

Mecanismos de troca iônica e modos mistos de retenção - Concentração de triazinas em amostra de água

Bibliografia:

E. M. Thurman and M. S. Mills, "Solid-Phase Extraction: Principles and Practice," In: J. D. Winefordner, Ed., Chemical Analysis, A Series of Monographs on Analytical and Its Applications, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, 1998, pp. 1-339.

Mary E. O'Donnell, Beata A. Musial, Stacey Lowery Bretz, Neil D. Danielson, Diep Ca, Investigating the Retention Mechanisms of Liquid Chromatography Using Solid Phase Extraction Cartridges. Journal of Chemical Education 86 (2009) 60 - 63

Objetivos

Extrair e pré-concentrar uma mistura de triazinas em amostra de água contendo ácido húmico através do método de extração em fase sólida e análise por cromatografia líquida de alta eficiência. Observar algumas extrações por troca iônica.

Instrumentação

1. Equipamento: HPLC Ultimate 3000 equipado com detector de UV-Vis;
2. Coluna de fase reversa C18, Phenomenex com 50 mm de comprimento por 4,6 mm de D.I. (diâmetro interno);
3. Cartucho de extração em fase sólida de fase reversa, Strata X AW, 200 mg / 3 mL (misto troca aniônica fraca e fase reversa); Sílica C18 (fase reversa) e SCX (troca catiônica forte)
4. Manifold de SPE.

Reagentes

1. Soluções de simazina, atrazina e propazina 20 mg/L
2. Acetonitrila grau HPLC;
3. Água deionizada;
4. Triazina, propazina e simazina.
5. Soluções de NaCl, KI, CuSO₄ e AgNO₃
6. Soluções de ácido fórmico 5% em MeOH, NH₄OH em MeOH e de NH₄OH em água.

Procedimento

1 – Determinação dos tempos de retenção - Injetar 10 µL das soluções de triazinas 100 µg/L no HPLC-UV usando eluição isocrática 60:40 (v v⁻¹) H₂O:ACN a 2mL/min e comprimento de onda de detecção de 215 nm.

2 – Com auxílio do manifold de SPE, condicionar o cartucho C18 com 1 mL de MeOH + 2 mL de água. Para o cartucho de Strata X fazer o condicionamento com MeOH (1mL), Ácido fórmico 5% (1 mL), água (2mL)

3 – Realizar o carregamento da amostra (20.0 mL de amostra contendo 10 µg/L de triazinas e 10 mg/L de ácido húmico).

4 – Lavar o cartucho de C₁₈ com 2 mL de água deionizada; lavar o cartucho Strata X AW com NH₄OH 5% sem MeOH (2 mL). Nesta etapa, secar os cartuchos sob vácuo

5 – Realizar a eluição com 2 mL de MeOH e repetir a análise por HPLC usando as condições usadas no item 1.

6- Enquanto as análises cromatográficas são realizadas, fazer os testes de troca iônica usando soluções de Cu^{2+} , Ag^+ , Cl^- e I^- .

7- Condicionar o cartucho SCX com MeOH e água (1 mL de cada). Adicionar no topo da coluna 100 μL de Cu^{2+} 0,10 M. Lavar com água (1 mL) e testar a presença de Cu^{2+} na água de lavagem com solução de NH_4OH . Eluir com porções de 500 μL de MgSO_4 1M, testando a presença de Cu^{2+} no eluato. Repetir o procedimento com íons Ag^+ . Neste caso a presença de Ag^+ é testada com Cl^- .

8- 7- Condicionar o cartucho Strata X AW com ácido fórmico 5% em MeOH e água (1 mL de cada). Adicionar no topo da coluna 100 μL de Cl^- 0,10 M. Lavar com água (1 mL) e testar a presença de Cl^- na água de lavagem com solução de Ag^+ . Eluir com porções de 500 μL de MgSO_4 1M, testando a presença de Cl^- no eluato. Repetir o procedimento com íons I^- usando a reação com Ag^+ para verificar a presença do ânion.

QUESTÕES

Questão 1 – Calcule os fatores de enriquecimento teórico e prático no caso das triazinas.

Questão 2 – No caso das triazinas, qual dos cartuchos apresentou um cleanup da amostra mais efetivo?

Questão 3 – Justifique as etapas de condicionamento e de lavagem nos cartuchos C_{18} e Strata X AW

Questão 4 – A recuperação ficou em próxima a 100%. Se não, proponha explicações.

Questão 5 – Explique os fenômenos observados nos experimentos de troca iônica. Foi possível estabelecer uma ordem de seletividade entre Cu^{2+} e Ag^+ ? E entre Cl^- e I^- ?