

## Desenvolvimento e validação de metodologia para determinação de íons majoritários presentes em amostras ambientais

Ana Carla D. Regis (PG)<sup>1,3</sup>, José Domingos S. da Silva (PG)<sup>1,3\*</sup>, João Victor S. Santos (PG)<sup>1,3,4</sup>, Geraldo dos A. Rios Filho (IC)<sup>1</sup>, Renato G. de Oliveira (IC)<sup>3</sup>, Gisele O. da Rocha (PQ)<sup>1,2,3</sup>, Jaílson B. de Andrade (PQ)<sup>1,2,3</sup>.

\*[silvajdss@gmail.com](mailto:silvajdss@gmail.com)

<sup>1</sup> Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, 40170290, Salvador-BA, Brasil

<sup>2</sup> Centro Interdisciplinar de Energia e Ambiente – CIEnAm, Universidade Federal da Bahia, Canela, 40110-040, Salvador-BA, Brasil

<sup>3</sup> INCT de Energia e Ambiente, UFBA, 40170-290 Salvador, BA, Brasil

<sup>4</sup> Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Baiano, Campus-Teixeira de Freitas-BA. 45995-000, CP 66

Palavras Chave: íons majoritários, cromatografia de íons, MPA.

### Introdução

Existe uma necessidade cada vez maior de entendimento do comportamento de algumas substâncias em amostras atmosféricas. A caracterização química de material particulado atmosférico (MPA) é muito importante na avaliação das mudanças climáticas em nível global, nos efeitos destes na saúde humana, nos ecossistemas e nos materiais. Dentre as espécies químicas que podem ser usadas como marcadores de fontes há os íons majoritários. Para tanto é necessário o desenvolvimento de metodologia que assegure resultados confiáveis para garantir a qualidade de medições químicas. Dados analíticos não confiáveis podem ocasionar erros irreversíveis. Para tanto, o uso de ferramentas como otimização e validação, torna-se indispensável a qualquer investigação analítica. Neste trabalho foi desenvolvida e validada metodologia analítica para determinação de íons majoritários presentes em amostras de MPA por técnica de cromatografia de íons com detecção de condutividade.

### Resultados e Discussão

As análises foram realizadas em um cromatógrafo de íons com duplo canal e detector de condutividade DIONEX modelo ICS-1100 e ICS-2100, para análise de ânions foi utilizada uma coluna DIONEX ÍonPac AS11 2 x 250 mm e um gradiente de concentração variando entre 0,60 mmol/L a 38,0 mmol/L. Para cátions, uma coluna ÍonPac CS16 3 x 250 mm. A otimização do método, permitiu a separação de 14 ânions (fluoreto, lactato, acetato, propionato, formiato, butirato, piruvato, cloreto, nitrato, succinato, sulfato, oxalato, fosfato e citrato) e 6 cátions (lítio, sódio, amônio, magnésio, potássio e cálcio) em um tempo de 35 min como pode ser observado na figura 1.

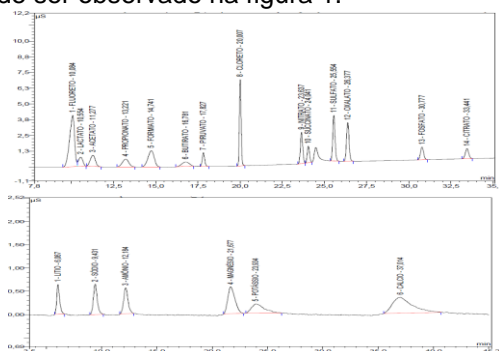


Figura 1. Cromatogramas obtidos após a otimização da metodologia.

A curva analítica para todos os analíticos foi realizada em triplicata e com pelo menos 6 diferentes concentrações. O coeficiente de correlação foi maior que 0,99 para todos os íons. Os LD encontrados foram de 7,42 µg/L para o fluoreto a 137,47 µg/L para o cálcio. O método desenvolvido apresentou linearidade na faixa de 1 - 5000 µg/L para os íons Cl<sup>-</sup>, Ca<sup>2+</sup> e Na<sup>2+</sup>, de 25 - 1000 µg/L para C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>OOO<sup>-</sup>, HCOO<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub><sup>2-</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, C<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>2-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>OO<sup>-</sup>, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub><sup>3-</sup>, CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup> e C<sub>3</sub>H<sub>3</sub>O<sub>3</sub><sup>-</sup> e de 5 - 5000 µg/L para F<sup>-</sup> e Li<sup>+</sup>. O método mostrou boa exatidão, visto que todos os íons apresentaram recuperação dentro do intervalo de aceitabilidade para amostras complexas de 70 a 120%. Além de boa precisão e repetibilidade, pois apresentou coeficiente de variação percentual (CV%) inferior a 20% em relação à média global de todos os níveis de fortificação para todos os íons. Foram também analisadas algumas amostras reais de material particulado, nessas amostras os seguintes íons e suas respectivas concentrações em ng m<sup>-3</sup>, foram encontrados: Fluoreto 49,02, Lactato 479,60, Acetato 66,98, Propionato 171,45, Formiato 97,94, Cloreto 1839,27, Nitrato 375,7, Succinato 2171,80; Sulfato 79,62, Fosfato 456,86, Sódio 168,71, Amônio 112,73, Magnésio 287,83 e Cálcio 864,63. Todas acima do limite de detecção conseguido pelo método.

### Conclusões

O método desenvolvido mostrou-se eficiente para a determinação de 14 ânions (fluoreto, lactato, acetato, propionato, formiato, butirato, piruvato, cloreto, nitrato, succinato, sulfato, oxalato, fosfato e citrato) e 6 cátions (lítio, sódio, amônio, magnésio, potássio e cálcio) em amostras atmosféricas.

### Agradecimentos

CNPq, CAPES, FAPESB, PRONEX, RECOMBIO, INCT.

<sup>1</sup>Ribani M. et al. *Quim. Nova*, 2004, 27, 771.