

CTR-Águas
NOTATÉCNICA Nº01/2013

Determinação de CHEIRO E SABOR em Água para Consumo Humano

1. Objectivo

Com este documento pretende-se contribuir para o esclarecimento de dúvidas que têm vindo a surgir na aplicação da EN 1622:2006, bem como no cumprimento do Decreto-Lei nº 306/2007, nomeadamente nas diferentes metodologias para a apresentação de resultados, na temperatura de execução do ensaio, no uso de padrões, na escolha da água de referência, e no número mínimo de provadores necessários para efectuar o ensaio.

A norma **EN 1622:2006** permite o uso de 2 tipos de métodos quantitativos para a determinação de cheiro e sabor, um é o método de **escolha não forçada**, que é o mais vulgarmente usado, e o outro é o da **escolha forçada**, que de acordo com a Norma EN 1622:2006 é usado por um reduzido número de estados membros.

Esta nota técnica, refere-se apenas à metodologia de escolha não forçada.

O princípio do método de escolha não forçada é a quantificação de cheiro e sabor da amostra por um painel de provadores que compara a amostra ou a sua diluição com a água de referência através de um dos dois tipos de testes: teste triangular ou teste emparelhado.

Para além disso, a norma em questão, **no método de escolha não forçada**, apresenta duas metodologias para a determinação de cheiro e sabor, uma designada por **Short method (método simplificado)** e a outra designada por **Full method (método completo)**.

2. EN 1622:2006 - Short method (Procedimento simplificado de Escolha não forçada)

Este procedimento é usado para testar:

- 1) amostras que não apresentam cheiro nem sabor, ou
- 2) amostras que apresentam cheiro e sabor e que se testam apenas para avaliar o cumprimento relativamente a um nível pré – determinado que tem um valor alvo (ex. o valor limite legal).

No primeiro caso, a amostra é testada tal e qual é recebida (sem ou com adição do neutralizante de cloro), e na ausência de detecção de cheiro ou sabor, o resultado do Factor de diluição é expresso como **<1**.

No segundo caso, apenas é analisada uma diluição da amostra escolhida de acordo com o valor alvo para o qual queremos verificar a conformidade, e o resultado expressa-se sempre como um valor comparativo, que pode ser menor ou maior ou igual que o valor da diluição que efectuámos (ex. <2 , <3 , $\geq 3\dots$).

OBS: por vezes aparecem laboratórios a apresentar um valor <3 . Presume-se que efectuam uma diluição de 1:3 e que nesta diluição não apresenta cheiro ou sabor. Esta metodologia não deve ser seguida pois não é perceptível para os consumidores o significado desse valor porque não se quantifica o cheiro nem o sabor da amostra, pois tanto pode ser ausência de cheiro ou sabor, ou apenas que o cheiro e sabor da amostra é menor que o valor alvo.

Assim sendo, para o controlo legal relativo á qualidade da água para consumo humano, deve ser seguido:

- **Short method** quando a amostra é testada tal e qual é recebida (sem ou com adição do neutralizante de cloro) e não apresenta cheiro nem sabor
- Quando a amostra revela presença de cheiro ou sabor, deve ser seguido o **Full method da EN 1622:2006**, para o qual é necessário efectuar séries de diluições sucessivas para quantificar a amostra.

Se o controlo da qualidade da água não for para controlo legal, o método de análise deve ser definido no contrato com o cliente, de modo a estabelecer o rigor de quantificação na análise da amostra. Neste caso, se o cliente apenas quiser saber a conformidade para um valor alvo de cheiro ou sabor, pode-se usar apenas o Short method.

3. EN 1622:2006 - Full method (Procedimento completo de Escolha não forçada)

Este procedimento é usado quando queremos determinar o valor exacto do factor de diluição da amostra a testar (quando a amostra não diluída apresentar cheiro ou sabor). Neste caso são sempre preparadas, e testadas, no mínimo três diluições sucessivas da amostra.

4. Expressão de resultados

No sentido de esclarecer e de ir ao encontro do definido no Decreto-Lei nº 306/2007 (Factor diluição) e o que é indicado na Norma EN 1622 (TON e TFN), a CTR-Águas entende que os resultados para o controlo legal relativo à qualidade da água para consumo humano, devem ser expressos de acordo com o indicado na tabela 1:

Tabela 1

| AMOSTRA A TESTAR | DILUIÇÃO | RESULTADO |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|--------------------------------------------------------------------------------------------|
| Sem cheiro e sem sabor na amostra directa (Short method) | Sem diluição | <1 |
| Com cheiro e sabor directamente, mas sem cheiro e sem sabor na primeira diluição efectuada (Full method) | Diluição de 1:1 | 1 |
| Com cheiro e sabor numa diluição n (Full method) | Diluição de 1:n | O resultado deve ser apresentado de acordo com a forma de cálculo prevista na Norma (a)(b) |

$$(a) \text{ TON} = \sqrt[n]{\text{TON}1x \text{ TON}2x \dots x \text{ TON}n}$$

$$(b) \text{ TON} = \sqrt[n]{\text{TFN}1x \text{ TFN}2x \dots x \text{ TFN}n}$$

(Sendo n = número de avaliadores)

O resultado da média geométrica deverá ser arredondado ao nº inteiro mais próximo.

5. EN 1622:2006 – Painel de provadores

Em qualquer dos procedimentos (Short method ou Full method) a norma EN 1622:2006 refere que são sempre necessários no mínimo três provadores e um preparador para efectuar o ensaio.

No caso do **teste emparelhado** (teste mais usado quer no Short method, quer no Full method), quando o provador não for capaz de detectar diferença entre a amostra e a água de referência, então a anterior diluição onde foi detectada essa diferença, ou seja, a última onde apresenta cheiro ou sabor, representa o TON/TFN para a amostra ensaiada.

No caso do **Short método** de escolha não forçada, para o trabalho de rotina e amostras sem cheiro e sem sabor parece-nos que pode ser admitida a seguinte metodologia: um preparador, dois provadores a efectuar o teste, um terceiro provador de reserva que só participaria no ensaio no caso de não concordância dos dois resultados obtidos (obtenção no mínimo de 66% de concordância). Esta simplificação não entra em contradição com a norma, não diminui a qualidade do ensaio e contribui para a diminuição dos custos do ensaio.

A interpretação de alguns laboratórios, de que no caso do **Full method**, para o trabalho de rotina e para amostras com cheiro e sabor, se houver concordância entre dois dos provadores, poderá não haver a necessidade da intervenção do terceiro, não é aceitável, pois mesmo que se verifique a concordância de resultados (66%) exigida pela norma, com os dois primeiros provadores, o resultado do terceiro provador é factor determinante para o cálculo do resultado final.

Salienta-se pois, que para este método, no cálculo da média geométrica, considera-se válido o resultado se pelo menos 66% dos resultados individuais obtidos estão compreendidos no intervalo de uma diluição ($TN \pm 1$ diluição), ou seja devem ser contabilizados os resultados de todos os provadores, compreendidos no intervalo de uma diluição ($TN \pm 1$ diluição), tendo sempre presente que pelo menos 66% desses provadores deverão ter resultados concordantes.

6. Temperatura para a realização do ensaio

A divergência entre o Decreto-Lei nº 306/2007 e a EN 1622:2006 é um falso problema, pois que não existe motivo para tal. A EN 1622, na pág. 5, refere: NOTE. The method can be used to determine the odour and flavour of a water sample at other temperatures but there will be no correlation between results obtained at different temperatures. Assim a EN 1622 permite que o ensaio seja realizado a 25°C de modo a dar cumprimento ao Decreto-Lei nº 306/2007. A temperatura para a realização do ensaio deve ser entendida como a temperatura das amostras que estão num banho termostático, neste caso regulado para (25 ± 2) °C para cumprimento do DL306/2007 e não a temperatura da sala.

7. Temperatura da sala

A norma EN 1622 na pág. 8, refere: “The temperature of the room shall be maintained with a system for the regulation of temperature at (23 ± 2) °C. Esta situação tem sido também relatada como um problema por parte dos laboratórios, pois interpretam que para cumprimento do Decreto-Lei N°306/2007 a temperatura de trabalho deve ser 25°C, o que não corresponde de facto ao que é exigido.

8. Padrões

Os padrões usados na determinação de cheiro e sabor podem ter dois usos distintos: um, para treinar e/ou qualificar os provadores para identificar o cheiro e/ou sabor de uma amostra; outro para serem usados na rotina, para verificar a apetência do provador naquele dia e naquela série de amostras.

A CTR-Águas elaborou uma lista de padrões de cheiro e sabor, com a contribuição de vários laboratórios para o efeito, e que entende recomendar a quem efectua o ensaio de cheiro e sabor em amostras de água para consumo humano.

Quando o objectivo do uso, for o treino e a qualificação do painel de provadores, as concentrações de cada padrão a testar devem ser inequívocas, para que possam ser claramente distinguidas pelos provadores.

Quando o uso dos padrões for para o controlo de rotina (concentrações próximas do limiar de percepção do painel de provadores de cada laboratório), são a seguir descritas concentrações guia que podem ser usadas para esse efeito, sendo que é recomendável que cada laboratório defina quais os padrões a usar e com que frequência, garantindo a sua rotatividade ao longo das várias séries de ensaio que executa por ano.

8.1. Padrões para cheiro

Cheiro Medicinal – clorofenol, preparação a partir do 2,6-diclorofenol de modo a obter uma concentração de 3 a 5 µg/L, para se obter um limiar de cheiro; possível origem deste cheiro: cloração do fenol durante o tratamento da água. Para a preparação das soluções a usar pode-se partir de uma solução mãe de 2,6 – diclorofenol numa concentração de 0,5 mg/L.

Cheiro Terroso e a peixe - preparação a partir de geosmina de modo a obter uma concentração de 0,015 a 0,1 µg/L, para se obter um limiar de cheiro; possível origem deste cheiro: actinomicetes, cianobactérias e microfungos. Para a preparação das soluções a usar pode-se partir de uma solução mãe de geosmina numa concentração de 2 g/L.

Cheiro Mofo - preparação a partir de 2-metilisoborneol de modo a obter uma concentração 0,02 µg/L, para se obter um limiar de cheiro; possível origem deste cheiro: actinomicetes, cianobactérias e microfungos. Para a preparação das soluções a usar pode-se partir de uma solução mãe de 2-metilisoborneol numa concentração de 100 mg/L.

Cheiro ovos podres – sulfureto de hidrogénio, preparação a partir de sulfureto de hidrogénio não tendo sido encontrado valor de referência para se obter um limiar de cheiro; possível origem deste cheiro: bactérias sulfato-redutoras e clostrídium. Também se pode obter este padrão a partir do tiosulfato, com uma concentração de aproximadamente 3,5 mg/mL

Cheiro a cloro – cloro, água clorada com uma concentração de 1 mg/L para se obter um limiar de cheiro; possível origem deste cheiro: desinfecção da água.

Cheiro a verdura – Trans-2-cis, 6-nonadienal. Podem-se preparar as soluções a usar a partir de uma solução mãe com 5 µg/L.

8.2. Padrões para sabor:

Sabor a sal - preparação a partir de cloreto de sódio. Pode-se usar uma solução de cloreto de sódio com a concentração de 1 g/L.

Sabor a doce - preparação a partir de sacarose. Pode-se usar uma solução de sacarose com a concentração de 10 g/L.

Sabor a amargo - preparação a partir de cafeína. Pode-se usar uma solução de cafeína com a concentração de 1 g/L.

Sabor a ácido - preparação a partir de ácido cítrico. Pode-se usar uma solução de ácido cítrico com a concentração de 1 mL/L.

Sabor a mofo - preparação a partir de 2-metil isoborneol. Como base pode-se usar a solução mãe referida para o cheiro, com as diluições respectivas e que o laboratório considere adequadas ao seu painel.

Sabor a terra e peixe - preparação a partir de geosmina. Como base pode-se usar a solução mãe referida para o cheiro, com as diluições respectivas e que o laboratório considere adequadas ao seu painel.

Sabor a medicinal - preparação a partir de 2,6-diclorofenol. Como base pode-se usar a solução mãe referida para o cheiro, com as diluições respectivas e que o laboratório considere adequadas ao seu painel.

9. Água de referência

A norma EN 1622, na pág.9, refere: “NOTE- Reference Water can be tap water, mineral bottled water, or prepared according to Annex D. Preferably it should be appropriate to the área and where possible similar in mineral character to the type of water being tested”. Assim sendo, sempre que possível deve-se usar como referência uma água com uma mineralização análoga à da amostra a analisar, e da mesma região (terrenos com características análogas, por exemplo calcários, granitos e outros tipos de geologias);

Pode ser usada também água da torneira passada por carvão activado em coluna de vidro. Esta água deve ser recentemente preparada.

10. Outras Normas

Os laboratórios que utilizam para a realização dos seus ensaios outras normas (p.ex. SM 2150 B (odor) e SM2160 B (sabor) e outras), podem usar as metodologias atrás referidas pois que nelas a forma de expressão dos resultados para a não presença de cheiro e ou de sabor é de “nd”.

NOTA 1: *Os laboratórios devem ter em consideração que as substâncias e suas concentrações indicadas nos padrões de cheiro e sabor, são meras indicações, podendo existir outras semelhantes, e as concentrações usadas em cada laboratório devem ser adaptadas ao seu painel de provadores, pois cada painel de provadores tem limiares de percepção muito próprios.*

NOTA 2: *Como referência deve-se usar um documento da Environment Agency – The determination of taste and odour in drinking waters (2010)- Methods for the Examination of Waters and Associated Materials.*

NOTA 3: *Os laboratórios devem alternar os padrões utilizados na rotina de modo a não criar um efeito de “memória” nos seus técnicos, e assim diminuir-lhe as suas capacidades para identificar novos sabores e cheiros.*

NOTA 4: *Recomendação que o painel de técnicos qualificados para os ensaios faça uma renovação da sua qualificação periodicamente, começando por ser anual, e podendo ser alargada para períodos superiores caso o desempenho do mesmo assim o demonstre. Estes períodos de tempo recomendados deverão ter em consideração o volume de trabalho e as dificuldades encontradas na identificação de sabores e cheiros ao longo do ano.*

28 de Janeiro de 2013