

Validação de método por cromatografia iônica para monitoramento de reatores utilizados no tratamento de águas residuárias

Carolina A. Sabatini⁽¹⁾ (PQ)*, Rachel B. Costa⁽¹⁾ (PG), Paulo C. F. L. Gomes⁽¹⁾ (PQ), Maria A. T. Adorno⁽¹⁾ (PQ)

(1) Departamento de Hidráulica e Saneamento – EESC; Universidade de São Paulo, Avenida João Dagnone, 1100 - Campus 2 da Usp (Bloco 4F)– São Carlos/SP

*casm@sc.usp.br

Palavras Chave: ânions, determinação de nutrientes, reatores biológicos.

Introdução

A legislação ambiental tem se tornado cada vez mais restritiva com relação aos padrões de qualidade dos corpos hídricos e de lançamento de efluentes tratados. Essa maior restrição legal justifica o desenvolvimento de métodos analíticos que permitam a análise de poluentes em amostras ambientais, posto que averiguam a conservação dos recursos hídricos e a eficácia dos processos de tratamento de águas residuárias que se se propõem a remover os referidos poluentes. Dentre esses poluentes destacam-se os nutrientes como nitrato, fosfato e sulfato.

Este trabalho apresenta validação de método para análise de ânions para análise de amostras de reatores biológicos que tratam diferentes tipos de águas residuárias. É digno de nota que o referido método é capaz de determinar fluoreto, cloreto, nitrito, brometo, nitrato, fosfato e sulfato, tendo sido baseado no Método 300.0, da Agência de Proteção Ambiental (EPA) dos E.U.A.⁽¹⁾. Foi utilizado equipamento Dionex ICS-5000 equipado com coluna Dionex ASRS 23 (4x50mm), supressora Dionex ASRS 300 (4mm) e detector de condutividade acoplado a módulo para injeção automática. A validação abrangeu os parâmetros de linearidade, limites de detecção e quantificação, precisão do método e instrumental⁽²⁾.

Resultados e Discussão

A Figura 1 apresenta um cromatograma típico obtido pelo método, enquanto a Tabela 1 mostra os coeficientes de variação (CV). Pela tabela, observa-se que os valores para CV estão abaixo dos 2% para todos os ânions, excetuando-se o fluoreto, cujo CV máximo foi de 3,0004%. Infere-se, assim, que a precisão do método está dentro dos limites adequados⁽²⁾.

O ensaio de precisão instrumental foi feito com dez injeções seguidas e forneceu CV (%) entre 0,4961% e 2,2821% em termos de área e entre 0,0351% e 0,1683 em termos de tempo de retenção.

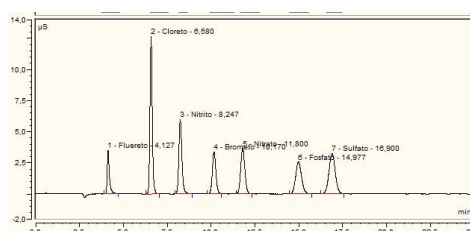


Figura 1: Cromatograma dos ânions.

Tabela 1: Coeficientes de Variação (%) do método

ânions	CV (%)					
	área			tempo de retenção		
	média	mínimo	máximo	média	mínimo	máximo
Fluoreto	1,1023	0,3873	3,004	0,052	0,042	0,073
Cloreto	1,1595	0,1707	2,387	0,027	0,000	0,053
Nitrito	0,5057	0,0926	0,969	0,028	0,021	0,049
Brometo	1,3230	0,0895	2,840	0,031	0,023	0,040
Nitrato	1,0917	0,1476	2,347	0,039	0,015	0,098
Fosfato	1,1962	0,3099	2,958	0,078	0,023	0,291
Sulfato	0,7314	0,4016	1,047	0,071	0,010	0,275

A Tabela 2 apresenta os limites de detecção para cada ânion analisado. Os coeficientes de correlação ficaram acima do 0,99 para os sete ânions analisados em triplicata.

Tabela 2: Limites de detecção e de quantificação

ânions	LD	LQ
	(mg.L ⁻¹)	(mg.L ⁻¹)
Fluoreto	0,12657	0,38353
Cloreto	0,54719	1,65816
Nitrito	0,28445	0,86196
Brometo	0,73117	2,21568
Nitrato	0,37207	1,12747
Fosfato	0,66103	2,00311
Sulfato	0,40122	1,21583

Conclusões

A aplicação do método apresentado é eficiente para análise de ânions em amostras de águas residuárias, sem necessidade de pré-tratamento.

Agradecimentos

FAPESP, CAPES e CNPq

¹ "The Determinations of Inorganic Anions in Water by Ion Chromatography"; U.S. Environmental Protection Agency Method 300.0; Cincinnati, Ohio, 1993.

² Ribani, M. et al. Validação em métodos cromatográficos e eletroforéticos. Química Nova, v. 27, n.5, 771-780, 2004.