

Determinação de baixo custo de ânions em água de rede pública

Autores: Hua Yang e Jeffrey Rohrer
Thermo Fisher Scientific,
Sunnyvale, CA, EUA

Palavras-chave: Easion, U.S. EPA
300.1, coluna Dionex IonPac 22,
Amostrador Automático AS-DV

Introdução

A cromatografia iônica (IC) é uma técnica bem aceita para o monitoramento de ânions inorgânicos na água, inclusive água subterrânea, potável e residual. Nos Estados Unidos, a qualidade da água é regulada pela Lei Federal sobre Água Potável dos EUA (SDWA) e pela Lei da Água Limpa (CWA), sendo aplicadas pela Agência de Proteção Ambiental dos EUA (U.S. EPA).¹ Os métodos de IC foram aprovados pela EPA quanto ao cumprimento do monitoramento de ânions inorgânicos em água potável desde os anos 80 e pela U.S. EPA Method 300.1 que passou a ser U.S. EPA Method 300 em 1997.² Diversos métodos de CI para a realização da análise de água foram aprovados nas notas de aplicação do Thermo Scientific™ Dionex™ usando colunas de quociente de vazão com padrão ou microbore com eluentes de carbono/bicarbonato e hidróxido.³

O presente trabalho demonstra a determinação de ânions inorgânicos na água potável por meio de IC usando o conjunto de colunas Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS22 no sistema de Cromatografia Iônica Thermo Scientific™ Dionex™ Easion™ no modo Regeneração Química para Deslocamento (DCR). A figura 1 mostra o diagrama da configuração.



O sistema de IC Dionex Easion é um sistema integrado, de um canal e baixo custo projetado para aplicações isocráticas com detecção de condutividade suprimida. Acoplado ao Amostrador Automático Thermo Scientific™ Dionex™ AS-DV, ele oferece uma opção de baixo custo para a realização de análise de água rotineira.

Equipamentos e consumíveis

- Sistema de IC Dionex Easion
- Amostrador Automático Dionex AS-DV
- Estação de trabalho de cromatografia Thermo Scientific™ Dionex™ Chromeleon™ 7.2.10 MuA

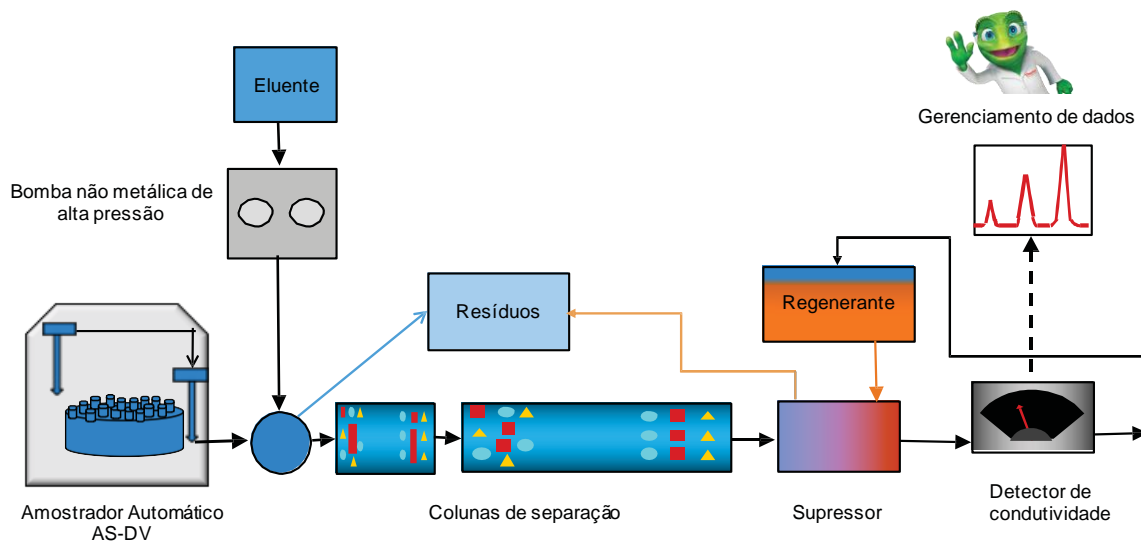


Figura 1. Ilustração do sistema de IC no modo DCR.

Tabela 1. Consumíveis

Nome do Produto	Nº da peça
Kit de instalação Thermo Scientific™ Dionex™ DCR para coluna de 4 mm	056884
Supressor de Ânions Regenerado Quimicamente (4 mm) Thermo Scientific™ Dionex™ ACRS 500	085090
Coluna de Proteção Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS22 (4 x 50 mm)	064139
Coluna Analítica Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS22 (4 x 250 mm)	064141
Reagentes de Regeneração Química para Deslocamento (DCR) Thermo Scientific™ Dionex™	057559
Concentrado de Eluente (100x) Thermo Scientific™ Dionex™ AS22	063965
Amostrador Automático Thermo Scientific™ Dionex™ AS-DV PoyVial (5mL) e tampa de filtração (20 µm), 250 unidades	038141

Experimental

Todos os reagentes (eluente, solução de regeneração e padrão) foram preparados com água desgaseificada e deionizada (DI) com resistência de 18 MΩ-cm ou melhor.

As soluções padrões de ânions individuais (1000 mg/L) foram preparadas dissolvendo sais de sódio ou potássio (grau de reagente A.C.S. ou melhor) na água DI.

As alíquotas desses padrões foram combinadas e diluídas com água DI na preparação de padrões de calibração mistas (Tabela 2).

Foi coletada uma amostra de água potável localmente. Não houve a necessidade de filtração devido ao uso de tampas de filtração nos frascos do amostrador automático Dionex AS-DV.

As condições cromatográficas estão listadas nas Figuras 2 e 3.

Tabela 2. Padrões de calibração (mg/L)

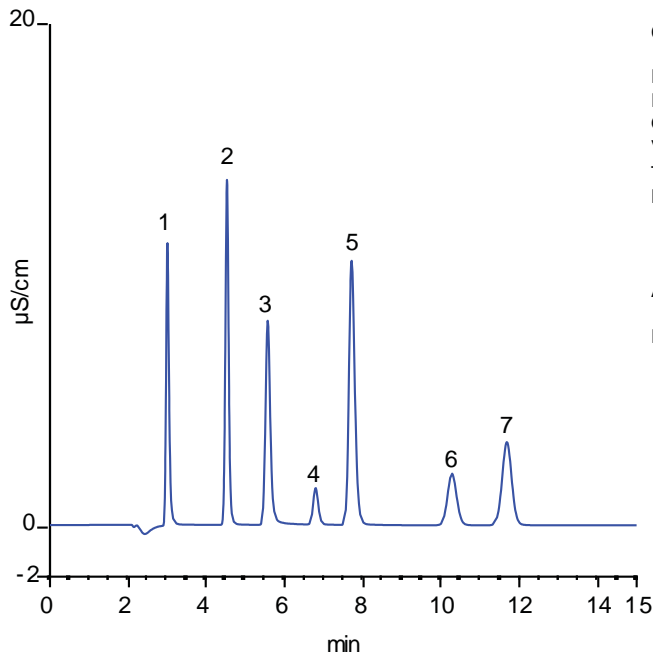
Nível	1	2	3	4	5	6	7	8
Fluoreto	0,1	1	5	10	20	-	-	-
Cloreto	0,2	2	10	20	40	50	100	200
Nitrito-N	0,1	1	5	10	20	-	-	-
Brometo	0,1	1	5	10	20	-	-	-
Nitrato-N	0,1	1	5	10	20	-	-	-
Fosfato-P	0,1	1	5	10	20	-	-	-
Sulfato	0,2	2	10	20	40	50	100	200

Resultados e discussão

A figura 2 mostra uma separação de ânions inorgânicos após usar a coluna Dionex IonPac AS22 por 15 min. Como mostra a figura, sete ânions inorgânicos foram bem resolvidos. A coluna Dionex IonPac AS22 pode ser usada para cumprir o monitoramento de ânions inorgânicos na água.

A figura 3 mostra a determinação de ânions inorgânicos em uma amostra de água potável. Entre os ânions comuns, o fluoreto, nitrato e nitrito são regulados com o Nível Máximo de Contaminante (MCL) para o fluoreto a 4 mg/L, nitrito a 1 mg/L e nitrato a 10 mg/L.

Os resultados revelam que a amostra de água potável contém cloreto (3,41 mg/L), sulfato (1,65 mg/L) com menos de 1 mg/L de fluoreto (0,57 mg), nitrito-N (0,04 mg/L), brometo (0,02 mg/L), nitrato-N (0,05 mg/L) e fosfato-P (0,01 mg/L), atendendo aos critérios de segurança.

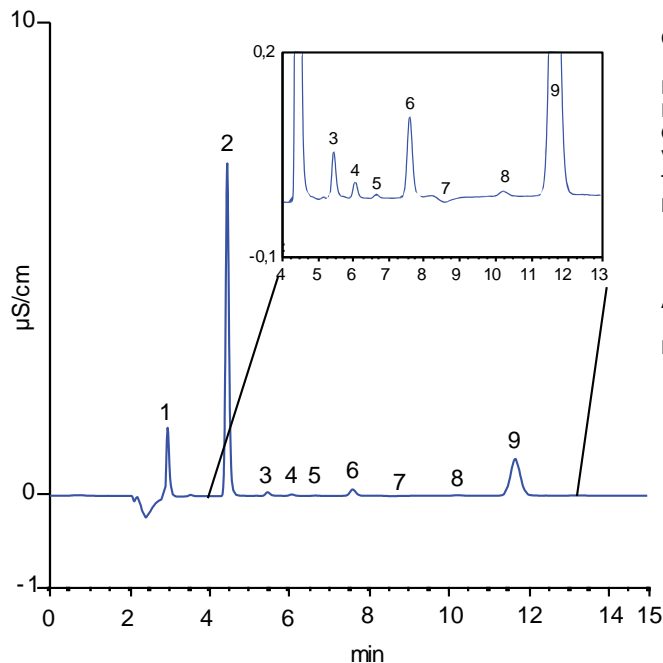


Colunas: Dionex IonPac AG22, 4 x 50 mm e Dionex IonPac AS22, 4 x 250 mm
 Eluente: 4,5 mM de Na_2CO_3 / 1,4 de mM NaHCO_3
 Regenerante: Ácido sulfúrico 50 mM
 Quociente de vazão: 1,2 mL/min
 Volume de inj.: 25,0 µL (alça Completa)
 Temp. da coluna: Ambiente
 Detecção: Condutividade suprimida, supressor (4 mm) Dionex ACRS 500, em modo DCR.

Amostra: Padrão de ânions misto

Picos:	min	mg/L
1 Fluoreto	3,0	5,0
2 Cloreto	4,5	10,0
3 Nitrito	5,6	5,0
4 Brometo	6,8	5,0
5 Nitrato	7,7	5,0
6 Fosfato	10,3	5,0
7 Sulfato	11,7	10,0

Figura 2. A separação dos ânions comuns usando a coluna Dionex IonPac AS22.



Colunas: Dionex IonPac AG22, 4 x 50 mm e Dionex IonPac AS22, 4 x 250 mm
 Eluente: 4,5 de mM Na_2CO_3 / 1,4 de mM NaHCO_3
 Regenerante: Ácido sulfúrico 50 mM
 Quociente de vazão: 1,2 mL/min
 Volume de inj.: 25,0 µL (alça Completa)
 Temp. da coluna: Ambiente
 Detecção: Condutividade suprimida, supressor (4 mm) Dionex ACRS 500, em modo DCR

Amostra: Uma amostra de água potável

Picos:	min	mg/L
1 Fluoreto	3,0	0,57
2 Cloreto	4,5	3,41
3 Nitrito	5,6	0,04
4 Desconhecido	6,1	n.a
5 Brometo	6,8	0,02
6 Nitrato	7,7	0,05
7 Carbonato	~8,5	n.a
8 Fosfato	10,3	0,01
9 Sulfato	11,7	1,65

Imagem 3. Análise de água potável usando a coluna Dionex IonPac AS22.

Linearidade e precisão

Tabela 3. Linearidade obtida usando a coluna Dionex IonPac AS22 com uma injeção de 25,0 µL

Analito	Intervalo (mg/L)	Coefficiente de determinação [*] (r ²)
Fluoreto	0,1-20	1,000
Cloreto	0,2-200	0,999
Nitrito-N	0,1-20	0,999
Brometo	0,1-20	1,000
Nitrato-N	0,1-20	0,997
Fosfato-P	0,1-100	0,998
Sulfato	0,2-200	0,999

* O tipo de calibração é linear e ignora a origem.

A tabela 3 mostra que as calibrações são lineares para os ânions inorgânicos com r² de 0,997 a 1.

Conclusão

O presente trabalho demonstra a determinação de ânions inorgânicos em uma amostra de água potável usando o sistema de IC Dionex Easion no modo DCR. O sistema de IC integrado Dionex Easion acoplado ao amostrador automático Dionex AS-DV oferece uma configuração de instrumentais simples e de baixo custo para a determinação rotineira de ânions inorgânicos em água potável.

Referências

1. Principais Regulamentos de Água Potável Nacionais <https://www.epa.gov/ground-water-and-drinking-water/national-primary-drinking-water-regulations> (Acessado em 27 de maio de 2020.)
2. Method 300.1. A Determinação de Ânions Inorgânicos na Água por Cromatografia Iônica; rev 1.0; USEPA, Departamento de Água: Cincinnati, OH, 1997. <https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-06/documents/epa-300.1.pdf> (Acessado em 27 de maio de 2020.)
3. Análise de ânions inorgânicos através da EPA 300.0 e 300.1 <https://www.thermofisher.com/us/en/home/industrial/environmental/environmental-learning-center/contaminant-analysis-information/anion-analysis/common-anions-analysis-epa-300-0-300-1.html> (Acessado em 27 de maio de 2020.)

Saiba mais em thermofisher.com/easion

ThermoFisher
SCIENTIFIC