

Identificação e determinação de espécies de arsênio em resíduo do processamento de combustíveis fósseis por LC-ICP-MS

Fábio A. Duarte (PG)^{1,2}, Márcia F. Mesko (PG)^{1,3}, Janessa A. Zappe (IC)¹, Érico M. M. Flores (PQ)¹, Valderi L. Dressler (PQ)^{1*}

*valdres@quimica.ufsm.br

¹ Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria - UFSM - Santa Maria - RS.

² Universidade Federal do Pampa - Unipampa - Bagé - RS.

³ Universidade Estadual do Rio Grande do Sul - UERGS - Unidade de Cruz Alta - RS.

Palavras Chave: arsênio, especiação, LC-ICP-MS.

Introdução

O arsênio encontra-se amplamente distribuído no ambiente, podendo ocorrer em concentrações relativamente elevadas em combustíveis fósseis como carvão e xisto. Estes materiais têm sido utilizados na produção de óleo, o qual pode ser obtido a partir da pirólise em atmosfera inerte e temperatura controlada. Neste processo chamado de retortagem, além do óleo, geralmente ocorre geração de um elevado volume de água residuária como efluente do processo. Esta água apresenta em sua composição uma série de compostos orgânicos (principalmente compostos fenólicos e de enxofre), além de alguns elementos. O arsênio, em especial, pode ser encontrado em concentrações relativamente elevadas, da ordem de 1 a 5 mg l⁻¹ em efluentes de retortagem. Tendo em vista a grande diferença de toxicidade das espécies de arsênio, sendo o controle na água residuária de extrema importância. Em vista disso, uma série de técnicas tem sido propostas para a separação e detecção de diferentes espécies de arsênio. Dentre elas destaca-se a cromatografia a líquido (LC) acoplada à espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS). Devido a falta de informações referentes à concentração das espécies de arsênio neste tipo de efluente no Brasil e, mesmo em nível mundial, foi desenvolvido um método para especiação de arsênio utilizando o acoplamento entre as técnicas de LC e ICP-MS.

Resultados e Discussão

Amostras líquidas de efluente do processamento de combustível fóssil foram centrifugadas e filtradas previamente à análise de especiação. Entre os parâmetros avaliados para o desenvolvimento do método, destacam-se o modo de eluição e a concentração, tipo, vazão e pH da fase móvel. O ajuste do equipamento para as determinações por ICP-MS foi feito para obtenção da máxima sensibilidade para As. Para a separação das espécies foi utilizada uma coluna de troca aniônica Dionex IonPac AS14 (250 x 4 mm, d.i.). Utilizando

carbonato de amônio como fase móvel em pH 8,7, foi obtida uma boa separação utilizando o seguinte programa de eluição: 10 min a 1,5 mmol l⁻¹, 10 min a 12 mmol l⁻¹ e 10 min a 20 mmol l⁻¹. Utilizando estas condições foi possível separar e quantificar 13 espécies de arsênio, conforme mostrado na Fig. 1.

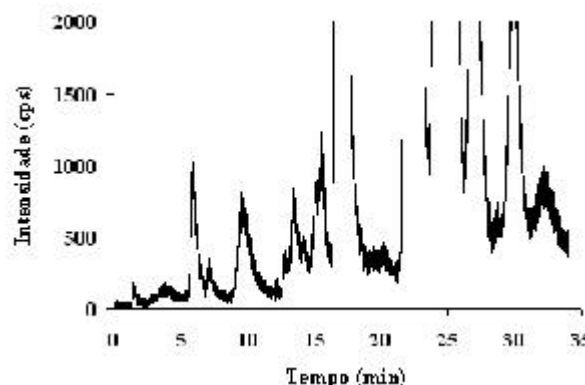


Figura 1. Cromatograma obtido para a separação das diferentes espécies de arsênio presentes na amostra.

Destas, somente foi possível identificar quatro espécies, arsenito (AsIII), arsenato (AsV), ácido monometilarsênico (MMA) e ácido dimetilarsênico (DMA). As concentrações para as espécies de As variaram entre 1,2 e 1700 µg l⁻¹ e a concentração total de As foi da ordem de 3000 µg l⁻¹. Os limites de detecção para as espécies de arsênio foram melhores do que 0,1 µg l⁻¹. O desvio padrão relativo foi menor do que 6% (n = 5) e a recuperação para as quatro espécies adicionadas na amostra ficou na faixa de 93 e 107%.

Conclusões

Utilizando o sistema proposto foi possível separar e quantificar 13 espécies de arsênio. Porém, somente quatro espécies foram identificadas. Cabe destacar a que há poucos dados referentes à determinação de espécies de arsênio neste tipo de amostra.

Agradecimentos

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

CNPq, CAPES.