

 <small>instituto estadual do ambiente</small>	<b>MÉTODO DE ENSAIO</b> <b>DETERMINAÇÃO DE ÂNIONS POR CROMATOGRAFIA DE ÍONS (FLUORETO, CLORETO, NITRITO, BROMETO, NITRATO, ORTOFOSFATO E SULFATO)</b>
--	--

## 1 OBJETIVO

Estabelecer a metodologia utilizada no Serviço de Análises Químicas (SERVAQ) para a determinação sequencial dos ânions fluoreto, cloreto, nitrito, brometo, nitrato, ortofosfato e sulfato por cromatografia de íons com supressão química, em amostras de águas diversas, definindo seu controle de qualidade e a forma de registro dos resultados obtidos.

## 2 CAMPO DE APLICAÇÃO e vigência

2.1 A determinação sequencial de ânions por cromatografia de íons se aplica a amostras de águas brutas e tratadas e efluentes resultantes de tratamento que contenham baixa concentração de matéria orgânica.

2.2 As concentrações mínimas que podem ser determinadas variam para cada um dos íons analisados e podem chegar até 0,01 mg/L. A concentração máxima total de ânions não deve exceder 1000 mg/L, mas concentrações maiores poder ser analisadas através de diluições adequadas das amostras.

2.3 Este método é recomendado para uso somente por analistas com experiência na utilização de cromatografia iônica e na interpretação dos cromatogramas resultantes ou sob a supervisão de tais analistas.

2.4 Este documento passa a vigorar à partir da data da sua aprovação.

## 3 TERMOS E Definições

TERMO / SIGLA	DEFINIÇÃO
Amostra Fortificada	Alíquota extra de amostra a qual se adicionam concentrações conhecidas dos padrões dos analitos de interesse. Utilizada para avaliar o efeito de interferência da matriz das amostras na exatidão e recuperação do método. Para permitir avaliar o efeito de interferência da matriz nos resultados obtidos, as concentrações adicionadas e os padrões utilizados devem ser os mesmos do Branco Fortificado. A Amostra Fortificada deve passar por todos os processos que a amostra comum passa antes da análise.
Branco do Método	Água purificada grau 1 (água ultrapura obtida por osmose reversa, seguida por filtração em membrana com poros de 0,2µm) analisada em lugar da amostra. Utilizado para verificar a ausência de contaminação pelos analitos de interesse nos reagentes, na água purificada e no processo de análise e sua contribuição para o erro do resultado.
Branco Fortificado	Água purificada grau 1 (água ultrapura obtida por osmose reversa, seguida por filtração em membrana com poros de 0,2µm) adicionada de concentrações conhecidas dos mesmos padrões dos analitos de interesse utilizados para execução da curva de calibração. Pode ser considerado como uma <i>amostra de controle do laboratório</i> . Utilizado para verificar a exatidão e a recuperação do método sem efeito de interferência da matriz das amostras.
Coluna	Coluna recheada com uma resina de troca iônica adequada para separar os ânions de interesse em função de suas características de retenção antes de sua detecção.
Cromatografia de Íons	Uma forma de cromatografia líquida na qual os constituintes iônicos são separados por troca iônica, seguida por uma detecção das espécies iônicas de interesse através de meios adequados.

Código:	Data de aprovação:	Revisão:	Paginação:
ME-INEA-GERLAB-635	13/12/2024	03	1 de 10

TERMO / SIGLA	DEFINIÇÃO
Eluente	Fase móvel iônica usada para transportar as amostras através do sistema de cromatografia.
MRC	Material de Referência Certificado. Material suficientemente homogêneo e estável com respeito a uma ou mais propriedades especificadas que foi estabelecido como sendo adequado para seu uso pretendido em um processo de medição e cujas propriedades especificadas foram caracterizadas por um procedimento metrologicamente válido. Vem acompanhado de um certificado que fornece o valor das propriedades especificadas, a incerteza associada e uma declaração de rastreabilidade metrológica.
SERVAQ	Serviço de análises químicas.
Padrão de Verificação Inicial	Solução Padrão contendo os analitos de interesse em uma concentração igual ao ponto médio da curva de calibração. Os padrões utilizados para preparo do Padrão de Verificação Inicial devem ser diferentes dos utilizados para o preparo da curva de calibração. Utilizado para fazer uma verificação inicial diária da exatidão da curva de calibração utilizada.
Supressão Química	Redução da resposta do detector aos constituintes iônicos do eluente e, ao mesmo tempo, pelo aumento na resposta do detector para os íons de interesse. É obtida por reação química que substitui os cátions pelo íon hidrogênio, convertendo assim os ânions presentes na amostra em seus ácidos correspondentes e diminuindo a condutividade de fundo produzida pelo eluente a um nível baixo ou desprezível.

#### 4 REFERÊNCIAS

*Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.* Rodger B. Baird, Andrew D. Eaton, Eugene W. Rice. Eds. 24<sup>a</sup> ed., EUA. 2022;

INMETRO – Avaliação de Dados da Medição: Guia para Expressão da Incerteza de Medição – GUM 2008. 1<sup>a</sup> ed., Rio de Janeiro, 2012;

ABNT NBR 5891: Regras de arredondamento na numeração decimal. Rio de Janeiro, 2014;  
 NBR 9898 – Preservação e Técnicas de Amostragem de Efluentes Líquidos e Corpos Receptores. Rio de Janeiro: ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas), 1987;

Method ASTM D 4327 – 17. Standard Test Method for Anions in Water by Suppressed Ion Chromatography. EUA, 2017;

DOQ-CGCRC-022, Orientações para aplicação dos requisitos técnicos da ABNT NBR ISO/IEC 17025 na acreditação de laboratórios de calibração para o grupo de serviço de físico-química. Rev. 03 – JUL / 2019;

NIT-DICLA-021, Expressão da incerteza de medição por laboratórios de calibração. Rev 10 -. JUL/2020;

DOQ-CGCRC-08 - Orientação sobre validação de métodos analíticos. Rev. 09 – JUN / 2020;

POP-INEA-GERLAB-204 – Garantia da Qualidade dos Resultados;

POP-INEA-GERLAB-205 – Validação de Métodos de Ensaios;

POP-INEA-GERLAB-601 – Medidas Gerais de Segurança e Prevenção de Acidentes;

Código: ME-INEA-GERLAB-635	Data de aprovação: 13/12/2024	Revisão: 03	Paginação: 2 de 10
-------------------------------	----------------------------------	----------------	-----------------------

POP-INEA-GERLAB-602 – Preparo, Identificação e Controle de Soluções e Reagentes;

POP-INEA-GERLAB-604 – Limpeza e Descontaminação de Vidraria e Materiais Diversos de Laboratórios;

POP-INEA-GERLAB-634 - INSTRUÇÃO DE OPERAÇÃO DO CROMATÓGRAFO DE ÍONS MARCA METROHM, MODELO 850;

POP-INEA-GERLAB-635 – Incerteza de Medição Labwin UNC;

POP-INEA-GERLAB-800 – Água reagente.

## 5 Responsabilidades gerais

FUNÇÃO	RESPONSABILIDADE
SERVAQ	A análise crítica deste documento é de responsabilidade do SERVAQ.
	A execução dos procedimentos descritos é de responsabilidade dos técnicos e analistas do SERVAQ.

## 6 PROCEDIMENTOS

### 6.1 Aspectos de segurança

6.1.1 Observar rigorosamente o estabelecido no POP-INEA-GERLAB-601.

6.1.2 Na análise de amostras de esgotos, despejos industriais ou águas contaminadas, somente manipular as mesmas utilizando luvas.

6.1.3 Caso as amostras apresentem odor forte ou contaminação por produtos voláteis usar máscaras durante o ensaio e/ou manipular as mesmas em capela.

### 6.2 Equipamentos e materiais

6.2.1 Cromatógrafo de íons – sistema completo de cromatografia de íons composto por reservatórios e bombas para eluentes, pré-colunas e colunas de separação, válvulas e “loops” de injeção, sistema de supressão de íons, detectores de condutividade e por ultravioleta, sistema eletrônico de gerenciamento e aquisição de dados, sistema automático de amostragem e injeção, sistema automático de diluição.

6.2.2 Frascos cônicos (“vials”) para amostras, capacidade aproximada de 12 mL, adequados para utilização no sistema automático de amostragem e injeção.

6.2.3 Balões volumétricos de 50 mL, 100 mL, 1.000 mL e 2.000 mL.

6.2.4 Micropipetas de volumes variáveis cobrindo a faixa entre 1 microlitro e 5.000 microlitros.

6.2.5 Pipetas graduadas de 5 mL e 10 mL.

6.2.6 Bécheres de 10, 50 mL ou 100 mL.

6.2.7 Seringa descartável com capacidade de 10 mL.

6.2.8 Membrana de fluoreto de polivinilideno (PVDF) ou equivalente, em unidade filtrante pronta para uso com seringa (“filtro seringa”).

### 6.3 Reagentes, soluções e padrões

6.3.1 Padrões de todos os ânions a serem determinados em concentrações de 1.000 mg/L – Utilizar solução comercial de Padrão ou Material de Referência Certificado (MRC), produzido e certificado de acordo com as normas ABNT NBR ISO 17034 e ABNT NBR ISO/IEC 17025.

6.3.2 Eluente para ânions e oxi-haletos (C.I.) – carbonato de sódio 0,0036 mol/L.

6.3.3 Solução de supressão de ânions e glifosato – ácido sulfúrico 0,5 mol/L.

6.3.4 Água purificada grau 1 (água ultrapura obtida por osmose reversa, seguida por filtração em membrana com poros de 0,2µm).

**Nota:** Preparar os reagentes e soluções conforme as instruções do POP-INEA-GERLAB-602.

### 6.4 Metodologia do ensaio

#### 6.4.1 Princípio do Método

Uma alíquota de amostra é injetada no cromatógrafo de íons por um sistema automatizado. A amostra é bombeada através de uma pré-coluna, uma coluna de separação e um dispositivo supressor de íons para um detector de condutividade e um detector por ultravioleta. A coluna de separação e a pré-coluna são recheadas com uma resina de troca iônica de baixa capacidade. Os íons contidos na amostra são, então, separados com base na sua afinidade com os sítios de troca da resina contida na coluna. O dispositivo supressor contém uma membrana de base com uma resina trocadora de cátions que é continuamente regenerada por um fluxo de ácido sulfúrico diluído. Os ânions separados pela coluna são medidos na sua forma ácida usando uma célula de condutividade elétrica e/ou uma célula de absorbância no ultravioleta. Os ânions são identificados com base em seus tempos de retenção em comparação com padrões conhecidos. A quantificação é realizada por medição da área do pico produzido por cada ânion em comparação com uma curva de calibração produzida a partir de padrões com concentrações conhecidas.

#### 6.4.2 Interferências

6.4.2.1 Quaisquer espécies com um tempo de retenção similar àquela do ânion desejado irá interferir.

6.4.2.2 Grandes quantidades de íons que eluem próximo do ânion de interesse também irão provocar interferência por encobrir o pico do ânion de interesse. A separação pode ser melhorada ajustando a concentração e/ou a taxa de fluxo do eluente. A diluição amostra e/ou o uso do método da adição de padrão também podem ser usadas.

6.4.2.3 Altos níveis de ácidos orgânicos e matéria orgânica em geral presentes em resíduos industriais podem interferir com a análise dos ânions inorgânicos e também provocar problemas nas pré-colunas e colunas.

6.4.2.4 Amostras que contenham partículas maiores que 0,45 µm e eluentes e/ou soluções de reagentes contendo partículas maiores que 0,22 µm podem provocar danos nas colunas e pré-colunas e sistemas de bombeamento. Esta interferência é geralmente eliminada pela filtração prévia de amostras e utilização de água purificada grau 1.

6.4.2.5 Acetato, formiato, e outras espécies monovalentes de ácidos orgânicos eluem no início da corrida cromatográfica e podem interferir na determinação de fluoreto. Os tempos de retenção dos ânions podem diferir do usual quando grandes quantidades de acetato estão presentes. Portanto, este método não é recomendado para lixiviados de amostras sólidas nas quais o acetato é utilizado para ajuste do pH.

**6.4.3 Considerações gerais**

6.4.3.1 A determinação de ânions por cromatografia de íons deve ser efetuada o mais rápido possível após a entrada das amostras no SERVAQ. Caso a determinação não possa ser feita imediatamente, as amostras devem ser filtradas, mantidas em frascos bem fechados e refrigeradas em temperatura igual ou inferior a 6°C. Nestas condições as amostras podem ser preservadas por até 48 horas.

6.4.3.2 As amostras devem ser coletadas de acordo com procedimentos específicos do serviço de coleta e mantidas em frascos de vidro (borosilicato) ou de plástico (polietileno ou equivalente), sem adição de preservantes.

6.4.3.3 Deve ser seguida a instrução de operação referente ao modelo de cromatógrafo de íons utilizado na determinação (POP-INEA-GERLAB-634), além de eventuais as instruções contidas no Manual do Equipamento.

6.4.3.4 Para amostras de águas naturais ou tratadas, geralmente, não é necessário nenhum pré-tratamento das amostras além da filtração prévia (conforme o POP-INEA-GERLAB-625).

6.4.3.5 Para amostras de efluentes, algumas vezes além da filtração prévia é necessário fazer um pré-tratamento por destilação.

Obs.: No caso dos efluentes as amostras podem ser filtradas utilizando-se filtros-seringa com membrana de fluoreto de polivinilideno (PVDF) ou equivalente.

6.4.3.6 Preparar inicialmente uma curva de calibração composta de pelo menos quatro pontos com concentrações que abranjam a faixa desejada ou esperada nas amostras. Usar esta curva para calcular a concentração dos diferentes ânions nas amostras.

6.4.3.7 Certificar que na curva de calibração obtida haja linearidade dentro da faixa de interesse ( $r \geq 0,99$ ).

6.4.3.8 Deve-se executar uma verificação da curva de calibração cada vez que efetuar a análise da(s) amostra(s), utilizando um padrão de verificação com concentração igual ao ponto médio da curva, conforme estabelecido em 5.6.3.

6.4.3.9 Os valores obtidos na verificação da curva de calibração não podem diferir em mais de 10% do valor original da concentração para o ponto médio da curva. Caso os desvios sejam maiores, não utilizar a curva existente e preparar uma nova curva de calibração.

6.4.3.10 Executar sempre um branco do método junto com o ensaio das amostras, utilizando água purificada grau 1 (água ultrapura obtida por osmose reversa, seguida por filtração em membrana com poros de  $0,2\mu\text{m}$ ) em lugar da amostra.

**6.4.4 Preparação da curva de calibração****6.4.4.1 Curva de calibração de baixa (0,01 – 1,0 mg/L)**

6.4.4.1.1 Tomar exatamente uma alíquota de  $50,0 \mu\text{L}^*$  do(s) padrão(ões) do(s) ânion(s) de interesse em concentração de 1000 mg/L e transferir para balão volumétrico de 50,0 mL.

\* Salvo quando o certificado de análise do padrão MRC apresentar outra instrução para assegurar a homogeneidade da solução.

6.4.4.1.2 Completar o volume do balão com água purificada grau 1 e homogeneizar bem.

6.4.4.1.3 Utilizando esta solução (1,0 mL = 1 mg de cada ânion), programar a diluição automática do equipamento para preparar padrões nas concentrações especificadas conforme indicado na tabela a seguir.

Concentração de padrão	Fator de diluição a ser inserido no programa de diluição
1,00 mg/L	1
0,500 mg/L	2
0,250 mg/L	4
0,100 mg/L	10
0,025 mg/L	40
0,010 mg/L	100

6.4.4.1.4 Transferir cerca de a solução de padrão preparada anteriormente em vials utilizados no amostrador automático do equipamento e colocar no carrossel do amostrador.

6.4.4.1.5 Programar o equipamento para executar a determinação de um branco e de cada uma das concentrações de padrão de cada ânion.

6.4.4.1.6 Ao final das determinações o programa de controle do equipamento irá traçar automaticamente uma curva de calibração de *concentração nominal X área [(mAU) x min.]*, para cada ânion.

6.4.4.2 Curva de calibração de alta (1,0 – 30 mg/L)

6.4.4.2.1 Tomar exatamente uma alíquota de 1,5 mL do(s) padrão(ões) do(s) ânion(s) de interesse em concentração de 1000 mg/L e transferir para balão volumétrico de 50,0 mL.

**Nota:** Salvo quando o certificado de análise do padrão MRC apresentar outra instrução para assegurar a homogeneidade da solução.

6.4.4.2.2 Completar o volume do balão com água purificada grau 1 e homogeneizar bem.

6.4.4.2.3 Utilizando esta solução (1,0 mL = 1 mg de cada ânion), programar a diluição automática do equipamento para preparar padrões nas concentrações especificadas conforme indicado na tabela a seguir.

Concentração de padrão	Fator de diluição a ser inserido no programa de diluição
30 mg/L	1
20 mg/L	1,5
15 mg/L	2
10 mg/L	3
5,0 mg/L	6
1,0 mg/L	30

6.4.4.2.4 Transferir cerca de a solução de padrão preparada anteriormente em vials utilizados no amostrador automático do equipamento e colocar no carrossel do amostrador.

6.4.4.2.5 Programar o equipamento para executar a determinação de um branco e de cada uma das concentrações de padrão de cada ânion.

6.4.4.2.6 Ao final das determinações o programa de controle do equipamento irá traçar automaticamente uma curva de calibração de *concentração nominal X área [(mAU) x min.]*, para cada ânion.

6.4.5 Determinação de ânions (fluoreto, cloreto, nitrito, brometo, nitrato, ortofosfato e sulfato) na amostra

6.4.5.1 Acompanhar os ensaios das amostras, quando aplicável, com os controles estabelecidos nos itens 5.6.

6.4.5.2 Configurar o cromatógrafo de íons e programar as análises a serem executadas de acordo com o POP-INEA-GERLAB-634 de instrução de uso do equipamento ou conforme as instruções do fabricante.

6.4.5.3 Verificar se existe quantidade suficiente de solução de supressão, solução de lavagem, eluente e água purificada para limpeza do sistema. Se necessário, preparar e encher os respectivos frascos com as soluções necessárias.

6.4.5.4 Verificar se os galões coletores de rejeitos do equipamento estão vazios ou se tem espaço suficiente para receber todo volume de rejeitos das análises a serem executadas. Se necessário retirar os galões, esvaziar e recolocar no seu local.

6.4.5.5 Iniciar a estabilização do sistema que é feita através do bombeamento do eluente, das soluções de supressão, solução de lavagem e do aquecimento da coluna.

6.4.5.6 Encher os vials (aproximadamente 10 mL) utilizados no amostrador automático do equipamento com água purificada grau 1 (branco), solução de padrão de verificação e com cada uma das amostras a serem determinadas.

6.4.5.7 Colocar os vials no carrossel do amostrador automático e programar a posição de cada um na tabela de amostras.

6.4.5.8 Quando o programa de controle indicar que a temperatura da coluna está estabilizada e se obtiver um linha de base estável, iniciar a injeção automática das amostras.

6.4.5.9 O equipamento iniciará a injeção e determinação do branco, dos controles de verificação e das amostras, gerando os respectivos cromatogramas e executando os cálculos de concentração para cada ânion automaticamente.

6.4.5.10 Executar quaisquer cálculos necessários e expressar os resultados conforme estabelecido no item 5.7.

## 6.5 Validação

6.5.1 De acordo com os critérios definidos no POP-INEA-GERLAB-205 – Validação de Métodos de Ensaios, o referido método não necessita de validação, pois segue método normalizado definido pelo *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 24<sup>a</sup> ed., 2022, EPA Method 9056A, Revision 1, 2007 e ASTM Method D 4327 – 17, EUA. 2017.

6.5.2 Alguns parâmetros (limite de detecção do método, limite de quantificação, recuperação e precisão) foram estudados para demonstrar que laboratório opera o método de maneira adequada. Estes estudos de verificação foram realizados com o auxílio de padrões certificados (MRC) dos ânions de interesse.

### 6.5.3 Limite de quantificação e detecção

O limite de quantificação foi estipulado através da curva de calibração, com base na percepção da concentração do analito. Adotou-se um número mínimo de 06 replicatas da concentração mais baixa da curva analítica e avaliou-se a concentração do LQ tem precisão e recuperação aceitáveis (90-110%). O LD foi determinado a partir do LQ, por meio da equação LD = LQ/3,3 (DOQ-CGCRE-008 Revisão 09).

6.5.4 Os resultados encontram-se declarados nos relatórios de validação emitidos pelo módulo de Validação do LABWIN.

Código: ME-INEA-GERLAB-635	Data de aprovação: 13/12/2024	Revisão: 03	Paginação: 7 de 10
-------------------------------	----------------------------------	----------------	-----------------------

## 6.6 Controle de qualidade e critérios de aceitação dos resultados

6.6.1 Conforme POP-INEA-GERLAB-204 – Controle da Qualidade dos Resultados, abaixo algumas das opções dos critérios que poderão ser utilizados para verificação dos dados e resultados de análise e o consequente controle da qualidade dos resultados analíticos deste método.

6.6.2 Verificar a ausência de contaminação dos reagentes, da água purificada utilizada e do processo de análise através da análise inicial de um branco do método. Os resultados obtidos no branco do método para cada analito de interesse devem estar em níveis de concentração que não interfiram com as determinações dos analitos nas amostras (em geral menores que o limite de quantificação do método). Caso os resultados obtidos sejam em concentrações que interfiram nas determinações dos analitos nas amostras, todos os reagentes (eluente, soluções de supressão e de lavagem) e a água de limpeza do sistema devem ser descartados e preparados novamente.

6.6.3 Verificar a curva de calibração inicialmente antes de analisar as amostras utilizando um padrão de verificação inicial com concentração igual ao ponto médio da curva, a cada batelada. Os valores obtidos devem estar entre: 75-125% (curva de baixa) e 90-110% (curva de alta) do valor nominal da concentração de cada analito (SMEWW 4110 B - . 24<sup>a</sup> Ed). Caso os valores obtidos fiquem fora do limite estabelecido, avaliar e corrigir possíveis erros e em seguida repetir a verificação. Se a repetição da verificação atender aos limites, continuar as determinações, caso contrário, refazer a curva de calibração. Lançar os valores do padrão de verificação em uma Carta de Controle de Média de padrão de verificação inicial para avaliação da exatidão da curva de calibração.

6.6.4 Executar a análise de um branco fortificado quando necessária a verificação da exatidão e da recuperação do método sem interferência da matriz das amostras. Fortificar o branco com uma concentração de padrão de cada analito de interesse igual ao ponto médio da curva de calibração. Os valores do branco fortificado devem ser lançados em uma Carta de Controle de Média de branco fortificado para avaliação da exatidão. A recuperação percentual calculada para o branco fortificado deve estar entre 75-125% (curva de baixa) e 90-110% (curva de alta) do valor nominal de cada analito adicionado ao branco (SMEWW 4110 B - . 24<sup>a</sup> Ed).

6.6.5 Executar a análise de uma amostra fortificada quando necessária a verificação da exatidão e da recuperação da análise sob a influência da matriz das amostras. Fortificar a amostra com uma concentração de padrão de cada analito de interesse igual ao ponto médio da curva de calibração. Calcular a recuperação percentual para amostra fortificada que deve estar entre 75-125% (curva de baixa) e 90-110% (curva de alta) do valor nominal de cada analito adicionado a amostra (SMEWW 4110 B - . 24<sup>a</sup> Ed). Os valores da amostra fortificada devem ser lançados em uma Cartas de Controle de Média de amostra fortificada para avaliação da exatidão sob efeito da matriz.

6.6.6 Executar a análise de uma amostra em duplicata a cada batelada para determinar a precisão do método. Os valores individuais de cada amostra devem estar situados dentro de uma faixa de 75-125% (curva de baixa) e 90-110% (curva de alta) do valor médio encontrado na determinação (SMEWW 4110 B - . 24<sup>a</sup> Ed). Se o valor obtido nas amostras ficar fora do limite estabelecido, isto pode indicar problemas com o sistema de análise e/ou influência de efeito da matriz das amostras. Avaliar e corrigir estes possíveis problemas e em seguida repetir as análises. Se a repetição das análises atender aos limites, continuar as determinações, caso contrário, indicar este fato junto com os resultados das amostras daquela batelada. Os valores das duplicatas das amostras devem ser lançados em uma Carta de Controle de Amplitude de duplicata de amostras para avaliação da precisão do método.

**Nota:** Considerar como batelada uma quantidade de até 20 amostras analisadas nas mesmas condições, em um mesmo dia e utilizando os mesmos reagentes. Quando ocorrer o recebimento de menos de 20 amostras no dia fazer pelo menos um de cada controle e uma duplicata em uma das amostras recebidas. O mesmo critério deverá ser adotado para um número maior de vinte amostras e menor que seus múltiplos.

## 7 CÁLCULOS E EXPRESSÃO DOS RESULTADOS

- 7.1 Registrar os valores das concentrações calculadas para cada ânion nas amostras. No caso de nitrito, nitrato e ortofosfato, registrar os respectivos resultados como nitrogênio-nitrito (N-nitrito), nitrogênio-nitrato (N-nitrato) e fósforo-ortofosfato (P-ortofosfato), conforme calculados pelo programa de controle do equipamento.
- 7.2 Expressar os resultados finais como o ânion de interesse em mg/L, conforme as tabelas a seguir e, se necessário, adotando o critério de arredondamento especificado pela Norma ABNT NBR 5891:

Faixa de concentração encontrada para cada ânion (mg/L)	Expressar o resultado
<b>Fluoreto, Nitrato, Brometo, Nitrito, Ortofosfato</b>	
Menor que 0,01	< 0,01 mg/L
0,01 ≤ X < 1,00	2 algarismos após a vírgula
1,0 ≤ X < 10,0	1 algarismo após a vírgula
X ≥ 10	Números inteiros
<b>Cloreto e Sulfato</b>	
Menor que 1,0	< 1,0 mg/L
Igual ou maior que 1	Números inteiros

- 7.3 Caso esteja disponível no laboratório um sistema informatizado para lançamento dos dados (por exemplo, o LabWin), os valores obtidos nas análises e, se necessário, os fatores de diluição das amostras devem ser lançados no sistema para que ele execute quaisquer cálculos e expresse os resultados diretamente, conforme os critérios estabelecidos.
- 7.4 O método de cálculo de incerteza da determinação de ânions por cromatografia de íons adotado segue uma avaliação de incerteza do tipo A isto é, segue uma metodologia de avaliação de incerteza pela análise estatística de séries de observações.
- 7.5 A Estimativa da Incerteza de Medição é realizada de acordo com os critérios definidos no POP-INEA-GERLAB-635 – Incerteza de Medição Labwin UNC. A incerteza estimada da medição será incluída no relatório de ensaio, somente quando ela for relevante para a validade ou aplicação dos resultados de ensaios, quando requerida pelo cliente ou quando afetar a conformidade com um limite especificado.

## 8 REGISTROS

- FRM-ME-635-01: Memória de Análises e Cálculos SERVAQ – Ânions – Cromatografia de Íons;
- FRM-POP-634-02: Registro de execução de curva de calibração do SERVAQ;
- FRM-POP-602-03: Registro de preparo de soluções e reagentes estoque SERVAQ.

**9 ANEXOS**

Não aplicável

**10 HISTÓRICO DA última REVISÃO**

Atualização para adequação ao POP-INEA-GERLAB-104, NOI-INEA-01-R1 e *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 24<sup>a</sup> ed., EUA, 2022.

Código: ME-INEA-GERLAB-635	Data de aprovação: 13/12/2024	Revisão: 03	Paginação: 10 de 10
-------------------------------	----------------------------------	----------------	------------------------