

Descontaminação de materiais de uso laboratorial empregados em análises de elementos inorgânicos em diferentes áreas de aplicações

Luciana Juncioni de ARAUZ¹, Márcia Liane BUZZO¹

¹Núcleo de Contaminantes Inorgânicos, Centro de Contaminantes – Instituto Adolfo Lutz

Recebido: 20.05.2022 Aceito para publicação: 30.06.2022

A constante evolução da instrumentação analítica para determinação de elementos químicos, em níveis de traços e ultratraços, em diferentes tipos de matrizes nas áreas biológica, ambiental, farmacêutica, química, geológica, toxicológica, entre outras, vem alcançando, ao longo do tempo, limites de detecção e de quantificação cada vez mais reduzidos.

Dentre estas técnicas podem ser incluídas a Espectrometria de Massas e de Emissão Atômica com Plasma Acoplado Indutivamente (ICP-MS e ICP OES, respectivamente) e a Espectrometria de Absorção Atômica (AAS)¹⁻⁴, que são empregadas na quantificação de espécies inorgânicas em níveis de macro ou micro elementos como, por exemplo, nas áreas de produtos (águas, alimentos, solos, entre outros) e biológicas (sangue, soro, urina, cabelo, entre outros). Estes equipamentos possuem alta sensibilidade e fornecem resultados válidos com precisão e exatidão desejáveis e que devem estar aliados ao emprego de métodos de preparo de amostras adequados.

Consequentemente, por se tratar de aplicação de métodos analíticos extremamente específicos é imprescindível que o procedimento de limpeza e descontaminação ácida de materiais utilizados em laboratórios analíticos de química inorgânica seja realizado com alto nível de remoção de contaminantes¹.

É importante ressaltar que são escassos na literatura acadêmica (tais como periódicos disponíveis em *PubMed*, *Web of Science*, *Scopus*) trabalhos completos que abordem a importância dos procedimentos de

descontaminação química de materiais de laboratório, bem como os protocolos de controle de qualidade do processo. Usualmente, quando citados em manuscritos, são descrições muito resumidas que podem gerar uma barreira limitante para o incentivo às implementações de melhorias e/ou mudanças nos protocolos laboratoriais²⁻⁵.

Desta forma, o presente trabalho abordará uma descrição técnica convencional e acessível para analistas de laboratório das etapas de limpeza e descontaminação ácida de materiais laboratoriais empregados em análises elementares para uma descontaminação química eficiente. Esta metodologia exclui a necessidade de se empregar equipamento automatizado, o qual utiliza sistema fechado para a descontaminação de recipientes com vapores de ácido¹. A técnica automatizada envolve os custos de aquisição e manutenção do equipamento e apresenta cavidade interna restrita para um quantitativo pequeno de materiais.

Assim, considerando que as concentrações dos analitos podem estar presentes nas matrizes em estudo em níveis de mg/L, mg/kg, µg/L ou µg/kg, torna-se imprescindível o cuidado com o processo de limpeza e descontaminação química dos materiais empregados nos procedimentos analíticos, na eliminação e no controle das fontes de contaminação durante a amostragem, armazenamento e análise química. Portanto, os erros sistemáticos devido às possibilidades de contaminações em frascos de reação e recipientes pelo ar; impurezas em reagentes; soluções e materiais; e perdas por

adsorção/dessorção devem ser controlados¹.

Durante o processo analítico os materiais empregados nas medições, transferências, preparo de soluções e armazenamento, interagem diretamente com a amostra e soluções de análise, que por sua vez podem ser responsáveis pelo desencadeamento de contaminação externa. Dentre os insumos mais adotados rotineiramente no laboratório, encontram-se: béquer, erlenmeyer, cadinho, balão volumétrico, proveta, pipeta (graduada e volumétrica), os quais podem ser manufaturados com diferentes composições de matérias-primas, como: cerâmica, platina, vidro de borossilicato, quartzo, porcelana, materiais poliméricos sintéticos (polietileno, polipropileno, politetrafluoretileno (PTFE), perfluoroalcoxi (PFA), fluoroetilenopropileno (FEP)), entre outros.

É fundamental conceituar que materiais compostos por polímeros sintéticos são os mais indicados nas análises de determinação de elementos inorgânicos em nível de traço e ultra- traço em substituição ao vidro, devido à menor adsorção dos analitos em suas paredes internas. Além disso, materiais em vidro apresentam óxidos, calcário e carbonato de metais em sua composição, que podem interferir nas soluções armazenadas.

A descontaminação química dos frascos de reação e recipientes que atendam às especificações de cada análise exige o cumprimento de alguns parâmetros importantes e diferenciados como o emprego de insumos com elevada pureza, tais como tipo e qualidade da água, detergente neutro, ácido em concentração e tempo de imersão definidos, enxague e a secagem do material. Estes requisitos mínimos devem ser estabelecidos pelo laboratório previamente com base em metodologia específica ao uso pretendido⁶⁻⁷, ou então, na adoção de premissas dispostas em compêndios internacionais⁸⁻⁹.

Assim, um dos procedimentos convencionais de baixo custo e que permite a descontaminação química de diversos tipos de materiais de uso laboratorial simultaneamente, pode ser realizado como sugerido a seguir. Imediatamente após o uso, os artigos de laboratório são previamente enxaguados em água da rede de abastecimento público e, na

sequência, totalmente imersos em banho de solução de detergente neutro a 2% (v/v), por período de 24 horas. A seguir, o material é enxaguado novamente somente em fluxo de água corrente da rede de abastecimento público, sem o auxílio de material que contenha metal em sua composição (gaspilhão e escova), a fim de evitar contaminação. Preferencialmente, o reagente selecionado para a limpeza deve ser composto por tensoativos de uso profissional, pH neutro, com alto poder de detergência quando diluído, biodegradável e não tóxico. Em casos de análises que envolvem matrizes de fluidos biológicos (soro sanguíneo, sangue total, urina, saliva, suor, lágrimas, entre outros) e tecidos biológicos (fígado, músculos, coração, entre outros) é fortemente recomendável que o material seja submetido à imersão prévia em solução de hipoclorito de sódio comercial a concentração de 2% (v/v) por 24 horas para desinfecção e redução da atividade da matéria orgânica, e enxague consecutivo com água de rede de abastecimento público.

Posteriormente, estes materiais passam por descontaminação química ácida para a remoção completa dos contaminantes que possivelmente possam estar presentes nas paredes internas dos recipientes. Não é necessário o uso de ácido de categoria ultrapuro, mas o tempo requerido para a descontaminação pode ser um aspecto crítico. Dentre os métodos clássicos convencionais recomendados na literatura e considerados mais eficazes, encontra-se o emprego de solução aquosa de ácido nítrico (HNO₃), caracterizado como um ácido forte e um agente poderoso que pode oxidar grande parte dos elementos mesmo em soluções diluídas, interagindo com hidróxidos e óxidos dos metais para formar nitratos solúveis em água¹.

A partir desta etapa torna-se primordial considerar a qualidade requerida do solvente empregado no restante da cadeia de descontaminação química na fase de preparação de banhos ácidos e no enxague do material. A produção de água destilada e desionizada, quando possível, deve apresentar-se em grau ultrapuro ou do tipo I e com resistividade de 18,2 MΩ.cm, obtida por sistemas de purificação automatizados. Este tipo de água deve ser gerado diariamente a fim de evitar a formação

de biofilme nas paredes internas do reservatório e utilizada na sequência devido à rápida contaminação por agentes externos, principalmente por gases atmosféricos que se dissolvem na água, alterando a qualidade físico-química, como sua condutividade/resistividade.

O procedimento envolve a imersão total ou o preenchimento interno completo dos materiais (sem a formação de bolha de ar) em um ou dois banhos distintos e consecutivos de solução aquosa obtida a partir de ácido nítrico concentrado HNO_3 (P.A., 65%), respeitando-se o período mínimo de 24 horas para cada banho. De modo geral, para o preparo desta solução é utilizada a concentração final de 10 a 20% (v/v). Todo este processo deve, necessariamente, ser efetuado no interior da capela de exaustão química, como precaução à saúde do profissional exposto aos vapores de ácido. A seguir efetua-se o enxague cuidadoso dos materiais do laboratório e posterior etapa de secagem em estufa com temperatura controlada e monitorada de forma que não afete os materiais volumétricos aferidos.

Em casos de ensaios específicos (níveis de concentração de $\mu\text{g/L}$ ou mg/L) que requerem o uso de ambiente com controle de material particulado (sala limpa), é indicado ao laboratório a preparação de um terceiro banho de solução aquosa de HNO_3 (P.A., 65%) com concentração final de 10 a 20% (v/v), mantendo os materiais imersos pelo período mínimo de 24 horas (de forma idêntica deve-se utilizar o auxílio de capela de exaustão química), seguido de enxague. Neste ambiente controlado, é desejável também que se realize a secagem do material em cabine de fluxo laminar onde ocorre o controle de partículas em suspensão no ar, e posterior fechamento do material para armazenagem até o momento do uso. Esta etapa adicional evidencia a amplitude da qualidade obtida com relação ao procedimento de descontaminação.

Ainda, para o sucesso da obtenção da qualidade dos resultados analíticos, outros critérios mínimos devem ser seguidos pelo laboratório previamente à execução da metodologia de descontaminação química, conforme destacados a seguir^{1,8-9}:

✓ O laboratório deve estabelecer os requisitos de biossegurança destinados aos profissionais

responsáveis pela execução deste tipo de procedimento, a fim de minimizar os níveis de riscos do trabalhador à possível exposição a patógenos, agentes biológicos e produtos químicos;

✓ Durante todo o processo de manuseio dos materiais é necessário o emprego de Equipamentos de Proteção Individual (avental de tecido de manga longa; óculos de proteção; luvas de borracha nitrílica de cano longo; materiais descartáveis como: touca, avental, propé e luvas sem amido para uso em sala limpa) e Equipamentos de Proteção Coletivos (capela de exaustão química; cabine de segurança biológica e fluxo laminar) adequados que, além de proteger e preservar a saúde do usuário diretamente exposto aos insumos manipulados, garante a ausência de resíduos que poderiam resultar em flutuações nos resultados e que, geralmente, são atribuídas a erros experimentais;

✓ Não é recomendado o uso de detergente com concentração em excesso, a fim de evitar possíveis acúmulos de resíduos na parede interna dos frascos;

✓ Para os laboratórios que executam análises inorgânicas em níveis de traços e ultra-traços e em situações indispensáveis, o processo de descontaminação pode ocorrer em ambiente de sala limpa com pressão positiva e controles de temperatura e de material particulado;

✓ Considerando que os metais residuais são lixiviados da parede interna do material para a solução ácida, o monitoramento de sua renovação regular deve ser mantido, dependendo da frequência do uso;

✓ O ácido contaminado deve ser neutralizado (pH 7,0) antes de seu descarte apropriado na pia em água corrente abundante, com solução alcalina, como hidróxido de sódio comercial e utilizando um indicador ácido-base sintético, como a fenolftaleína. É altamente recomendável que este procedimento seja realizado em capela de exaustão química;

✓ Não é indicada a imersão dos materiais em soluções ácidas por períodos demasiadamente prolongados, uma vez que podem ocorrer desgastes nos registros de marcas e graduações originais dos frascos;

✓ Não proceder à secagem dos materiais utilizando tecidos, algodão, papel ou secador,

devido à provável aderência de seus resíduos nas superfícies internas e com isso influenciar os resultados das medições;

✓ Os materiais descontaminados e secos devem ser vedados com filme plástico e armazenados em locais limpos e protegidos da poeira ou material particulado antes do seu uso;

✓ O laboratório deve manter rotina de limpeza de pisos, paredes, bancadas, armários e equipamentos para evitar contaminação ambiental.

Para garantir a qualidade dos procedimentos analíticos e a confiabilidade dos resultados emitidos pelo laboratório, a comprovação da eficácia do processo de descontaminação química poderá ser avaliada criticamente por meio do monitoramento de análises químicas. Estas análises podem ser realizadas periodicamente, em amostras dos banhos de ácidos e/ou nos materiais de laboratório após a etapa final da descontaminação ácida, onde a partir da quantificação dos analitos de interesse será possível avaliar os níveis de contaminantes residuais presentes. O monitoramento da validade dos resultados pode ser realizado pelo uso de ferramentas estatísticas observando o cumprimento de critérios mínimos de valores de aceitação estabelecidos previamente por cada laboratório e que não afetarão a confiabilidade dos resultados dos ensaios efetuados. A demonstração do monitoramento da qualidade da descontaminação poderá ser executada, por exemplo, por meio da elaboração e implementação de carta controle que evidenciará a frequência da necessidade de substituição dos banhos utilizados no procedimento de descontaminação.

Apesar de tratar-se de uma técnica simples de baixo custo e que permite a descontaminação de vários frascos simultaneamente, destaca-se que os laboratórios que realizam análises de determinação de elementos inorgânicos em baixas concentrações devem avaliar e estabelecer procedimentos específicos para a descontaminação de materiais manuseados, de acordo com seu escopo de atuação. Para esta finalidade, deve-se levar em consideração a rotina diária, as possibilidades de contaminação, incluindo a escolha dos materiais em vidro ou poliméricos. É desejável que se

execute controle de qualidade que seja capaz de identificar, estimar e minimizar possíveis erros provenientes do processo de descontaminação, e que podem afetar o resultado das análises, indicando a necessidade de tomada de ações preventivas e corretivas para a melhoria dos protocolos.

REFERÊNCIAS

1. Krug FJ, Rocha FRP. Métodos de preparo de amostras para análise elementar. 2ª edição. Editora *EditSBQ*, 2019. 590 p.
2. Xing G, Sardar MR, Lin B, Lin J-M. Analysis of trace metals in water samples using NOBIAS chelate resins by HPLC and ICP-MS. *Talanta*. 2019;204:50-6. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2019.05.041>
3. Mohamed F, Guillaume D, Abdulwali A, Al-Hadram K, Maqtari MAA. ICP-OES assisted determination of the metal content of some fruit juices from Yemen's Market. *Heliyon*. 2020;6(9):e04908. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2020.e04908>
4. García-Mesa JC, Leal PM, Guerrero MML, Alonso EIV. Simultaneous determination of noble metals, Sb and Hg by magnetic solid phase extraction on line ICP OES based on a new functionalized magnetic graphene oxide. *Microchem J*. 2019;150:104141. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2019.104141>
5. Altunay N, Elik A, Gürkan R. Monitoring of some trace metals in honeys by flame atomic absorption spectrometry after ultrasound assisted-dispersive liquid liquid microextraction using natural deep eutectic solvent. *Microchem J*. 2019;147:49-59. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2019.03.003>
6. Luna D, Miranda M, Minervino AHH, Piñeiro V, Herrero-Latorre C, López-Alonso M. Validation of a simple sample preparation method for multielement analysis of bovine serum. *PloS One*. 2019;14(2):1-10. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0211859>
7. Pedron T, Oliveira GSP, Paniz FP, Souza

FMS, Masuda HP, Santos MC, et al. Determination of chemical elements in rice from Singapore markets: Distribution, estimated intake and differentiation of rice varieties. *J Food Compost. Anal.* 2021; 101:103969. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2021.103969>

8. Baird RB, Eaton AD, Rice EW. Standard methods for the examination of water and wastewater. 23rd Ed., American Public Health Association, American Works Water Association, Water Environment Federation,

Washington, DC; 2017.

9. Long SE, Martin TD, Martin ER. Method 200.8 Determination of trace elements in waters and waste by inductively coupled plasma-mass spectrometry. Creed JT, Brockhoff CA, Martin TD. Revision 5.4; 1994. [acesso 2022 Mar 25]. Disponível em: [https://yosemite.epa.gov/oa/eab_web_docket.nsf/Attachments%20By%20ntFilingId/482881CDAF52A73985257D55005D9BEB/\\$FILE/EPA%20Method%20200.8%20\(00608866xB76D6\).pdf](https://yosemite.epa.gov/oa/eab_web_docket.nsf/Attachments%20By%20ntFilingId/482881CDAF52A73985257D55005D9BEB/$FILE/EPA%20Method%20200.8%20(00608866xB76D6).pdf)