

## Desenvolvimento de procedimento analítico para a determinação de íons majoritários em amostras ambientais.

José D. S. da Silva<sup>1,2,3\*</sup> (PQ), João V. S. Santos<sup>1,2,4,5</sup> (PQ), Oldair D. Leite<sup>1</sup> (PQ), Gisele O. Da Rocha<sup>2,3,4</sup> (PQ), Jaílson B. de Andrade<sup>2,3,4</sup> (PQ)

[jose.silva@ufob.edu.br](mailto:jose.silva@ufob.edu.br)

<sup>1</sup> Universidade Federal do Oeste da Bahia, Centros das Ciências exatas e das Tecnologias, 47808021, Barreiras-BA, Brasil

<sup>2</sup> Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, 40170290, Salvador-BA, Brasil

<sup>3</sup> Centro Interdisciplinar de Energia e Ambiente – CIEnAm, Universidade Federal da Bahia, Canela, 40110-040, Salvador-BA

<sup>5</sup> Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Baiano, Campus-Teixeira de Freitas-BA. 45995-000, CP 66

Palavras Chave: Major ions, Chromatography, Environment samples

### Abstract

The present study proposes an analytical methodology that employs ion chromatography–conductivity detection for simultaneous quantification of 31 ions at low  $\mu\text{g m}^{-3}$  range in environment samples in one single run. This method has LOD was within 0,5–4,84  $\mu\text{g L}^{-1}$  ( $\text{K}^+$  and  $\text{SO}_3^{2-}$  respectively) as well as recoveries ranged 89% ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) to 109% ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ). The method developed enable the quantification of all the ions in environment samples.

### Introdução

A necessidade de compreensão das interações das diversas espécies químicas presentes em amostras ambientais, gera uma demanda por métodos capazes de determinar vários analitos com alta frequência analítica. Neste sentido, o objetivo desse trabalho foi desenvolver um método cromatográfico para a determinação simultânea dos principais íons presentes em amostras ambientais, que apresentasse alta frequência analítica e valores adequados para as figuras de mérito. Para isso, foi utilizando cromatografia de íons com duplo canal e detector de condutividade DIONEX modelo ICS-1100 (isocrático) e ICS-2100 (gerador interno de gradiente), para cátions e ânions respectivamente, com injetor automático AS-DV 40, e sistema de regeneração eluentes, ambos da DIONEX. As colunas utilizadas neste sistema foram da marca DIONEX modelo IonPac AS11-HC e IonPac AG11-HC, para ânions e IonPac CS16 e IonPac CG16, para cátions. Utilizando célula supressoras modelo CSRS-300 2 mm (74 mA) e ASRS-300 2mm (38 mA) para cátions e ânions respectivamente.

### Resultados e Discussão

O método desenvolvido possibilitou a determinação de 31 íons (ordem crescente de eluição – ânions:  $\text{F}^-$ , Lactato,  $\text{CH}_3\text{COO}^-$ , Propionato,  $\text{HCOO}^-$ , Butirato, Metanossulfonato, Piruvato, Monocloroacetato, Bromato,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_2^-$ , Trifluoroacetato,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ , Succinato,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ , Oxalato,  $\text{WO}_4^{2-}$ ,  $\text{MoO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{CrO}_4^{2-}$ , Citrato (figura 1 A); e cátions:  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ). (figura 1 B). O método é composto por dois modos de eluição, isocrático com 17,5 mM de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  e gradiente com eluição entre 1,10 e 36,0 mM como visto na figura 2.

A validação foi realizada utilizando as seguintes figuras de mérito: linearidade, faixa linear, efeito de matriz, repetibilidade, seletividade, precisão, exatidão, limite de detecção, limite de quantificação, robustez. Todas as figuras de mérito mostraram-se adequadas para as amostras propostas, a exemplo da exatidão que apresentou valores de 89% ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) e 109% ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) e dos limites de detecção variando entre 0,50 e 4,84  $\mu\text{g L}^{-1}$  para  $\text{K}^+$  e  $\text{SO}_3^{2-}$  respectivamente. O método foi aplicado em amostras de material participado nas frações de 10 $\mu\text{m}$  e 2,5  $\mu\text{m}$ , coletadas em sítios localizados no entorno da Baía de Todos os Santos, Bahia, Brasil.

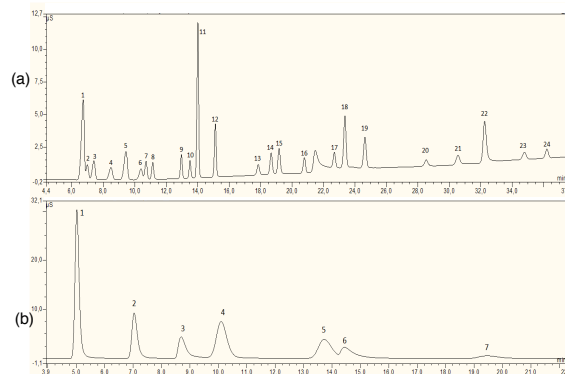


Figura 1. Distribuição das espécies iônicas nos cromatogramas.

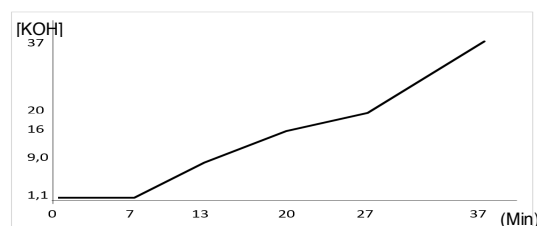


Figura 2. Condições ótimas encontradas para o método no modo gradiente.

### Conclusões

O método proposto permitiu a quantificação de todos os 31 íons nas amostras de material particulado analisadas. Além disso, teve alta frequência analítica com tempo total de 37 minutos por amostra.

### Agradecimentos

UFOB, IF Baiano, Capes, CNPq, CIEnAm, LPQ.