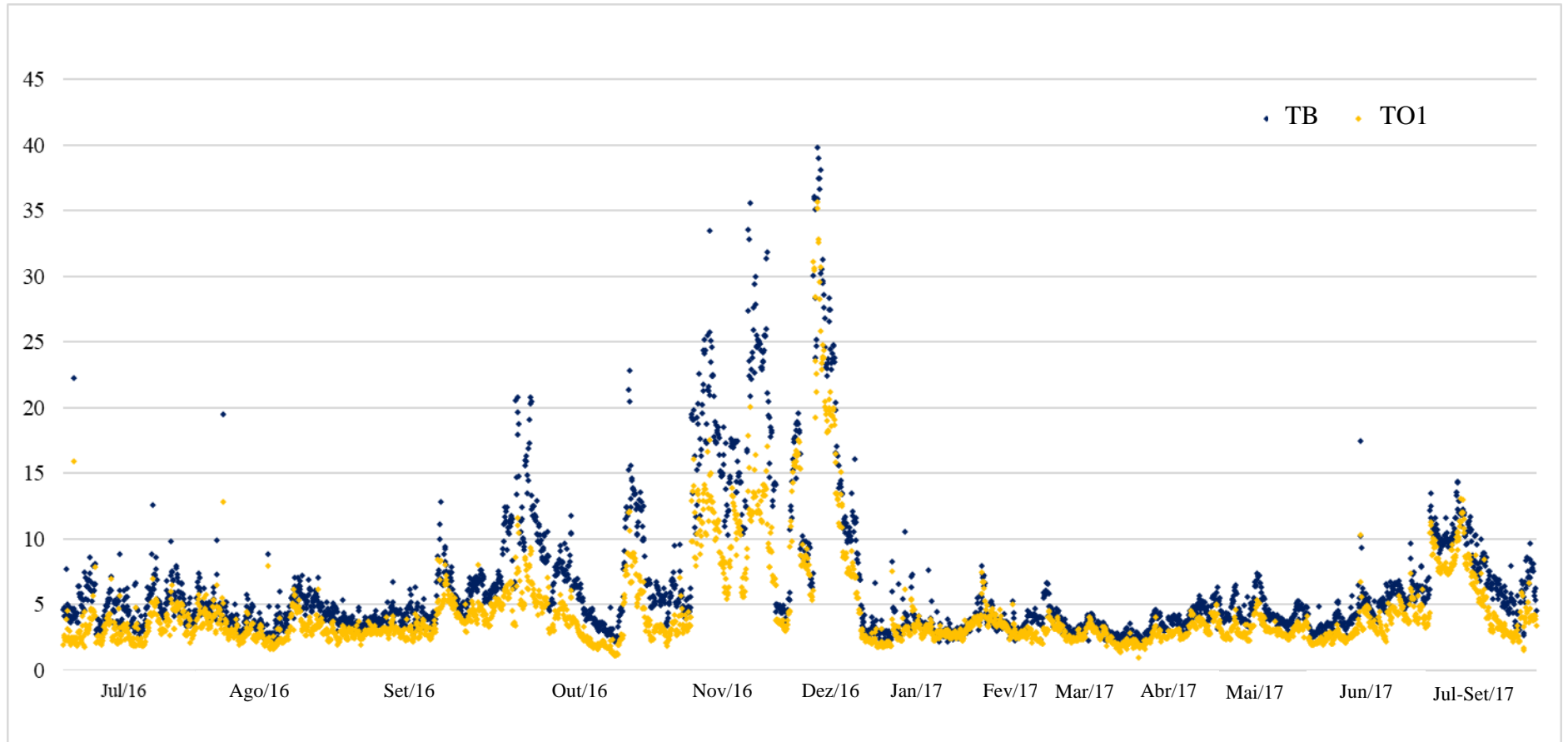


Figura 14. Leituras de turbidez da água bruta obtidas com o turbidímetro de bancada (TB) e com o turbidímetro *on line* TO1, ao longo do Estudo 2 (julho de 2016 a setembro de 2017).

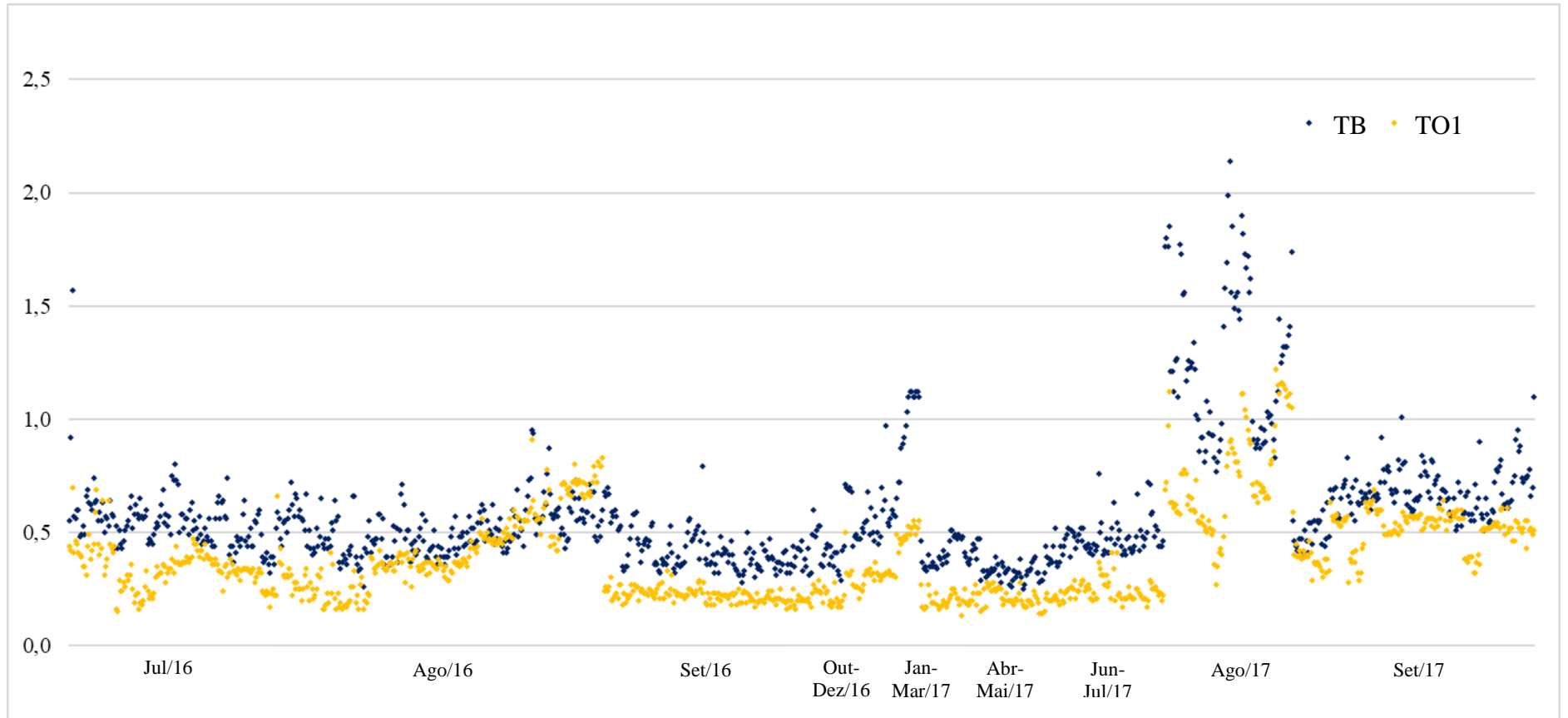


Figura 15. Leituras de turbidez da água decantada obtidas com o turbidímetro de bancada (TB) e com o turbidímetro *on line* TO1, ao longo do Estudo 2 (julho de 2016 a setembro de 2017).

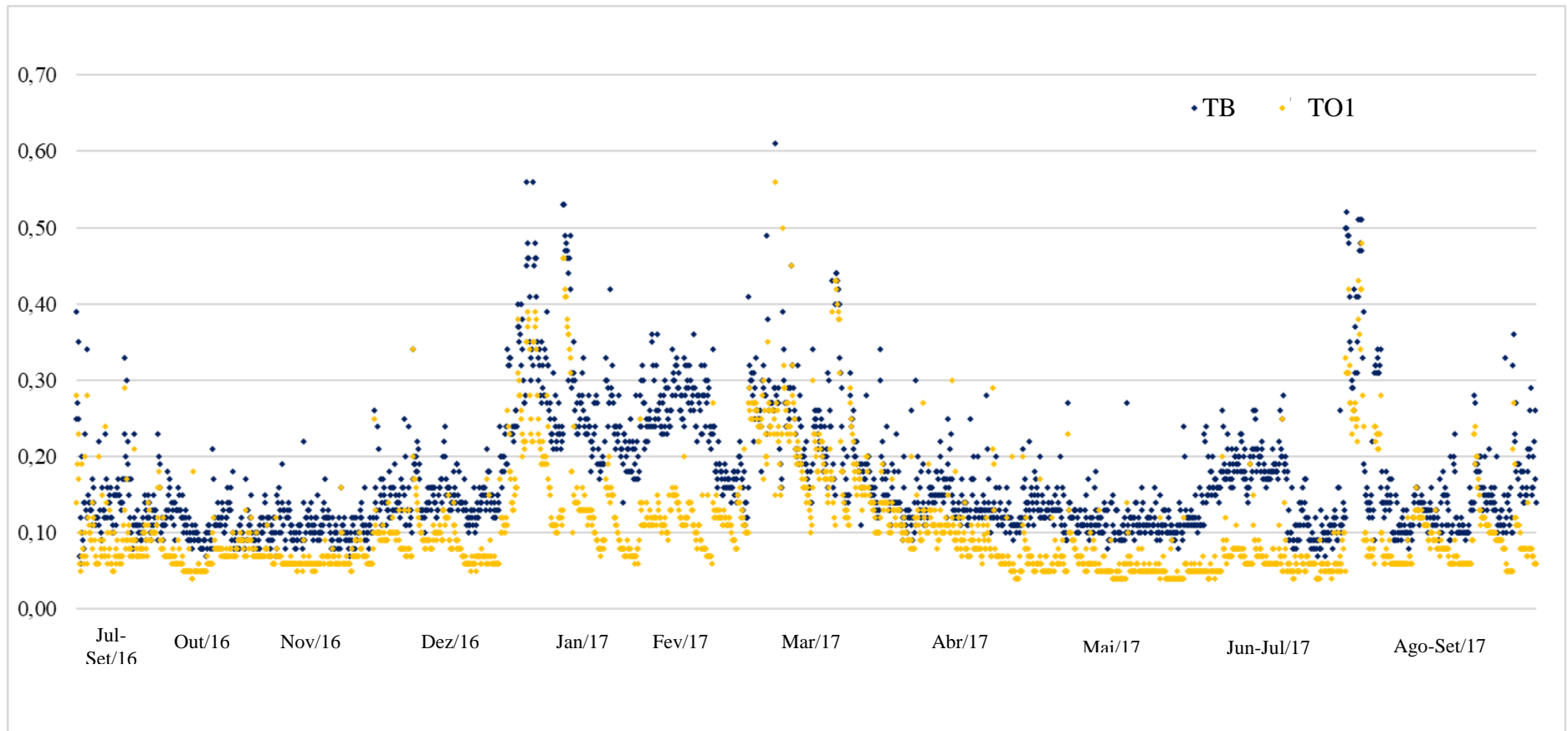


Figura 16. Leituras de turbidez da água filtrada (filtro 1) obtidas com o turbidímetro de bancada (TB) e com o turbidímetro *on line* TO1, ao longo do Estudo 2 (julho de 2016 a setembro de 2017).

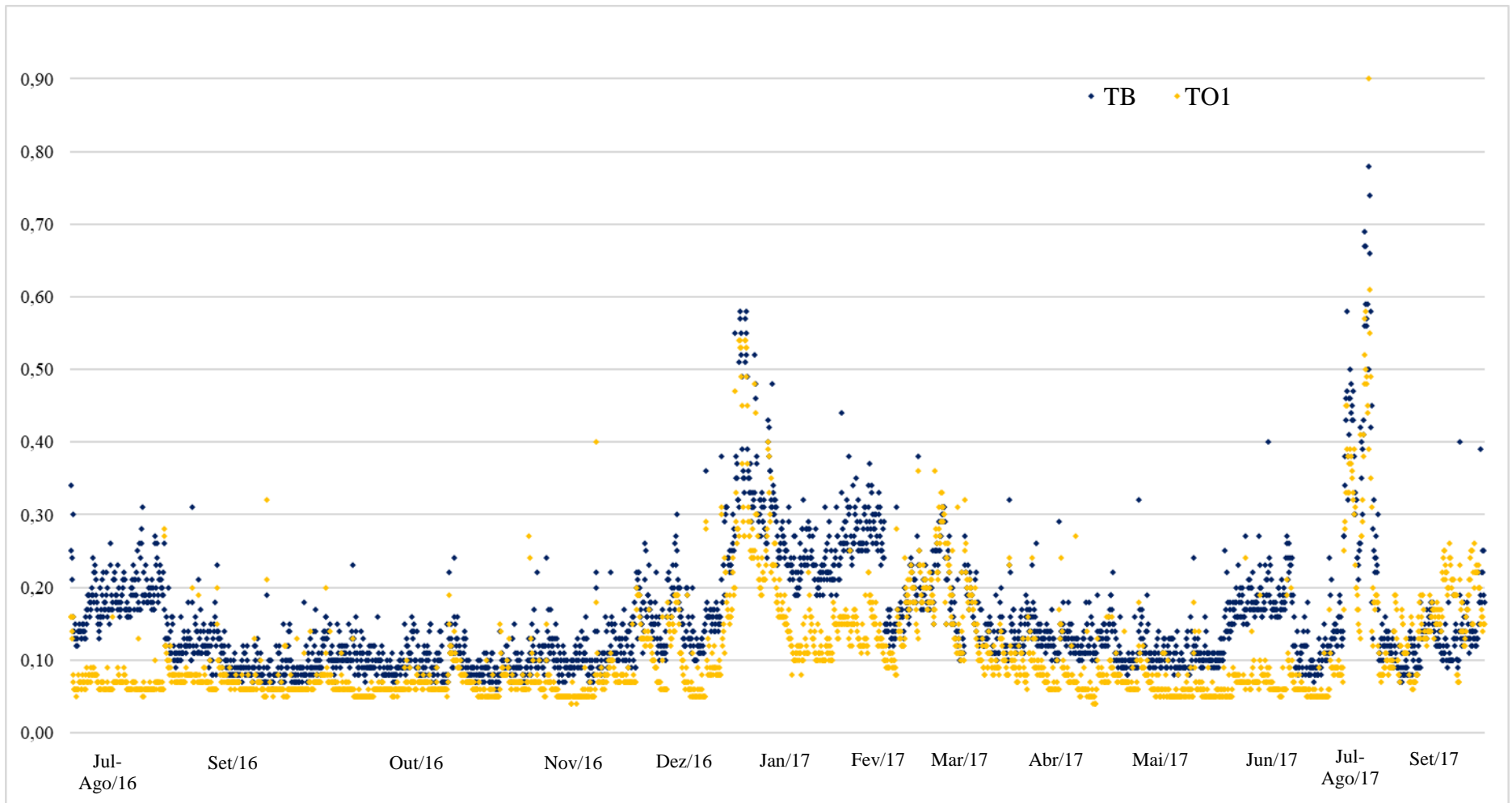


Figura 17. Leituras de turbidez da água filtrada (filtro 2) obtidas com o turbidímetro de bancada (TB) e com o turbidímetro *on line* TO1, ao longo do Estudo 2 (julho de 2016 a setembro de 2017).

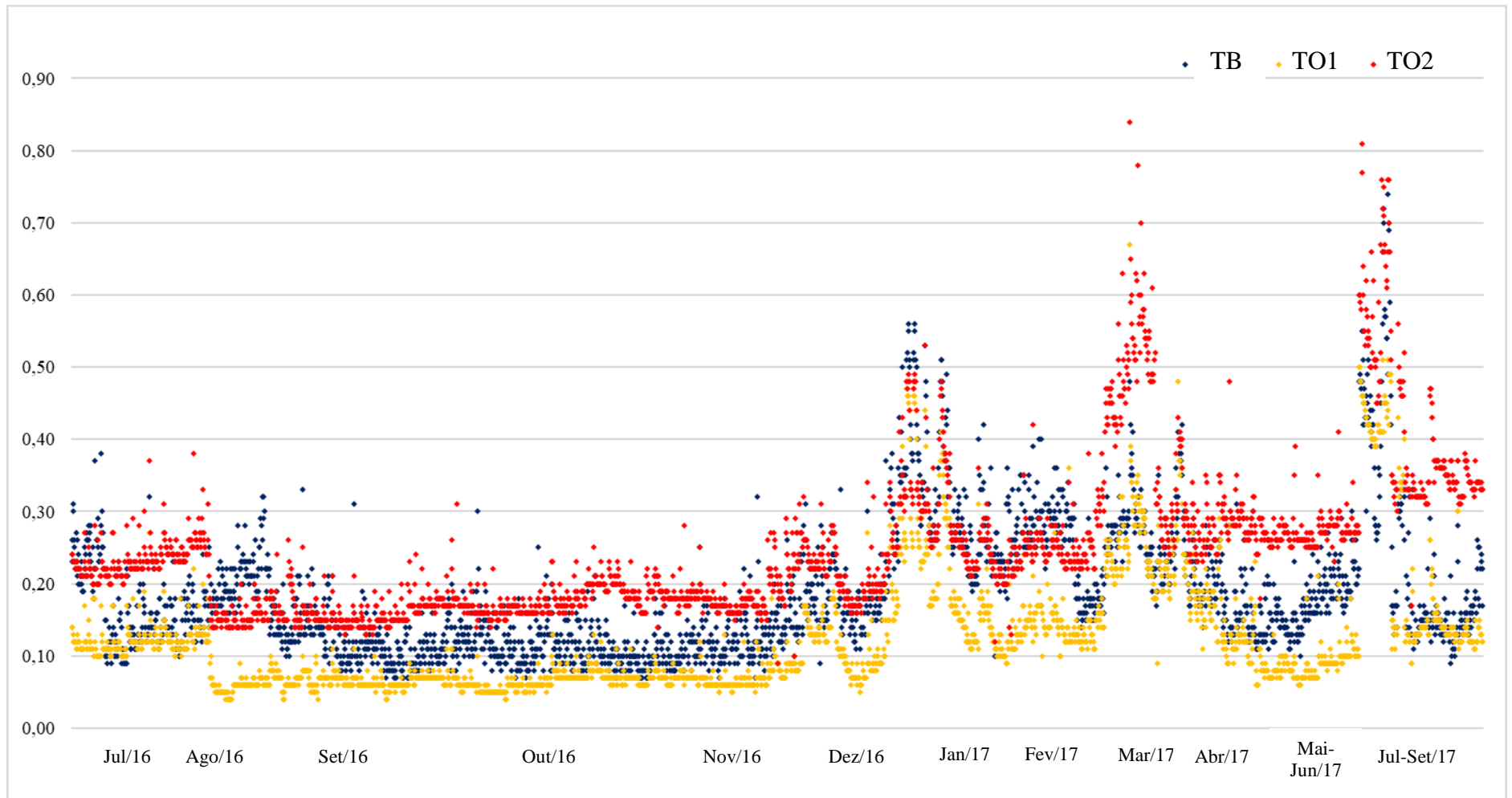


Figura 18. Leituras de turbidez da água filtrada (filtro 1 + filtro 2) obtidas com o turbidímetro de bancada (TB) e com os turbidímetros *on line* TO1 e TO2, ao longo do Estudo 2 (julho de 2016 a setembro de 2017).

A análise das Figuras 14 a 18 permite identificar os momentos em que ocorreram picos nos valores de turbidez (da água bruta, nos meses de maior volume de chuvas, e das demais águas, nos meses com menor pluviosidade), além das diferenças entre os valores fornecidos pelos equipamentos de bancada e *on line*. Cabe ressaltar que, para todos os tipos de água, as leituras fornecidas pelo equipamento TO1 seguiram a tendência das medidas feitas no TB, sendo, porém, sistematicamente inferiores; no caso da água filtrada, as leituras obtidas com o equipamento TO2 também acompanharam a tendência apresentada pelos demais equipamentos, sendo, entretanto, sistematicamente superiores às obtidas com o turbidímetro de bancada.

4.2.2. Estatística descritiva dos dados de turbidez

A estatística descritiva dos dados de turbidez das águas bruta, decantada e filtrada (filtro 1, filtro 2 e filtro 1 + filtro 2) obtidas pelo turbidímetro de bancada TB e pelos turbidímetros *on line* TO1 e TO2 durante o Estudo 2 é apresentada na Tabela 16. Em termos médios, verifica-se que o TB apresentou valores superiores aos do TO1 para todos os tipos de água. Apesar de a diferença entre os equipamentos ter decaído ao longo das etapas do tratamento, nas amostras de águas filtradas ainda foi possível observar diferenças da ordem de 0,05 uT a mais na turbidez da água fornecida pelo equipamento TB – o que corresponde à metade do valor médio das leituras do equipamento TO1, mas por outro lado, em termos absolutos, e práticos, perde significado ou importância. O equipamento TO2, utilizado somente para leitura de AF (F1 + F2), apresentou os maiores valores de turbidez entre os três equipamentos, com leituras chegando ao dobro do valor médio fornecido pelo equipamento TO1 ($TO2 = 0,25 \text{ uT} \times TO1 = 0,10 \text{ uT}$), porém apenas 0,05 uT acima da medida média de TB (0,20 uT).

Com relação às medidas de dispersão, observa-se que os três equipamentos apresentaram baixo desvio padrão para as águas filtradas, com diferença entre equipamentos não superior a 0,02 uT. Para as águas bruta e decantada, o desvio padrão dos equipamentos foi maior, bem como a variabilidade entre eles: a diferença entre equipamentos foi de 0,08 para a AD e de 1,6 para a AB, sempre com o equipamento TB apresentando o maior desvio.

Tabela 16. Estatística descritiva dos dados de turbidez das águas bruta, decantada e filtrada, separados por equipamento, Estudo 2.

Parâmetro	AB		AD		F1		F2		AF		
	TB	TO1	TB	TO1	TB	TO1	TB	TO1	TB	TO1	TO2
N	2984	2984	973	973	2224	2224	2784	2784	2402	2402	2402
Mínimo	1,8	1,0	0,25	0,15	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,10
Máximo	40	36	2,1	1,2	0,60	0,55	0,80	0,90	0,75	0,65	0,85
Mediana	4,7	3,3	0,50	0,35	0,15	0,10	0,15	0,10	0,15	0,10	0,20
Primeiro quartil (25%)	3,6	2,7	0,40	0,25	0,10	0,05	0,10	0,05	0,10	0,05	0,15
Terceiro quartil (75%)	6,8	4,7	0,65	0,50	0,20	0,10	0,20	0,15	0,25	0,15	0,25
Média aritmética	6,5	4,5	0,60	0,40	0,15	0,10	0,15	0,10	0,20	0,10	0,25
Variância	27	13	0,08	0,04	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
Desvio padrão	5,2	3,6	0,27	0,19	0,08	0,07	0,08	0,08	0,09	0,08	0,10
Coefficiente de variação (%)	80	80	47	51	47	65	53	71	49	68	42

AB: água bruta; AD: água decantada; F1: filtro 1; F2: filtro 2; AF: filtro 1 + filtro 2; TB: turbidímetro de bancada; TO: turbidímetro *on line*.

Assim como no Estudo 1, no Estudo 2 as diferenças de médias de leituras entre equipamentos foram maiores para valores de turbidez baixos, aqui representados pelas águas F1, F2 e AF, e diminuiram em valores elevados (AB e AD); ao mesmo tempo, o desvio padrão aumentou conforme aumentaram os valores de turbidez. Esses resultados ratificam a importância que se deve dar a casas decimais em valores baixos de turbidez, considerando que essas medidas estão susceptíveis a variações de equipamentos.

4.2.3. Testes de diferenças entre leituras de turbidez

- i) Águas bruta, decantada, filtrada 1 e filtrada 2

O teste Tukey para as águas bruta, decantada, filtrada 1 e filtrada 2 (Tabela 17) revelou que a média de leitura obtida pelo turbidímetro de bancada TB foi estatisticamente superior à obtida pelo turbidímetro *on line* TO1, em todos os casos.

Tabela 17. Resultado do teste Tukey para as águas bruta, decantada, filtrada 1 e filtrada 2, Estudo 2 ⁽¹⁾.

Equipamento	N	Média teste	Média arredondada
Água bruta			
TB	2984	6,527 ^A	6,5
TO1	2984	4,538 ^B	4,5
Água decantada			
TB	973	0,58530 ^A	0,60
TO1	973	0,38294 ^B	0,40
Água filtrada 1			
TB	2224	0,17044 ^A	0,15
TO1	2224	0,10627 ^B	0,10
Água filtrada 2			
TB	2784	0,15665 ^A	0,15
TO1	2784	0,10681 ^B	0,10

(1) Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.

TB: turbidímetro de bancada; TO: turbidímetro *on line*.

ii) Água filtrada – filtro 1 + filtro 2

O teste Tukey (Tabela 18) revelou que a média das leituras obtidas com o turbidímetro TO2 foi superior à do turbidímetro TB e ambas foram superiores àquela obtida com o turbidímetro TO1. Portanto, a ordem de valores médios de turbidez por equipamento, do maior para o menor, foi: TO2 > TB > TO1.

Tabela 18. Resultado do teste Tukey para a água filtrada (filtro 1 + filtro 2), Estudo 2 ⁽¹⁾.

Equipamento	N	Média teste	Média arredondada
TO2	2402	0,24569 ^A	0,25
TB	2402	0,18554 ^B	0,20
TO1	2402	0,12369 ^C	0,10

(1) Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.

TB: turbidímetro de bancada; TO: turbidímetro *on line*.

Apesar das diferenças estatisticamente significativas detectadas pelo teste Tukey, as médias de leituras fornecidas pelos equipamentos foram muito próximas entre si. Por exemplo, os valores médios fornecidos pelo equipamento de bancada para as águas F1 e F2 foram apenas 0,05 uT superiores àqueles fornecidos pelo equipamento TO1. Para a AF, a média de leitura fornecida pelo equipamento TO2 foi 0,05 uT superior à fornecida pelo equipamento TB, que

por sua vez foi 0,10 uT superior ao valor médio fornecido pelo equipamento TO1; nesse caso, a maior diferença encontrada foi entre os equipamentos TO2 e TO1: 0,15 uT.

A *United States Environmental Protection Agency* sugere que turbidímetros *on line*, em geral, apresentam leituras mais elevadas do que turbidímetros de bancada (USEPA, 2006). Entretanto, isso não foi confirmado no já referido estudo de Teixeira *et al.* (2004) (Seção 2.3.3), em que a turbidez da água filtrada medida com o equipamento de bancada foi quase 30% significativamente maior do que a medida com o turbidímetro *on line*. No também já apresentado estudo de Bastos *et al.* (2015) (Seção 2.3.3), os valores de turbidez da água filtrada medida nos turbidímetros *on line* e de bancada foram muito próximas entre si, ainda que por vezes estatisticamente diferentes. Finalmente, reitera-se que no presente trabalho, dos dois equipamentos *on line* avaliados, um apresentou média de turbidez 0,05 uT superior ao de bancada, enquanto o outro apresentou média 0,10 uT inferior ao de bancada.

4.2.4. Teste de confiabilidade das leituras de turbidez

No teste de confiabilidade para o Estudo 2, avaliou-se a concordância entre pares de valores de turbidez obtidos com o equipamento de bancada (TB) (padrão) e com os equipamentos *on line* (TO1 e TO2). Para os pontos de corte de 0,30 e 0,50 uT, respectivamente, são apresentadas nas Tabelas 19 e 20 as concordâncias entre os pares de valores de turbidez, separados por tipo de água (filtro 1, filtro 2 e filtro 1 + filtro 2); na Tabela 21, são apresentados os valores calculados de proporção global de concordâncias observadas, proporção global de concordâncias esperadas e o índice Kappa, para os mesmos pontos de corte.

Tabela 19. Concordância entre pares de valores de turbidez até 0,30 uT, Estudo 2.

F1				F2			
TB	TO1		Total	TB	TO1		Total
	Turbidez >0,3	Turbidez ≤ 0,3			Turbidez >0,3	Turbidez ≤ 0,3	
Turbidez >0,3	55	97	152	Turbidez >0,3	65	87	152
Turbidez ≤ 0,3	1	2071	2072	Turbidez ≤ 0,3	10	2622	2632
Total	56	2168	2224	Total	75	2709	2784

AF							
TB	TO1		Total	TB	TO2		Total
	Turbidez >0,3	Turbidez ≤ 0,3			Turbidez >0,3	Turbidez ≤ 0,3	
Turbidez >0,3	101	115	216	Turbidez >0,3	153	63	216
Turbidez ≤ 0,3	18	2168	2186	Turbidez ≤ 0,3	283	1903	2186
Total	119	2283	2402	Total	436	1966	2402

F1: filtro 1; F2: filtro 2; AF: filtro 1 + filtro 2; TB: turbidímetro de bancada; TO: turbidímetro *on line*.

Tabela 20. Concordância entre pares de valores de turbidez até 0,50 uT, Estudo 2.

F1				F2			
TB	TO1		Total	TB	TO1		Total
	Turbidez >0,5	Turbidez ≤ 0,5			Turbidez >0,5	Turbidez ≤ 0,5	
Turbidez >0,5	1	8	9	Turbidez >0,5	14	11	25
Turbidez ≤ 0,5	0	2215	2215	Turbidez ≤ 0,5	0	2759	2759
Total	1	2223	2224	Total	14	2770	2784

AF							
TB	TO1		Total	TB	TO2		Total
	Turbidez >0,5	Turbidez ≤ 0,5			Turbidez >0,5	Turbidez ≤ 0,5	
Turbidez >0,5	2	27	29	Turbidez >0,5	17	12	29
Turbidez ≤ 0,5	1	2372	2373	Turbidez ≤ 0,5	75	2298	2373
Total	3	2399	2402	Total	92	2310	2402

F1: filtro 1; F2: filtro 2; AF: filtro 1 + filtro 2; TB: turbidímetro de bancada; TO: turbidímetro *on line*.

Tabela 21. Valores calculados de proporção global de concordâncias observadas (Po), proporção global de concordâncias esperadas (Pe) e índice Kappa (K), para os pontos de corte de 0,30 e 0,50 uT, Estudo 2.

Ponto de corte									
0,30 uT					0,50 uT				
Tipo de água - equipamento	Po	Pe	K	Concordância	Tipo de água - equipamento	Po	Pe	K	Concordância
F1 - TO1	0,9559	0,9099	0,51	Moderada	F1 - TO1	0,9964	0,9955	0,20	Regular
F2 - TO1	0,9652	0,9214	0,56	Moderada	F2 - TO1	0,9960	0,9861	0,72	Quase perfeita
AF - TO1	0,9446	0,8694	0,58	Moderada	AF - TO1	0,9883	0,9867	0,12	Pobre
AF - TO2	0,8560	0,7612	0,40	Moderada	AF - TO2	0,9883	0,9867	0,12	Pobre

F1: filtro 1; F2: filtro 2; AF: filtro 1 + filtro 2; TB: turbidímetro de bancada; TO: turbidímetro *on line*.

De modo geral e talvez de forma um pouco diferente do Estudo 1, os resultados do teste de confiabilidade das medidas de turbidez de água filtrada para o Estudo 2 demonstraram que: (i) a acurácia das medidas fornecidas pelos equipamentos *on line* em relação ao equipamento padrão (TB) foi de certa forma pior no ponto de corte de 0,50 uT do que no de 0,30 uT (Tabela 21); (ii) ao menos foi mais errática no ponto de corte de 0,50 uT (concordância variando de pobre a quase perfeita com TO1; pobre com TO2) do que no ponto de corte de 0,30 uT (concordância consistentemente moderada, com valores da estatística Kappa entre 0,40 e 0,60) (Tabela 21). Neste caso, os resultados sugerem que, em tese, os equipamentos *on line* avaliados apresentam maiores dificuldades de identificação do “valor verdadeiro” de turbidez no intervalo entre 0,50 e 0,30 uT do que abaixo de 0,30 uT.

4.2.5. Estimativa de validade das leituras de turbidez

Por fim, por meio das estimativas de sensibilidade e especificidade, foi avaliada a validade dos dados obtidos durante o Estudo 2 com os equipamentos *on line* (TO1 e TO2) em relação ao equipamento padrão TB. Os valores calculados de sensibilidade e especificidade para os pontos de corte de 0,30 e 0,50 uT e para cada tipo de água (filtro 1, filtro 2 e filtro 1 + filtro 2) são apresentados na Tabela 22.

Tabela 22. Valores de sensibilidade (S) e especificidade (E) das medidas de turbidez para os pontos de corte de 0,30 e 0,50 uT, Estudo 2.

Tipo de água – equipamento	Ponto de corte				
	0,30 uT		0,50 uT		
	S (%)	E (%)	Tipo de água – equipamento	S (%)	E (%)
F1 - TO1	100	36	F1 - TO1	100	11
F2 - TO1	100	43	F2 - TO1	100	56
AF - TO1	99	47	AF - TO1	100	7
AF - TO2	87	71	AF - TO2	97	59

F1: filtro 1; F2: filtro 2; AF: filtro 1 + filtro 2; TB: turbidímetro de bancada; TO: turbidímetro *on line*.

Os resultados do teste de validade das medidas de turbidez para o Estudo 2 (Tabela 22) revelaram elevada sensibilidade de todos os turbidímetros *on line* em relação ao TB, independentemente do ponto de corte (0,30 ou 0,50 uT), ou seja, elevada capacidade dos TO de detecção de valores “verdadeiros positivos” (inferiores aos pontos de corte). Entretanto, com relação à especificidade (capacidade de detecção de valores de valores “verdadeiros negativos”, superiores aos pontos de corte), foram observadas estimativas, em geral mais baixas, particularmente para o equipamento TO1 nos dois pontos de corte. Neste caso, os resultados sugerem que os turbidímetros *on line* avaliados apresentam bom “índice de acerto” na detecção do atendimento aos padrões de 0,30 e 0,50 uT, mas poderiam “mascarar” violações dos dois padrões: 0,30 uT e 0,50 uT.

4.2.6. Síntese dos resultados do Estudo 2

A estatística descritiva dos dados de turbidez obtidos no Estudo 2 mostrou que o TB apresentou valores superiores aos do TO1 para todos os tipos de água e que o TO2, utilizado somente para leitura de AF (F1 + F2), apresentou os maiores valores de turbidez entre os três equipamentos, com leituras chegando ao dobro do valor médio fornecido pelo equipamento TO1. No entanto, apesar de a diferença entre equipamentos ter diminuído ao longo das etapas do tratamento, nas amostras de águas filtradas ainda foi possível observar diferenças da ordem de 0,05 uT a mais na turbidez da água fornecida pelo equipamento TB, correspondente à metade do valor médio das leituras do equipamento TO1. Com relação às medidas de dispersão, verifica-se que os três equipamentos apresentaram baixo desvio padrão para as águas filtradas, com diferença entre equipamentos não superior a 0,02 uT.

O teste de confiabilidade revelou que a acurácia das medidas fornecidas pelos equipamentos *on line* em relação ao equipamento padrão (TB) foi pior no ponto de corte de 0,50 uT do que

no de 0,30 uT, ou que ao menos apresentou maior variação no ponto de corte de 0,50 uT do que no ponto de corte de 0,30 uT – sugerindo que, teoricamente, os equipamentos *on line* avaliados apresentam maiores dificuldades de identificação do “valor verdadeiro” de turbidez no intervalo entre 0,50 e 0,30 uT do que abaixo de 0,30 uT.

A estimativa de validade demonstrou que todos os turbidímetros *on line* apresentaram elevada sensibilidade em relação ao TB, independentemente do ponto de corte (0,30 ou 0,50 uT), mas que as estimativas observadas de especificidade foram mais baixas particularmente para o equipamento TO1 nos dois pontos de corte – sugerindo que os turbidímetros *on line* apresentam bom “índice de acerto” na detecção do atendimento aos padrões de 0,30 e 0,50 uT, mas poderiam esconder violações dos dois padrões, 0,30 uT e 0,50 uT.

Finalmente, apesar das diferenças significativas detectadas pelo teste Tukey, as médias de leituras fornecidas pelos equipamentos foram muito próximas entre si. Para a AF (F1 + F2), a média de leitura fornecida pelo equipamento TO2 foi 0,05 uT superior à fornecida pelo equipamento TB, que por sua vez foi 0,10 uT superior ao valor médio fornecido pelo equipamento TO1; nesse caso, a maior diferença encontrada foi entre os equipamentos TO2 e TO1: 0,15 uT

5. CONCLUSÕES

Com base nos objetivos propostos e considerando os limites de turbidez de 0,50 uT (valor máximo permitido para água filtrada da norma brasileira) e 0,30 uT (valor recomendado na norma brasileira e máximo permitido em normas de referência internacional) como pontos de corte de interesse, os resultados deste trabalho indicaram que:

(i) os equipamentos portáteis não apresentaram boa acurácia em relação ao equipamento de bancada (padrão), particularmente para valores de turbidez abaixo de 0,30 uT; inversamente, os turbidímetros *on line* mostraram desempenho mais consistente em relação ao equipamento de bancada, em termos de acurácia, nas medidas de turbidez abaixo de 0,30 uT do que na faixa acima (< 0,50 uT);

(ii) também tomando o equipamento de bancada como padrão, os equipamentos portáteis apresentaram elevada sensibilidade (capacidade de detectar valores abaixo do valor de referência), mas especificidade (capacidade de detectar valores acima do valor de referência) mais baixa para valores de turbidez abaixo de 0,30 uT; os turbidímetros *on line* também

apresentaram elevada sensibilidade, porém baixa especificidade, em ambos os casos nas duas faixas de turbidez consideradas;

(iii) na comparação entre os turbidímetros portáteis e o de bancada, quando houve diferenças, em geral os equipamentos portáteis forneceram leituras mais baixas; dos dois modelos de turbidímetros *on line* testados, em geral, um produziu leituras mais baixas, e o outro mais elevadas, que o turbidímetro de bancada; embora, por vezes essas diferenças tenham apresentado significância estatística, em termos absolutos as diferenças foram muito pequenas, particularmente nas leituras de turbidez de água filtrada (0,05-0,10 uT);

(iv) de forma similar, apesar de terem sido encontradas diferenças significativas entre leituras obtidas por dois operadores em amostras com até 0,50 uT, em termos absolutos as diferenças ocorreram, no máximo, na segunda casa decimal (0,05 uT de diferença).

Não obstante as diferenças registradas, tanto entre equipamentos de modelos e marcas diferentes quanto entre equipamentos de mesma marca e modelo, bem como entre operadores, a magnitude dessas discrepâncias foi pequena e não comprometeria interpretação do atendimento / violação dos padrões de 0,50 uT e 0,30 uT. Conclui-se que, a julgar pelos resultados deste trabalho, o padrão de turbidez de água filtrada da norma brasileira de qualidade da água para consumo humano pode ser verificado independentemente do equipamento utilizado. Os resultados não deixam, entretanto, de reafirmar a necessidade de se adotar rigorosos procedimentos de calibração de turbidímetros e controle de qualidade analítica no monitoramento da turbidez. Por fim, é preciso destacar que estas conclusões merecem confirmação em estudos mais amplos.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. Resolução nº. 899, de 29 de maio de 2003. Determina a publicação do "Guia para validação de métodos analíticos e bioanalíticos". Brasília, DF: ANVISA, 2003.

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. 22nd ed. Washington, D.C.: APHA; AWWA; WEF, 2012.

ARAÚJO, R.S.; DROPA, M.; FERNANDES, L.N.; CARVALHO, T.T.; SATO, M.I.Z.; SOARES, R.M.; MATTÉ, G.R.; MATTÉ, M.H. Genotypic characterization of *Cryptosporidium hominis* from water samples in São Paulo, Brazil. **American Journal of Tropical Medicine and Hygiene**, v.85, n.5, p.834–838, 2011.

BALDURSSON, S.; KARANIS, P. Waterborne transmission of protozoan parasites: 2004-2010. **Water Research**, v.45, n.20, p.6603-6614, 2011.

BARTER, P.J.; DEAS, T. Comparison of portable nephelometric turbidimeters on natural waters and effluents. **New Zealand Journal of Marine and Freshwater Research**, v.37, n.3, p.485-492, 2003.

BASTOS, R.K.X.; HELLER, L.; VIEIRA, M.B.M.; BRITO, L.A.; BEVILACQUA, P.D.; NASCIMENTO, L.E. *Giardia* sp. cysts and *Cryptosporidium* spp. oocysts dynamics in southeast Brazil: occurrence in surface water and removal in water treatment processes. **Water Science and Technology: Water Supply**, v.4, n.2, p.15-22, 2004.

BASTOS, R.K.X.; BRANDÃO, C.C.S.; CERQUEIRA, D.A. Tratamento de água e remoção de protozoários. In: PÁDUA, V.L. (Coord.). **Remoção de microrganismos patogênicos emergentes e microcontaminantes orgânicos no tratamento de água para consumo humano**. Rio de Janeiro: ABES, 2009, cap.4, p.109-150 (Projeto ProSab).

BASTOS, R.K.X., VIANA, D.B.; BEVILACQUA, P.D. Turbidity as a surrogate for *Cryptosporidium* removal by filtration in drinking-water QMRA models. **Water Science and Technology: Water Supply**, v.13, n.5, p.1209-1219, 2013.

BASTOS, R.K.X.; FERREIRA, L.C.; LOPES, G.J.R. Avaliação comparativa de leituras de turbidez em amostras de água bruta e tratada utilizando diferentes equipamentos. In: XXVIII CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL. **Anais eletrônicos...** Rio de Janeiro, RJ: 2015. Acesso em: 8 nov. 2015. 10 p.

BEVILACQUA, P.D.; AZEVEDO, S.M.F.O.; CERQUEIRA, D.A. Microrganismos emergentes: protozoários e cianobactérias. In: PÁDUA, V.L. (Coord.). **Remoção de microrganismos patogênicos emergentes e microcontaminantes orgânicos no tratamento**

de água para consumo humano. Rio de Janeiro: ABES, 2009, cap.3, p.75-108 (Projeto Prosab).

BRASIL. Ministério da Saúde. Portaria nº. 518, de 25 de março de 2004. Estabelece os procedimentos e responsabilidades relativas ao controle e vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade e dá outras providências. Brasília, DF: Ministério da Saúde, 2004.

BRASIL. Ministério da Saúde. Portaria nº. 2914, de 12 de dezembro de 2011. Dispõe sobre os procedimentos de controle e de vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade. Brasília, DF: Ministério da Saúde, 2011.

COELHO, C.H.; DURIGAN, M.; LEAL D.A.G.; SCHNEIDER, A.D.B.; FRANCO, R.M. B.; SINGER, S.M. Giardiasis as a neglected disease in Brazil: Systematic review of 20 years of publications. **PLoS Neglected Tropical Diseases**, v.11, n.10, p.1-15, 2017.

DIAS, G.M.F.; BEVILACQUA, P.D.; BASTOS, R.K.X.; OLIVEIRA, A.A.; CAMPOS, G.M.M. *Giardia* spp. e *Cryptosporidium* spp. em água de manancial superficial de abastecimento contaminada por dejetos humano e animal. **Arquivo Brasileiro de Medicina Veterinária e Zootecnia**, v.60, p.1291-1300, 2008.

DIGIMED. **Manual de Instruções: Turbidímetro DM-TU.** Campo Grande, SP: Digimed Instrumentação Analítica, 2006. 25p.

EFSTRATIOU, A.; ONGERTH, J. E.; KARANIS, P. Waterborne transmission of protozoan parasites: Review of worldwide outbreaks - An update 2011–2016. **Water Research**, v.114, p. 14-22, 2017.

EURACHEM / CITAC. **Guide to Quality in Analytical Chemistry: An Aid to Accreditation.** United Kingdom: 2002. 57 p.

EURACHEM / CITAC. **Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement.** 3rd ed. United Kingdom: 2012. 141 p.

FRANCO, R.M.B.; BRANCO, N.; AMARO, B.C.T.; NETO, R.C.; FIUZA, V.R.S. *Cryptosporidium* species and *Giardia* genotypes detected in surface water supply of Campinas, Southeast Brazil, by molecular methods. **Journal of Veterinary Medicine and Research**, v.3, n.3, p.2013-1059, 2016.

GONÇALVES JR., A. A. **Metrologia: Parte I.** Apostila de aulas. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC: 2001. 121 p.

GRAY, J.R.; GLYSSON, G.D. **Proceedings of the Federal Interagency Workshop on Turbidity and other Sediment Surrogates.** Reno, Nevada: April 30-May 2, 2002. 62 p.

HACH COMPANY. **1720E Low Range Turbidimeter: User manual**. 7th ed. USA: Hach Company, 2007. 39 p.

HACH COMPANY. **2100Q and 2100Qis: User manual**. USA: Hach Company, 2013. 30 p.

HACH COMPANY. **2100AN: User manual**. 4th ed. USA: Hach Company, 2014. 60 p. a

HAMILTON, P.D.; STANDEN, G.; PARSONS, S.A. Using particle monitors to minimize *Cryptosporidium* risk: a review. **Journal of Water Supply: Research and Technology**, v.51, n.7, p.351-366, 2002.

HEALTH CANADA. Federal provincial territorial committee on drinking water. Guidelines for Canadian Drinking Water Quality. Guideline Technical Document: Turbidity. Ottawa: Health Canada, 2012. 87 p.

HEALTH CANADA. Federal provincial territorial committee on drinking water. Guidelines for Canadian Drinking Water Quality. Summary Table. Ottawa: Health Canada, 2017.

INSTITUTO NACIONAL DE METEOROLOGIA. Chuva acumulada mensal x Chuva (normal climatológica 61-90). Disponível em: <http://www.inmet.gov.br/sim/gera_graficos.php>. Acesso em 07 nov. 2017.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA. **Vocabulário Internacional de Metrologia**. 1. ed. luso-brasileira. Rio de Janeiro, RJ: 2012. 95 p.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 7027: Water quality - Determination of turbidity**. Geneva, 1999. 19 p.

KARANIS, P.; KOURENTI, C.; SMITH, H. Waterborne transmission of protozoan parasites: a worldwide review of outbreaks and lessons learnt. **Journal of Water and Health**, v.5, n.2, p.1-38, 2007.

LETTERMAN, R.D.; JOHNSON, C.E.; VISWANATHAN, S.; DWARAKANATHAN, J. A study of low-level turbidity measurements. Denver, Colorado: **American Water Works Association Research Foundation and American Water Works Association**, 2002.

LETTERMAN, R.D.; JOHNSON, C.E.; SUDHAKAR, V. Low-level turbidity measurements: a comparison of instruments. **Journal American Water Works Association**, v.96, n.8, p.124-137, 2004.

LILIENFELD, D. E.; STOLLEY, P. D. **Foundations of Epidemiology**. 3th ed, Oxford University Press, Oxford: 1994. 371 p. *apud* TEIXEIRA, A.R.; SANTOS, E.P.C.; PÁDUA, V.L.; HELLER, L.; DI BERNARDO, L.; LIBÂNIO, M. A confiabilidade analítica dos

valores de turbidez da água filtrada e seu efeito no cumprimento do padrão de potabilidade. **Engenharia Sanitária e Ambiental**, v.9, n.1. Rio de Janeiro, RJ: jan-mar 2004. p.65-72.

LONGO, R.M.J. Gestão da qualidade: evolução histórica, conceitos básicos e aplicação na educação. In: **GESTÃO DA QUALIDADE NA EDUCAÇÃO: EM BUSCA DA EXCELENCIA**. Brasília, DF: Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada, 1996. 16 p.

LOPES, A.M.M.B.; CERQUEIRA, D.A.; MARTINS, F.C.; PÁDUA, V.L. Ocorrência de oocistos de *Cryptosporidium* spp e cistos de *Giardia* sp e sua associação com *Escherichia coli*, *Enterococcus* spp indicadores bacteriológicos e turbidez em um reservatório tropical. **Revista DAE**, n.185, p.18-28, 2011.

MEDEIROS, P.; ROMACHELLI, F.; COSTA, R. **Boletim técnico PoliControl: Turbidez em águas**. 2.ed. 2006. 2 p.

MIKHAIL, E.; ACKERMAN, F. **Observations and Least Squares**. University Press of America, 1976. 497p *apud* MONICO, J. F. G.; PÓZ, A. P. D.; GALO, M.; SANTOS, M. C.; OLIVEIRA, L. C. Acurácia e precisão: revendo os conceitos de forma acurada. **Boletim de Ciências Geodésicas**, v.15, n.3, jul-set 2009, p.469-483. Disponível em <<http://ojs.c3sl.ufpr.br/ojs/index.php/bcg/article/view/15513/10363>>. Acesso em 04 nov. 2014.

MINISTRY OF HEALTH. **Drinking-water Standards for New Zealand 2005 (revised 2008)**. Wellington: Ministry of Health, 2008.

MONICO, J. F. G.; PÓZ, A. P. D.; GALO, M.; SANTOS, M. C.; OLIVEIRA, L. C. Acurácia e precisão: revendo os conceitos de forma acurada. **Boletim de Ciências Geodésicas**, v.15, n.3, jul-set 2009, p.469-483. Disponível em <<http://ojs.c3sl.ufpr.br/ojs/index.php/bcg/article/view/15513/10363>>. Acesso em 04 nov. 2014.

MONTGOMERY, D.C. **Introdução ao controle estatístico da qualidade**. 4. ed. Rio de Janeiro: LTC Editora, 2004 *apud* RIBEIRO JÚNIOR, J. I. **Métodos estatísticos aplicados à melhoria da qualidade**. Viçosa: Editora UFV, 2012. 385 p.

NATIONAL HEALTH AND MEDICAL RESEARCH COUNCIL, NATIONAL RESOURCE MANAGEMENT MINISTERIAL COUNCIL. **Australian Drinking Water Guidelines 6**. Canberra: NHMRC, NRMMC, 2016.

NETO, R.C.; SANTOS, L.U.; SATO, M.I.; FRANCO, R.M. *Cryptosporidium* spp. and *Giardia* spp. in surface water supply of Campinas, southeast Brazil. **Water Science and Technology**, v. 62, n.1, p.217-22, 2010.

PÁDUA, V.L.; DI BERNARDO, L. Comparação entre turbidez e distribuição de tamanhos de partículas. In: XXI CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL. 2003. **Anais eletrônicos...** 10 p.

POLICONTROL. **Manual turbidímetro AP 2000 WT.** Diadema, SP: PoliControl Instrumentos de Controle Ambiental Ind. e Com. Ltda, 2014. 55 p.

RAZZOLINI, M.T.P.; SANTOS, T.F.S.; BASTOS, V.K. Detection of *Giardia* and *Cryptosporidium* cysts/oocysts in watersheds and drinking water sources in Brazil urban areas. **Journal of Water and Health**, v 8, n.2, p. 399-404, 2010.

RIBEIRO JÚNIOR, J. I. **Métodos estatísticos aplicados à melhoria da qualidade.** Viçosa: Editora UFV, 2012. 385 p.

RIBEIRO JÚNIOR, J.I. **Análises estatísticas no Excel – Guia prático.** 2.ed. Viçosa: Editora UFV, 2013. 311 p.

ROMACHELLI, F. Recomendações operacionais focando a redução de incertezas no ensaio de turbidez. In: XXVII ENCONTRO DA CÂMARA TÉCNICA DE CONTROLE DE QUALIDADE. Aracaju, SE: 2014. Apresentação de slides.

SADAR, M. **Turbidity science.** Technical Information Series, Booklet n.11. USA: Hach Company, 1998. 26 p.

SADAR, M. Turbidity instrumentation: An overview of today's available technology. In: TURBIDITY AND OTHER SEDIMENT SURROGATES WORKSHOP. Reno: April 30 – May 2, 2002. 3p.

SADAR, M. **Turbidity standards.** Technical Information Series, Booklet n.12. USA: Hach Company, 2003. 18 p.

SADAR, M. **Introduction to laser nephelometry: an alternative to conventional particulate analysis methods.** USA: Hach Company, 2005. 60 p.

SADAR, M. **The basics of turbidity measurement technologies.** Prepared for the methods and data comparability board QA/QC sensors group. USA: Hach Company, 2009.

SADAR, M. Technologies for measuring turbidity in drinking water production. **WaterWorld**, February 2011.

SATO, M.I.Z.; GALVANI, A.T.; PADULA, J.A.; NARDOCCI, A.C.; LAURETTO, M.S.; RAZZOLINI, M.T.P.; HACHICH, E.M. Assessing the infection risk of *Giardia* and *Cryptosporidium* in public drinking water delivered by surface water systems in Sao Paulo State, Brazil. **Science of the Total Environment**, v.442, p.389-396, 2013.

SCARDINA, P.; LETTERMAN, R.D.; EDWARDS, M. Particle count and on-line turbidity interference from bubble formation. **Journal American Water Works Association**, v.98, n.7, p.97-109, 2006.

TEIXEIRA, A.R.; SANTOS, E.P.C.; PÁDUA, V.L.; HELLER, L.; DI BERNARDO, L.; LIBÂNIO, M. A confiabilidade analítica dos valores de turbidez da água filtrada e seu efeito no cumprimento do padrão de potabilidade. **Engenharia Sanitária e Ambiental**, v.9, n.1. Rio de Janeiro, RJ: jan-mar 2004. p.65-72.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Federal Register. National primary drinking water regulations: Filtration, disinfection, turbidity, *Giardia lamblia*, viruses, *Legionella*, and heterotrophic bacteria; final rule. Part III, 54 FR 27486. USEPA, 1989.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. **Guidance manual for compliance with the filtration and disinfection requirements for public water systems using surface water sources**. Washington, DC: USEPA, 1991.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. **Method 180.1: Determination of turbidity by nephelometry**. Cincinnati, Ohio: USEPA, 1993. 10 p.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. **Guidance Manual for Compliance with the Interim Enhanced Surface Water Treatment Rule: Turbidity Provisions**. USEPA, 1999.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Federal Register. National primary drinking water regulations: Long term 1 - Enhanced surface water treatment rule; final rule. 67 FR 1812. USEPA, 2002.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Federal Register. National primary drinking water regulations: Long term 2 - Enhanced surface water treatment rule; proposed rule. 68 FR 154. USEPA, 2003.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Federal Register. National primary drinking water regulations: Long term 2 - Enhanced surface water treatment rule; final rule. Part II, 40CFR, Parts 9, 141 and 142. USEPA, 2006.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. **National Primary Drinking-water Regulations**. Washington: USEPA, 2009.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. **2011 Edition of the Drinking Water Standards and Health Advisories**. Washington: USEPA, 2011.

WORLD HEALTH ORGANIZATION. **Guidelines for Drinking-water Quality**. 4.ed. Geneva: WHO, 2011.

WORLD HEALTH ORGANIZATION. **Water quality and health – Review of turbidity: Information for regulators and water supplies**. Technical brief. Geneva: WHO, 2017 (WHO/FWC/WSH/17.01)

ANEXOS

ANEXO A – Curvas de chuva acumulada mensal registrada pela estação meteorológica de Viçosa-MG.

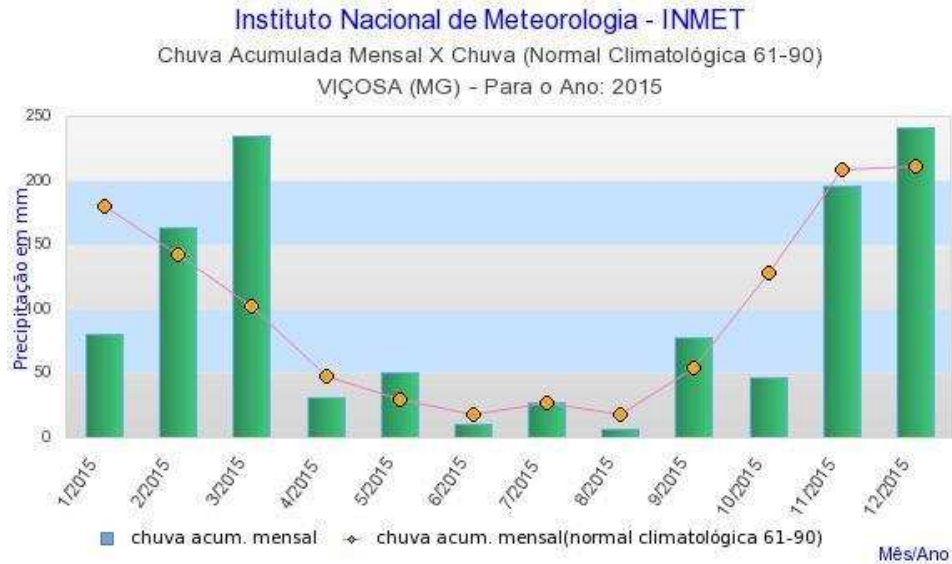


Figura A1. Chuva acumulada mensal registrada pela estação meteorológica de Viçosa-MG no ano de 2015. Fonte: INMET (http://www.inmet.gov.br/sim/gera_graficos.php).

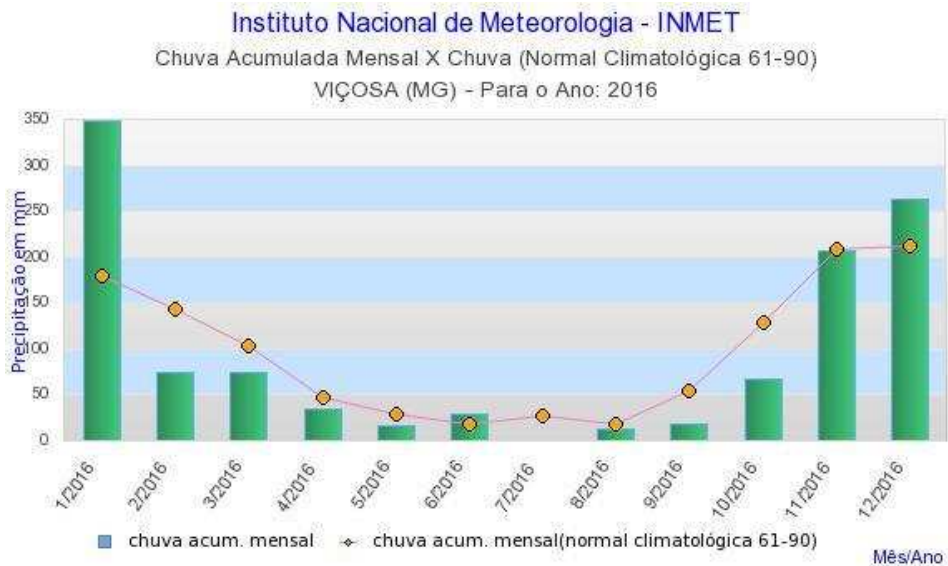


Figura A2. Chuva acumulada mensal registrada pela estação meteorológica de Viçosa-MG no ano de 2016. Fonte: INMET (http://www.inmet.gov.br/sim/gera_graficos.php).



Figura A3. Chuva acumulada mensal registrada pela estação meteorológica de Viçosa-MG no ano de 2017. Fonte: INMET (http://www.inmet.gov.br/sim/gera_graficos.php).

ANEXO B – Tabelas de análise de variância para o Estudo 1.

Tabela B1. Análise de variância dos dados entre 0,00 e 0,30 uT, Estudo 1.

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor-F	Valor-p
Modelo	3	2,7547	0,91823	213,81	0,000
Linear	2	2,7546	1,37732	320,71	0,000
Operador	1	0,2833	0,28332	65,97	0,000
Equipamento	1	2,4639	2,46390	573,72	0,000
Interações de 2 fatores	1	0,0095	0,00954	2,22	0,136
Operador x equipamento	1	0,0095	0,00954	2,22	0,136
Erro	4991	21,4345	0,00429		
Falta de ajuste	6	1,0554	0,17591	43,03	0,000
Erro puro	4985	20,3791	0,00409		
Total	4994	24,1892			

GL: grau de liberdade; SQ: soma de quadrados; QM: quadrado médio.

Tabela B2. Análise de variância dos dados entre 0,31 e 0,50 uT, Estudo 1.

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor-F	Valor-p
Modelo	3	0,02311	0,007703	1,59	0,190
Linear	2	0,02239	0,011194	2,31	0,100
Operador	1	0,02214	0,022136	4,56	0,033
Equipamento	1	0,00008	0,000082	0,02	0,896
Interações de 2 fatores	1	0,00012	0,000119	0,02	0,875
Operador x equipamento	1	0,00012	0,000119	0,02	0,875
Erro	1391	6,74715	0,004851		
Falta de ajuste	6	0,08677	0,014462	3,01	0,006
Erro puro	1385	6,66038	0,004809		
Total	1394	6,77026			

GL: grau de liberdade; SQ: soma de quadrados; QM: quadrado médio.

Tabela B3. Análise de variância dos dados entre 0,51 e 1,0 uT, Estudo 1.

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor-F	Valor-p
Modelo	3	0,5947	0,198235	8,52	0,000
Linear	2	0,5937	0,296859	12,76	0,000
Operador	1	0,0542	0,054238	2,33	0,127
Equipamento	1	0,5411	0,541087	23,27	0,000
Interações de 2 fatores	1	0,0023	0,002304	0,10	0,753
Operador x equipamento	1	0,0023	0,002304	0,10	0,753
Erro	1124	26,1402	0,023256		
Falta de ajuste	6	2,1960	0,365992	17,09	0,000
Erro puro	1118	23,9442	0,021417		
Total	1127	26,7349			

GL: grau de liberdade; SQ: soma de quadrados; QM: quadrado médio.

Tabela B4. Análise de variância dos dados entre 1,1 e 5,0 uT, Estudo 1.

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor-F	Valor-p
Modelo	3	14,10	4,6995	4,58	0,003
Linear	2	14,07	7,0352	6,86	0,001
Operador	1	1,70	1,6971	1,65	0,199
Equipamento	1	12,35	12,3493	12,04	0,001
Interações de 2 fatores	1	0,05	0,0546	0,05	0,818
Operador x equipamento	1	0,05	0,0546	0,05	0,818
Erro	1271	1303,56	1,0256		
Falta de ajuste	6	21,11	3,5187	3,47	0,002
Erro puro	1265	1282,45	10,0138		
Total	1274	1317,66			

GL: grau de liberdade; SQ: soma de quadrados; QM: quadrado médio.

Tabela B5. Análise de variância dos dados entre 5,1 e 10 uT, Estudo 1.

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor-F	Valor-p
Modelo	3	0,14	0,04784	0,02	0,995
Linear	2	0,12	0,06087	0,03	0,972
Operador	1	0,00	0,00032	0,00	0,990
Equipamento	1	0,12	0,12118	0,06	0,811
Interações de 2 fatores	1	0,02	0,02171	0,01	0,920
Operador x equipamento	1	0,02	0,02171	0,01	0,920
Erro	758	1613,16	2,12818		
Falta de ajuste	6	10,94	1,82335	0,86	0,527
Erro puro	752	1602,22	2,13061		
Total	761	1613,30			

GL: grau de liberdade; SQ: soma de quadrados; QM: quadrado médio.

ANEXO C – Tabela de análise de variância para o Estudo 2.

Tabela C1. Análise de variância para turbidez água da filtrada (F1 + F2), Estudo 2.

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor-F	Valor-p
Equipamento	2	17,88	8,93903	1034,63	0,000
Erro	7203	62,63	0,00864		
Total	7205	80,11			

GL: grau de liberdade; SQ: soma de quadrados; QM: quadrado médio.