

# Utilização de minicolumna de carbonato de prata para eliminação da interferência do cloreto na determinação de ânions por cromatografia de íons em amostras de águas e efluentes hipersalinos

Ricardo Erthal Santelli<sup>1</sup>\*(PQ), Dayana Ellen Ursula Silva de Siqueira<sup>1</sup> (IC), [santelli@geoq.uff.br](mailto:santelli@geoq.uff.br)

1 - Departamento de Geoquímica, Universidade Federal Fluminense, Outeiro São João Batista s/n, Centro, Niterói/RJ, 24020-150.

Palavras Chave: Cromatografia de íons, carbonato de prata, salinidade, cloreto, prata.

## Introdução

A cromatografia de íons (IC) engloba um conjunto de técnicas analíticas envolvendo a cromatografia líquida usada para separar e determinar espécies inorgânicas (cátions e ânions) e espécies orgânicas de baixa massa molecular como ácidos e bases orgânicas solúveis em água.<sup>1</sup> A análise de efluentes hipersalinos, ainda é um problema analítico a ser resolvido. O procedimento convencional recomenda a separação prévia do íon cloreto (componente majoritário) antes da introdução da amostra no cromatógrafo de íons para a separação dos outros ânions. Essa separação prévia é realizada pelo emprego de cartuchos comercializados pela Dionex Corporation, com custo elevado.

Pretende-se estudar neste trabalho, procedimentos alternativos, empregando uma coluna empacotada com  $\text{Ag}_2\text{CO}_3$  para viabilizar tal separação. Porém, como este procedimento exige um controle em relação ao  $\text{AgCl}$  coloidal, que é deslocado da minicolumna, e danifica a coluna analítica do IC, serão desenvolvidos alguns mecanismos necessários para retê-lo, antes de chegar a coluna analítica. Testar-se-ão resinas fortemente e fracamente ácidas, e suas eficiências serão avaliadas pela cromatografia de íons e por outras técnicas como a de ICP OES para a análise de amostras reais de alta salinidade.

## Resultados e Discussão

A minicolumna de  $\text{Ag}_2\text{CO}_3$  foi preparada com um tubo de Tygon de tamanho 4,5 cm, preenchida, após pesagem, com quantidades de carbonato de prata próximas (cerca de 150 mg). Em seguida, a mesma foi acoplada a uma bomba peristáltica, onde uma única lavagem com água ultra pura foi realizada. Amostras de água do mar foram percoladas sendo coletadas frações de 0,5 mL dos efluentes da minicolumna. As concentrações de cloreto e de prata foram determinadas pelas técnicas de titulação (argentimetria) e ICP OES, respectivamente.

Para isto, cada fração de 0,5 ml de efluente coletado, em 5,0 mL para a água ultra pura e em 20 porções diferentes para as amostras com salinidade igual a 35 ‰, foram diluídas para 5,0 mL. Em

seguida, a partir de 4,0 mL de efluente coletado, foi quantificada a prata por Espectrômetro de Emissão Óptica com fonte e plasma indutivamente acoplado (ICP OES), sequencial, com visão radial, da marca Jobin Yvon, modelo Ultima 2, equipado com amostrador automático modelo AS 421, software operacional: Analyst 5.4 com potência de operação do plasma: 1200W, gás do plasma: 12 L/min, sheat gas: 0,20 L/min e linha de emissão utilizada: 328,068 nm (Ag). E por titulação, pelo método de Mohr, a partir de 1,0 mL coletado, foi utilizado como titulante  $\text{AgNO}_3$  (0,096 mol/L) e 3 gotas de  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  5% como indicador para a determinação de cloreto a partir da mudança de cor de amarelo para vermelho marrom. Os resultados estão mostrados na Tabela 1.

**Tabela 1.** Determinação de prata e cloreto (médias) das frações coletadas de uma amostra salina após percolação pela minicolumna de carbonato de prata.

| Amostra         | Ag <sup>+</sup> | Cl <sup>-</sup> | Redução do teor de Cl <sup>-</sup> (%) |
|-----------------|-----------------|-----------------|----------------------------------------|
| Água ultra pura | 35              | -               | -                                      |
| Água do mar     | 0,5             | 30              | 99,8                                   |

\* valores em mg/L

## Conclusões

A partir da utilização de uma minicolumna contendo  $\text{Ag}_2\text{CO}_3$ , sendo este mais solúvel do que o  $\text{AgCl}$ , pode-se eliminar a maior parte do  $\text{Cl}^-$  das amostras salinas (> 99%), conforme mostrado na tabela 1. O resultado foi comprovado pela titulação do cloreto nos efluentes da coluna, propiciando a posterior análise cromatográfica dos outros ânions sem que haja interferência do cloreto. Porém, como este procedimento exige um controle em relação ao  $\text{AgCl}$  coloidal que é deslocado da minicolumna, encontra-se em desenvolvimento o pré-tratamento subsequente com coluna empacotada com resina fortemente ácida para reter a prata.

## Agradecimentos

CNPq, CAPES, FAPERJ.

<sup>1</sup> Weiss, J. Ion Chromatography, 2ª ed., VCH, 1995.