

DETERMINAÇÃO ISOTÓPICA (% EM ÁTOMOS) SIMULTÂNEA DE N E C, EM AMOSTRAS DE $^{13}\text{CO}(^{15}\text{NH}_2)_2$, POR ESPECTROMETRIA DE MASSAS

Carlos Roberto Sant'Ana Filho^{1*} (PG), José Albertino Bendassolli¹ (PQ), Laila Facin¹ (IC), Hugo Henrique Batagello¹ (TC), José Aurélio Bonassi¹ (TC). santana@cena.usp.br

¹Laboratório de Isótopos Estáveis (LIE) Centro de Energia Nuclear na Agricultura – Universidade de São Paulo CENA/USP Av. Centenário, 303 Piracicaba, SP 13400-970 CP. 96

Palavras Chave: ^{13}C , ^{15}N , espectrometria de massas, isótopo estáveis, compostos enriquecidos, determinação isotópica.

Introdução

As determinações isotópicas de N e C, por espectrometria de massas, em amostras orgânicas têm sido facilitadas com surgimento de novos sistemas de preparo de amostras¹. Entretanto a principal limitação dessa técnica vem pelo fato da utilização de gases puros (ausência de interferentes isobáricos), sendo necessário o uso de sistemas complexos de separação e purificação². Desta forma, o presente trabalho tem por objetivo estabelecer um procedimento simplificado para determinação isotópica (% em átomos) simultânea de N e C, em amostras sólidas de $^{13}\text{CO}(^{15}\text{NH}_2)_2$, por espectrometria de massas. As amostras de $^{13}\text{CO}(^{15}\text{NH}_2)_2$ foram obtidas utilizando a técnica da diluição isotópica a partir de duas fontes de $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$, sendo uma com 99,7 % em átomos de ^{13}C e a outra com 73,6 % em átomos de ^{15}N .

No procedimento analítico foi utilizado um espectrômetro de massas ATLAS-MAT, modelo CH4 de fluxo molecular (determinações absolutas), com admissão de amostras já convertida na forma gasosa. Para a obtenção do $^{15}\text{N}_2$ e $^{13}\text{CO}_2$ utilizou-se o método via seca com excesso de oxigênio, onde a $^{13}\text{CO}(^{15}\text{NH}_2)_2$ foi oxidada com $\text{CuO}_{(s)}$ a 550 °C durante 12 horas, em tubos de vidro de borossilicato (20 cm x 9 mm), sob vácuo^{3,4}. Em seguida, o tubo contendo $^{15}\text{N}_2$, $^{13}\text{CO}_2$ e $\text{H}_2\text{O}_{(g)}$, foi levado para uma linha de vidro, sob baixa pressão (10^{-3} KPa), acoplada “on line” com o sistema de admissão do espectrômetro de massas. Nessa linha o tubo foi quebrado e os gases foram liberados passando por duas armadilhas criogênicas (-70 e -196 °C) para reter H_2O e $^{13}\text{CO}_2$, sendo o $^{15}\text{N}_2$ admitido ao espectrômetro para determinação isotópica. Após, eliminou-se o $^{15}\text{N}_2$ pelo sistema de vácuo do espectrômetro e o $^{13}\text{CO}_2$, devidamente purificado, foi admitido para análise.

Resultados e Discussão

Os resultados das determinações isotópicas simultâneas de N e C (% em átomos de ^{15}N e ^{13}C)

31ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

apresentados na Tabela 1 indicam a viabilidade do método, sendo verificado um desvio relativamente baixo em ambos os valores isotópicos. Deve-se ainda salientar, que os valores obtidos na determinação isotópica experimental evidenciaram ausência de interferências nos níveis isotópicos.

Tabela 1. Determinação isotópica (% em átomos) simultânea de ^{15}N e ^{13}C , em amostras de $^{13}\text{CO}(^{15}\text{NH}_2)_2$, por espectrometria de massas. (n=3)

Amostras	Abundância isotópica (Teórica) ¹		Abundância isotópica (Experimental) ²	
	% ^{15}N	% ^{13}C	% ^{15}N	% ^{13}C
A	0,37 ± 0,0	1,1 ± 0,0	0,38 ± 0,0	1,1 ± 0,0
B	5,0 ± 0,1	93,5 ± 0,1	5,3 ± 0,3	91,3 ± 0,3
C	14,7 ± 0,4	80,5 ± 0,5	13,7 ± 0,5	79,8 ± 0,6
D	29,9 ± 0,2	59,8 ± 0,2	30,4 ± 0,1	58,4 ± 0,4
E	50,3 ± 0,2	32,4 ± 0,3	49,8 ± 0,2	32,0 ± 0,2
F	72,5 ± 0,2	2,5 ± 0,3	72,7 ± 0,4	2,4 ± 0,3

1- Dados obtidos a partir da técnica da diluição isotópica entre duas fontes de $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ enriquecidas; 2 - Análises isotópicas obtidas no espectrômetro de massas ATLAS-MAT, CH4.

Os valores médios apresentados referentes à amostra (A) com variação isotópica natural (0,37 % em átomos de ^{15}N e 1,1 % em átomos de ^{13}C) evidenciaram a não ocorrência de uma diferença isotópica substancial no processo oxidação.

Conclusões

O procedimento de obtenção e purificação do $^{15}\text{N}_2$ e $^{13}\text{CO}_2$, provenientes das amostras de $^{13}\text{CO}(^{15}\text{NH}_2)_2$, mostrou-se adequado para a determinação isotópica simultânea.

Agradecimentos

Ao Laboratório de Isótopos Estáveis pelo apoio técnico e a FAPESP pelo financiamento do projeto de pesquisa e bolsa de estudos.

¹ Bendassolli, J. A.; Mortatti, J.; Trivelin, P.C.O.; Ignoto, R.F.; Bonassi, J.A. e Tavares, G. A. *Quim. Nova.* **2002**, 25, 2, 312-315.

² Marchini, J. S.; Basile Filho, A.; Vannucchi, H.; Darmanun, D. e Krempf, M. *Medicina*. **1997**, 30, 494-507.

³ Buchanan, D.L.; Corcoran, B.J. *Anal. Chem.* **1957**, 31, 1635-1638.

⁴ Frazer, J.W.; Crawford, R. *Mikrochim. Act.* **1963**, 3, 561-566.