



## ESTÁGIO OBRIGATÓRIO NO LABORATÓRIO DE CONTROLO DE QUALIDADE DE ÁGUAS – CROMATOGRAFIA IÔNICA: um relato de experiência

**Daniela L. de MIRANDA<sup>1</sup>; Selma G. de BARROS<sup>2</sup>**

### RESUMO

A cromatografia iônica é técnica analítica capaz de detectar ânions e cátions em amostras de água de consumo e efluentes, tornando-a aplicável para o controle ambiental. Este relato de experiência descreve as atividades realizadas durante um estágio obrigatório no Laboratório de Controlo de Qualidade de Águas (LCQA) localizado na cidade de Beja, Portugal, no setor de Cromatografia Iônica. O LCQA é um laboratório acreditado que avalia a qualidade de águas para consumo humano, rega, balneares e residuais. A experiência no laboratório acreditado proporcionou uma compreensão mais ampla dos cuidados necessários para fornecer resultados confiáveis e credíveis.

**Palavras-chave:** Água doce; Água residual; Análise físico-química.

### 1. INTRODUÇÃO

A cromatografia é um método físico-químico de separação, onde ocorre a interação dos componentes da mistura com a fase estacionária e a fase móvel. Existem diversas subdivisões na cromatografia, como papel, camada delgada, líquida, supercrítica, gasosa, entre outras. A cromatografia iônica consiste em uma variante da cromatografia líquida, onde são utilizadas resinas de troca iônica para separação dos íons, com base na interação que esses íons atômicos ou moleculares terão com a resina (FIORI et al., 2018; HOEHNE et al., 2015; AMORIM, 2019).

A cromatografia iônica é capaz de detectar ânions, como cloreto, fluoreto, sulfato, nitrito e nitrato, e cátions, como cálcio, amônia, magnésio, potássio e sódio, em amostras de água de consumo e efluentes. Portanto, essa técnica pode ser amplamente utilizada para a identificação de substâncias, monitoramento da qualidade do ar e da água, detecção de poluentes em efluentes e água de consumo, entre outras aplicações (HOEHNE et al., 2015).

O objetivo deste relato de experiência é descrever as atividades realizadas durante o estágio obrigatório no Laboratório de Controlo de Qualidade de Águas (LCQA), mais especificamente no setor de Cromatografia Iônica, no período de 30/11/2022 a 03/02/2023, durante a mobilidade acadêmica.

### 2. MATERIAL E MÉTODOS

<sup>1</sup>Discente da graduação em Engenharia Ambiental, IFSULDEMINAS – *Campus* Inconfidentes. E-mail: daniela.lopes@alunos.ifsuldeminas.edu.br

<sup>2</sup>Docente de EBTT, IFSULDEMINAS – *Campus* Inconfidentes. E-mail: selma.barros@ifsuldeminas.edu.br

O LCQA, localizado na Escola Superior Agrária do Instituto Politécnico de Beja (IPBeja), na cidade de Beja, Portugal é um laboratório acreditado pelo Instituto Português de Acreditação (IPAC) desde 2021. Possui capacidade para avaliar a qualidade de diferentes tipos de águas como para consumo humano, rega, balneares e residuais. O laboratório presta apoio a empresas nacionais e internacionais de origem agrícola, industrial, agroalimentar, entre outras. Além disso, o LCQA fornece suporte a municípios do distrito de Beja, auxiliando na avaliação da eficiência dos sistemas de tratamento e oferecendo consultoria sobre a possibilidade de descarga dos efluentes analisados (IPBEJA, 2023).

No laboratório, as amostras são recebidas inicialmente em galões com volume de 5L e posteriormente fracionadas em frascos específicos para cada análise solicitada pelo contratante. Esses frascos são previamente identificados com as iniciais “AR” quando as amostras se tratam de água residual e “AND” quando se tratam de água natural doce. Após o fracionamento, as amostras a serem analisadas na cromatografia iônica passam por um processo de filtração. Quando as amostras apresentavam uma alta carga de gordura, como no caso de amostras de efluentes de matadouros, era realizada uma filtração inicial para remover esse material indesejado. Em seguida, as amostras foram levadas para o Laboratório de Cromatografia Iônica, onde passaram por uma segunda etapa de filtração, com objetivo de reter, nos filtros, todo o material suspenso presente na amostra. Após a filtração, as amostras puras foram então diluídas em diferentes concentrações, sendo completadas com água ultrapura para atingir o volume desejado. Em seguida, essas amostras foram transferidas para tubetes previamente identificados. Para cada amostra, foram preparados tubetes contendo apenas a amostra pura, tubetes contendo diluições da amostra e tubetes contendo apenas água ultrapura, conhecidos como “brancos”. Além disso, foram preparados tubetes denominados de “A+P”, que consistiam em um certo volume de amostra acrescido de um padrão conhecido, como o padrão de nitrato, por exemplo. Os tubetes com água ultrapura e os “A+P” foram utilizados para manter o controle de qualidade. Caso valores indesejados, fossem obtidos nesses tubetes, toda a sessão de trabalho seria realizada novamente para garantir a confiabilidade dos resultados.

Além dos tubetes mencionados anteriormente, outros tubetes também foram adicionados ao carrossel a cada sessão de trabalho. Esses tubetes continham soluções padrão multi-paramétricas com concentrações conhecidas, e foram utilizados para elaboração da curva de calibração. Foram produzidas 6 soluções padrão para ânions e 5 para cátions, denominadas de PAD1, PAD2, PAD3, PAD4, PAD5 e PAD6. Essas soluções padrão foram preparadas no próprio laboratório por meio da pipetagem de soluções- mãe. Cada padrão continha um volume padronizado para cada elemento a ser analisado.

As análises foram realizadas em dois cromatógrafos, onde foi possível identificar e quantificar a presença dos ânions, nitrito, nitrato, sulfato, cloreto e fluoreto, além dos cátions, sódio, potássio, magnésio, amônia e cálcio.

No processo de preparação dos cromatógrafos, o eluente utilizado foi produzido no próprio laboratório. Reagentes sólidos foram dissolvidos em água ultrapura com auxílio de um banho ultrassom. Após a preparação, o eluente foi filtrado antes de ser adicionado aos vasilhames plugados nos cromatógrafos.

Após todos os elementos do processo estarem preparados, a organização do carrossel era iniciada. O carrossel começava sempre com dois tubetes brancos e a curva de calibração, e terminava com o padrão inicial (PAD1), um tubete branco, e o padrão final (PAD5 para cátions e PAD6 para ânions), seguido de outro tubete branco. No intervalo desses tubetes, as amostras eram adicionadas, começando pela de maior diluição até a amostra pura. Os tubetes brancos eram intercalados entre as amostras, e em seguida, eram adicionadas as duplicatas. Os tubetes “A+P” também eram adicionados nesse intervalo, acompanhados de tubetes brancos entre eles.

Após a preparação dos tubetes e a organização do carrossel, as identificações dos tubetes eram inseridas nas células correspondentes do programa utilizado. Em seguida, iniciava-se as leituras das amostras. As leituras eram realizadas dentro de um período de 24h. Após as leituras, eram feitas as análises dos resultados. Em caso de erro ou falha na sessão, a mesma era repetida. Caso apenas uma amostra apresentasse falha na diluição, apenas essa amostra seria repetida.

Ao final, os resultados das amostras eram analisados em conjunto com a curva de calibração. Em seguida, era realizado o controle de qualidade. Todos os dados obtidos eram inseridos em tabelas de controle para verificar se a sessão foi bem-sucedida ou não. Esses documentos eram então anexados em pastas. Por fim, era realizada a emissão do boletim contendo o resultado de todas as análises solicitadas pelo contratante.

Após a conclusão da sessão e a verificação de que todos os dados foram lançados corretamente, as louças foram levadas para sala de preparações. Nessa sala, as louças passaram por um protocolo de higienização específico para a Cromatografia Iônica. O protocolo de higienização consistiu em lavar as vidrarias, pipetas, tubetes e frascos com sabão. Em seguida, foram enxaguados com água comum, seguido de enxágue com água destilada. Por fim, foram enxaguados com água ultrapura, garantindo a remoção de qualquer resíduo contaminante. Após a lavagem, todas as louças foram levadas para secagem em estufa. Uma vez, secas, as louças foram alocadas nos seus respectivos lugares, respeitando a separação entre louças destinadas às águas residuais e louças destinadas à água de consumo. Essa separação é importante para evitar a contaminação cruzada entre os diferentes tipos de água utilizados no processo.

### 3. RELATO DA EXPERIÊNCIA

Durante esse estágio, tive a oportunidade de vivenciar o dia-a-dia de um laboratório de qualidade de águas acreditado, o que proporcionou diversas experiências enriquecedoras. Foi possível observar a divisão clara de trabalho, o controle rígido na execução dos parâmetros, desde a preparação de soluções até a disponibilização de informações ao contratante, garantindo resultados confiáveis. Pequenos detalhes, como o uso de vidrarias específicas para amostras de água de consumo e efluentes, a substituição periódica de vidrarias para manter sua precisão e evitar contaminações, a calibração e manutenção frequente de equipamentos, bem como protocolos rigorosos de limpeza e desinfecção de vidrarias, foram observados e compreendidos. Essa experiência permitiu que eu compreendesse a importância dessas etapas e a sua influência na confiabilidade dos resultados obtidos.

### 4. CONCLUSÃO

Conclui-se que a vivência em um laboratório acreditado trouxe visões diferentes das antes vivenciadas no dia-a-dia de um laboratório, ampliando o entendimento sobre os cuidados necessários para oferecer um resultado com confiabilidade e credibilidade. Após essa experiência estou mais preparada para aplicar esses conhecimentos em futuros desafios acadêmicos e profissionais.

### AGRADECIMENTOS

Agradeço ao IFSULDEMINAS e ao IPBeja pela oportunidade, à minha orientadora, Professora Selma, por me auxiliar com o intercâmbio, à Maria José Imaginário, minha supervisora de estágio por não poupar esforços para me ensinar e à Professora Flávia Matias, Gestora da Qualidade do LCQA, que me acolheu e me ensinou tanto. E por fim, agradeço a toda a equipe do LCQA, Isabel, Mariana, Dona Ivone e Adriana, por estarem abertas a me receber em suas análises e me ensinar.

### REFERÊNCIAS

AMORIM, A. F. V. de. **Química**: métodos cromatográficos. Fortaleza: Editora da Universidade Estadual do Ceará, 2019. 84 p.

FIORI, R. *et al.* Validation of a method for analysis of glyphosate and AMPA in drinking water using ion chromatography. **Águas Subterrâneas**, [S.L.], v. 32, n. 3, p. 307-314, 17 set. 2018. Lepidus Tecnologia. <http://dx.doi.org/10.14295/ras.v32i3.29084>.

HOEHNE, L. *et al.* AVALIAÇÃO DAS TÉCNICAS DE DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO POR CROMATOGRAFIA IÔNICA (IC) E POR TEOR DE NITROGÊNIO TOTAL (TN) POR QUIMILUMINESCÊNCIA. **Tecno-Lógica**, [S.L.], v. 20, n. 1, p. 09, 19 dez. 2015. APESC - Associação Pro-Ensino em Santa Cruz do Sul. <http://dx.doi.org/10.17058/tecnolog.v20i1.6230>.

IPBEJA. **Laboratório de Controle de Qualidade de Águas**. Disponível em: <https://www.ipbeja.pt/idesenvolvimento/Laboratorios/labAguas/Paginas/default.aspx>. Acesso em: 11 ago. 2023.