

Procedimentos analíticos em perícia ambiental: cromatografia

O Perito Ambiental terá atenção às questões relativas à exatidão e à precisão esperada dos métodos dados e, além disso, não deve desprezar fatores como tempo e custo. O método mais exato para certa determinação pode ser muito demorado ou envolver o uso de reagentes caros. Por tal motivo, o apropriado é avaliar que exatidão se faz necessária. Em muitos casos, é possível escolher um método que, embora menos exato, proporcione, num tempo razoável, resultados satisfatórios.

Palavras-chave: Cromatografia; Perícia ambiental; Procedimentos analíticos.

Analytical procedures in environmental expertise: chromatography

The Environmental Expert will pay attention to issues relating to the accuracy and precision expected of the methods given and, in addition, should not neglect factors such as time and cost. The most accurate method for certain determination can be very time-consuming or involve the use of expensive reagents. For this reason, it is appropriate to assess what accuracy is required. In many cases, it is possible to choose a method that, although less accurate, provides satisfactory results in a reasonable time.


Keywords: Chromatography; Environmental expertise; Analytical procedures.

Topic: **Química Analítica**

Reviewed anonymously in the process of blind peer.

Received: **07/12/2020**

Approved: **20/03/2021**

Camilo Pinto de Souza 

Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Brasil
<http://lattes.cnpq.br/5526361137852985>
<http://orcid.org/0000-0002-5354-3194>
camilopsouza18@gmail.com

Gustavo Aveiro Lins 


Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Brasil
<http://lattes.cnpq.br/5173989372426437>
<http://orcid.org/0000-0002-0244-6925>
gustavoaveiro@gmail.com

Pauli Adriano de Almada Garcia 


Universidade Federal Fluminense, Brasil
<http://lattes.cnpq.br/3866888351512590>
<http://orcid.org/0000-0002-3934-4332>
pauliadriano@gmail.com

Vanessa da Silva Garcia 

Universidade Federal Fluminense, Brasil
<http://lattes.cnpq.br/2206038698250045>
<http://orcid.org/0000-0002-7841-8410>
vanessa.sgarcia@gmail.com

Lais Alencar de Aguiar 

Comissão Nacional de Energia Nuclear, Brasil
<http://lattes.cnpq.br/5785500333245448>
<http://orcid.org/0000-0002-1551-4085>
aguiar.lais@gmail.com

Josimar Ribeiro de Almeida 

Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Brasil
<http://lattes.cnpq.br/3215586187698472>
<http://orcid.org/0000-0001-5993-0665>
almeida@poli.ufrj.br



DOI: 10.6008/CBPC2318-3055.2021.001.0002

Referencing this:

SOUZA, C. P.; LINS, G. A.; GARCIA, P. A. A.; GARCIA, V. S.; AGUIAR, L. A.; ALMEIDA, J. R.. Procedimentos analíticos em perícia ambiental: cromatografia. **Engineering Sciences**, v.9, n.1, p.13-17, 2021. DOI: <http://doi.org/10.6008/CBPC2318-3055.2021.001.0002>

INTRODUÇÃO

Dispondo-se de uma amostra apropriada, é necessário que o Perito Ambiental dedique atenção à técnica, ou às técnicas, mais convenientes de serem empregadas para as determinações requeridas. Uma das decisões principais, a ser tomada pelo Perito Ambiental, é a da escolha do procedimento mais eficiente de uma dada análise; para chegar à decisão correta, o Perito Ambiental deve ter familiaridade com os detalhes práticos das diversas técnicas e com os princípios teóricos sobre os quais se baseiam. O Perito Ambiental deve ter o conhecimento das condições em que cada método é confiável e a consciência das interferências possíveis que podem ocorrer, e ser capaz de imaginar caminhos para evitar estes problemas (ALMEIDA et al., 2019).

RELATO

Apesar das vantagens diversificadas dos métodos instrumentais, a sua generalizada adoção não tornou obsoletos os métodos clássicos; três fatores principais influenciam a situação: 1. A aparelhagem necessária para os procedimentos clássicos custo econômico justo e encontra-se com facilidade em todos os laboratórios; no entanto, alguns instrumentos/aparelhos são Instrumentação típicos de Ciência Forense tem elevado custo. De forma que sua adoção só se justifica quando são muitas as amostras a analisar, ou quando se trata da determinação de substâncias em quantidades diminutas (análise de traços, subtrações ou ultratraços) (ALMEIDA et al., 2019); 2. Nos métodos instrumentais é necessário efetuar uma operação de calibração, em que se usa amostra do material com a composição conhecida como a substância de referência (TANCREDI et al., 2012); 3. Enquanto um método instrumental é o ideal para a execução de um grande número de determinações de rotina, no caso de uma análise episódica, fora da rotina, é muitas vezes mais simples usar um método clássico do que ter o trabalho de preparar os padrões indispensáveis e calibrar o instrumento. Importante destacar que as pesquisas orientadas pelo método dialético revelam a historicidade do fenômeno e suas relações, em nível mais amplo, situam o problema dentro de um contexto complexo, ao mesmo tempo, estabelece e aponta as contradições possíveis dentre os fenômenos investigados. A investigação qualitativa é alicerçada na inseparabilidade dos fenômenos e seu contexto, pois, as opiniões, percepções e significados serão compreendidos com maior profundidade a partir da contextualização (ARAUJO et al., 2005). A validade seria referente à semelhança entre o conceito e suas medidas, ao grau em que uma medida representa precisamente o que se espera. A garantia da validade começaria com a compreensão direta do que deve ser medido, sendo, portanto, uma questão de formulação da pesquisa (ABREU et al., 2006).

DISCUSSÃO

O método proposto foi dividido em três fases, as quais foram subdivididas em etapas para a realização do levantamento bibliográfico. Na primeira fase da pesquisa (Perguntas de pesquisa) verifica-se as principais decisões e definições acerca da pesquisa. As perguntas de pesquisa, ficam em destaque e servem

como impulsos para o início da revisão. Define-se o tema para realizar o levantamento bibliográfico e o período disponível. Outras decisões são tomadas simultaneamente. Tais como a definição das palavras-chave, para atuarem como identificadores. Paralelamente, resumem os principais assuntos sobre o tema a se pesquisar; assim como as combinações das palavras-chave. Essas, por sua vez, podem ser feitas por meio da utilização dos operadores booleanos e em diferentes bases de dados tais como Portal de Periódicos CAPES, Base de dados SCIELO, *Publish or Perish*, EBSCO, entre outras. No presente caso, as bases de dados foram *Web of Science* (ou ISI), Plataforma SUSTENERE, Scielo e Scopus. Essas bases possuem fácil acesso, permitindo, por meio de suas ferramentas, uma pesquisa criteriosa seja realizada, abrangendo uma vasta quantidade de periódicos. A segunda fase (Seleção dos artigos) inicia o levantamento e a seleção dos artigos, utilizando-se dos critérios de exclusão. Utiliza-se das palavras-chave de exclusão para realizar classificação mais criteriosa dos artigos. Delimitando também o período. Na etapa seguinte ocorre o primeiro filtro dos artigos, faz-se uma seleção a partir dos títulos, identificando os não alinhados. Na próxima etapa se faz a leitura dos resumos para excluir os impertinentes ao tema pesquisado. A etapa seguinte contém uma análise subjetiva do pesquisador para identificar, nos artigos alinhados ao tema, aqueles que possuem maior relevância acadêmica. Uma análise bibliométrica indica a relevância do autor/artigo para a composição do referencial bibliográfico. A Fase 3 corresponde a Classificação dos artigos selecionados. Procede-se a organização das amostras de artigos selecionados. O objetivo é ordenar, um padrão que vai variar de acordo com a necessidade do pesquisador e a prioriza como foco para desenvolvimento temático. Evidencia-se a importância da análise minuciosa dos artigos que compõem a amostra. Em pesquisas qualitativas, a concepção de validade assume formas distintas, pois a discussão sobre escalas de medição não se aplica a métodos qualitativos, sendo necessária a compreensão da validade em outra perspectiva. Um atributo que se relaciona com a objetividade, com a possibilidade de repetição do experimento, com o fato de a pesquisa estar aberta à verificação por outras pessoas e com a capacidade de generalização (ALMEIDA et al., 2013). A validade pode ser vista genericamente como a correspondência entre a pesquisa e a realidade (SILVA et al., 2012). Ela se refere à verificação dos resultados como verdadeiros e confiáveis. Ela estaria relacionada ao fato de os resultados refletirem com precisão a situação analisada e serem confiáveis, no sentido de que não haveria razões para deles duvidar; ou seja, a pesquisa é válida se as evidências fornecem o apoio necessário às suas conclusões (SOUZA et al., 2011). A intenção não é generalizar, mas sim descrever, analisar, buscar compreender.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

A Cromatografia a gás ou cromatografia gasosa é, sem dúvida, é a técnica mais extensivamente usada (para fins analíticos) entre todos os métodos de separação instrumental e, assim, merece ser considerada em primeiro lugar. Ela fornece um meio rápido e fácil para determinar o número de componentes em uma mistura, a presença de impurezas em uma substância e, muitas vezes, o esclarecimento à primeira vista sobre a identidade de um composto. A única exigência é alguma estabilidade na temperatura necessária para a produção do vapor. Assim, um cromatógrafo a gás (CG) é um instrumento essencial ao químico preocupado

com a caracterização de compostos covalentes de massa molecular moderada. A grande utilidade desta técnica é qualitativa ou semi-quantitativa, mas, com cuidadosa calibração, também se podem fazer medidas quantitativas. As técnicas cromatográficas em fase gasosa permitem separações de alto grau de eficiência, sendo que consideráveis variedades de substâncias podem ser analisadas por este processo, desde gases permanentes até líquidos de alto ponto de ebulição ou mesmo sólidos voláteis. Devido à notável sensibilidade dos detectores, as análises requerem amostras muito pequenas, da ordem de microgramas, e podem ser determinadas impurezas em concentrações da ordem de ppm ou mesmo de ppb. As aplicações da cromatografia em fase gasosa são as seguintes: análise de gasolina, nafta, alquil-benzenos, etileno-glicol e dietileno-glicol, difenilo, tricloro-benzeno; ácidos graxos, ésteres metílicos de ácidos graxos, triglicéridos e aminoácidos; pesticidas clorados em carnes compostos órgão-mercúrico, difeno-policlorados, plastificantes, hidrocarbonetos em gases de escapamentos e no ar, óleos essenciais, resinas sintéticas (nylon, celulose), corantes e tintas (lacas, vernizes, esmaltes); análise de monóxido de carbono em amostras de ar atmosférico. O conceito de cromatografia líquida abrange uma diversidade de técnicas de separação - como a cromatografia líquido-sólida, a líquido-líquido, a cromatografia de troca iônica e a cromatografia por permeação de gel - todas com o envolvimento de uma fase móvel líquida. A cromatografia líquida em coluna clássica caracteriza-se pelo uso de colunas de vidro com diâmetros relativamente grandes, recheadas pela fase estacionária finamente dividida, com a fase móvel percolando as colunas pela ação da gravidade. Embora se tenham conseguido muitas separações notáveis, as separações são, em geral, lentas e o exame das frações recuperadas (mediante técnicas químicas ou espectroscópicas, por exemplo) pode ser tedioso. O desenvolvimento da cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE, sigla inglesa HPLC) permitiu que a cromatografia líquida atingisse a grande êxito da cromatografia em fase gasosa. A cromatografia líquida de alta eficiência é, em alguns aspectos, mais versátil do que a cromatografia gasosa, pois não está limitada a amostras voláteis e termicamente estáveis. A diferença importante entre a cromatografia em camada fina (CCF) e a cromatografia líquida de alta eficiência é uma diferença da técnica prática e não dos fenômenos físicos (adsorção, partição etc.) sobre os quais se baseia. Assim, na CCF a fase estacionária é constituída por uma camada fina de solvente (por exemplo, sílica gel ou pó de celulose) que reveste um material de suporte, rígido e inerte, como uma chapa de vidro ou uma folha de plástico, de modo que o processo de separação ocorre numa superfície plana, essencialmente bidimensional. Nos laboratórios analíticos, a técnica análoga da cromatografia em papel foi largamente superada pela CCF, especialmente depois do advento das placas finas revestidas por celulose. Embora a CCF seja muito usada para a análise qualitativa, não proporciona, em geral, informação quantitativa de precisão e exatidão elevadas. As modificações na prática da CCF levaram, no entanto, a desempenho melhorado, tanto em termos das separações quanto em termos das medições quantitativas; estes desenvolvimentos são conhecidos como a cromatografia em camada fina de alta eficiência (CCFAE). Têm papel importante, na cromatografia em camada fina moderna, os instrumentos oferecidos no comércio para a análise quantitativa *in situ*, baseada em medições fotométricas diretas. Embora existam instrumentos com feixe duplo, a operação com um feixe simples, em um só comprimento de onda, é a mais usada na CCFAE, pois a qualidade e a homogeneidade das placas são em geral muito boas. A

cromatografia em camada fina de alta eficiência tem a sua maior aplicação nas áreas da análise clínica (por exemplo, análise de drogas no sangue) e na análise ambiental. Quando uma mistura de dois ou mais cátions passa através de uma coluna trocadora de íons, se as quantidades destes íons forem pequenas em comparação com a capacidade total da coluna para os íons, será possível recuperar os íons absorvidos, separada e consecutivamente, mediante uma solução de regeneração (ou de eluição) apropriada. Esta técnica de separação é denominada, às vezes, cromatografia de troca iônica. O seu sucesso mais espetacular foi o da separação de misturas complexas de substâncias muito parecidas, como aminoácidos e lantanídeos. O processo de remoção dos íons absorvidos é conhecido como eluição; a solução empregada é o eluente e a solução resultante da eluição é o eluato. O líquido que entra na coluna de troca iônica é o afluente e o líquido que sai da coluna é convenientemente denominado o efluente. Se uma solução de um eluente apropriado passar através de uma coluna carregada por determinado íon, o curso da reação pode ser acompanhado pela análise contínua da solução efluente. Plotando-se a concentração do íon, em sucessivas alíquotas do eluato, contra o volume do eluato, obtém-se uma curva de eluição.

REFERÊNCIAS

ALMEIDA, J. R.; SILVA, C. E.; SILVA, C. V. V.; AGUIAR, L. A.; GARCIA, V. S.; SOUZA, C. P.; LENZ, E. R. S.; LINS, G. A.; ALMEIDA, S. M.. Multifatorialidade em saúde ambiental. *Environmental Scientiae*, v.1, n.2, p.26-47, 2019. DOI: <http://doi.org/10.6008/CBPC2674-6492.2019.002.0002>

ALMEIDA, J. R.; SILVA, C. E.; SILVA, C. V. V.; AGUIAR, L. A.; GARCIA, V. S.; SOUZA, C. P.; LENZ, E. R. S.; LINS, G. A.; ALMEIDA, S. M.. Política e economia de vigilância em saúde ambiental. *Environmental Scientiae*, v.1, n.2, p.1-25, 2019. DOI: <http://doi.org/10.6008/CBPC2674-6492.2019.002.0001>

ALMEIDA, J. R.; SILVA, C. E.. Análisis "ex-post-facto" del estado consumatorio denotativo de los principios de la Declaración del Rio en padrón personal. *Educationis, Aquidabã*, v.1, n.1, p.17-21, 2013. DOI: <http://dx.doi.org/10.6008/ESS2318-3047.2013.001.0002>

ABREU, I.; ALMEIDA, J. R.; AQUINO, A. R.. Sociedade e risco, direito e tecnologia. *Revista Brasileira de Pesquisa e Desenvolvimento*, v.8, p.26-30, 2006.

ARAUJO, G. H. S.; AGUIAR, L. A.; ALMEIDA, J. R.; SOARES, P. S. M.; TRINDADE, R. B. E.. Seleção de Indicadores de estado e avaliação de sensibilidade dos sistemas naturais às ações antrópicas. *Série Gestão e Planejamento Ambiental*, v.1, p.1-26, 2005.

TANCREDI, N. S. H.; ALMEIDA, J. R.; LINS, G. A.; GUERRA, A. J. T.; JORGE, M. C. O.. Uso de geotecnologias em laudos periciais ambientais: estudo de caso no município de Jacundá, Pará. *Revista Geografar (UFPR)*, v.7, p.9-12, 2012.

SILVA, C. E.; SOUZA, F. M. N.; AGUIAR, L. A.; ALMEIDA, J. R.. Análise de riscos como instrumento para sistemas de gestão ambiental. *Revista Ibero-Americana de Ciências Ambientais*, v.3, n.1, p.17-41, 2012. DOI: <http://doi.org/10.6008/ESS2179-6858.2012.001.0002>

SOUZA, F. M. N.; SILVA, C. E.; AGUIAR, L. A.; ALMEIDA, J. R.. Proposta para utilização da simulação computacional em análise de risco, avaliação de desempenho e sistemas de gestão ambiental. *Revista Ibero-Americana de Ciências Ambientais*, v.2, n.2, p.39-63, 2011. DOI: <http://doi.org/10.6008/ESS2179-6858.2011.002.0003>

A CBPC – Companhia Brasileira de Produção Científica (CNPJ: 11.221.422/0001-03) detém os direitos materiais desta publicação. Os direitos referem-se à publicação do trabalho em qualquer parte do mundo, incluindo os direitos às renovações, expansões e disseminações da contribuição, bem como outros direitos subsidiários. Todos os trabalhos publicados eletronicamente poderão posteriormente ser publicados em coletâneas impressas sob coordenação da *Sustenere Publishing*, da Companhia Brasileira de Produção Científica e seus parceiros autorizados. Os (as) autores (as) preservam os direitos autorais, mas não têm permissão para a publicação da contribuição em outro meio, impresso ou digital, em português ou em tradução.