

Estudo comparativo de procedimentos de digestão de arsenobetaina visando à determinação de As por HG AAS

Vivian M. O. Carioni¹ (PG) *, Juliana Naozuka² (PQ), Cassiana S. Nomura¹(PQ).

*vivian.carioni@gmail.com

¹ Centro de Ciências Naturais e Humanas, Universidade Federal do ABC, CEP 09210-170, Santo André, SP, Brasil

² Instituto de Química, Universidade de São Paulo, C.P. 26077, CEP 05513-970, São Paulo, SP, Brasil

Palavras Chave: Arsenobetaina, Geração de Hidretos, Espectrometria de Absorção Atômica.

Introdução

Organismos marinhos em geral possuem os mais altos níveis de As, pois absorvem o arsenato (As^{3+}) da água do mar, devido à sua similaridade estrutural ao fosfato essencial¹. Por esse motivo, são frequentemente utilizados como bioindicadores na avaliação do risco ambiental. Vários métodos podem ser empregados na determinação de As, sendo a geração de hidretos acoplados a técnicas de absorção e emissão atômica as mais usuais. No entanto, em organismos marinhos, 90% do As se encontra na forma de arsenobetaina (AsBet), que confere uma maior estabilidade química ao As, impedindo a formação dos hidretos voláteis². Para contornar esse problema, é necessário um rigoroso procedimento de digestão da amostra para decompor os compostos estáveis de As, possibilitando assim a sua determinação por geração de hidretos^{2,3}. Assim sendo, no presente trabalho foram avaliados diferentes procedimentos de decomposição da AsBet visando à quantificação de As pela espectrometria de absorção atômica com geração de hidretos (HG AAS).

Resultados e Discussão

A um volume de 400 μl da solução de AsBet (Sigma-Aldrich, Alemanha) 100 $\mu\text{g l}^{-1}$ foram adicionadas as seguintes misturas de reagentes ($V_{\text{final}} = 10 \text{ ml}$): (1) 3,4 % (m/v) de NaOH e 5 % (m/v) de $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$; (2) 1 ml de $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 5% (m/v) e 5 ml de H_2SO_4 1,25 mol l^{-1} ; (3) 0,2 g de NaF, 2 ml de solução saturada de $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ e 400 μl de HNO_3 ; (4) 3,5 ml de $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$, 15% (m/v) e 400 μl de HNO_3 ; (5) 1,5 ml de HNO_3 e 1 ml de H_2SO_4 ; (6) 0,2 g de NaF, 2 ml de solução saturada de $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ e 400 μl de HNO_3 . Cada solução foi submetida ao tratamento com sistemas de ultrassom por 20 min à temperatura ambiente e ao tratamento com aquecimento em banho maria à 100°C por 20 min.

As determinações foram feitas em um espectrômetro de absorção atômica acoplado a um sistema de geração de hidretos (AnalytikJena, Jena, Alemanha). Os parâmetros instrumentais utilizados foram: $\lambda = 193,7$; $I = 4,0 \text{ mA}$, resolução espectral = 0,8 nm. Para a geração do hidreto, utilizou-se solução de NaBH_4 e 2% (m/v) e HCl 6 mol l^{-1} .

Tabela 1. Resultados de recuperação após submeter uma solução de AsBet aos diferentes procedimentos de redução .(n=3)

Reagentes	Tratamento	Recuperação (%)
(1) NaOH / $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$	Aquecimento	101 \pm 6
	Ultrassom	100 \pm 7
	Nenhum	-
(2) $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ / H_2SO_4	Aquecimento	4,9 \pm 1,2
	Ultrassom	-
(3) NaF / $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$	Aquecimento	-
	Ultrassom	-
(4) $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ / HNO_3	Aquecimento	-
	Ultrassom	-
(5) HNO_3 / H_2SO_4	Aquecimento	-
	Ultrassom	-
(6) NaF / $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ / HNO_3	Aquecimento	67,5 \pm 4,2
	Ultrassom	-

De todos os reagentes avaliados, somente a mistura contendo NaOH e $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ foi eficiente na transformação do AsBet em As^{3+} , possibilitando a sua determinação por HG AAS. Entretanto, o aquecimento ou o uso de ultrassom foi imperativo. A mistura contendo NaF/ $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ / HNO_3 possibilitou a recuperação de 67,5 % de As quando submetido ao aquecimento e 92 % quando submetido ao sistema ultrassom associado ao aquecimento em banho maria a 80°C por 90 min, indicando eficiência na transformação da AsBet à As^{3+} . Entretanto, o procedimento é bastante demorado prejudicando a frequência analítica.

Conclusões

A determinação de As por HG AAS é uma das mais empregadas devido à sua elevada sensibilidade e seletividade. Entretanto, a obtenção de resultados exatos depende fortemente da forma na qual o esse elemento é encontrado na amostra. Em amostras nas quais AsBet é encontrada, por exemplo, organismos marinhos, o tratamento de amostra é determinante. O uso de NaOH e $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ aliado ao aquecimento ou ultrassom foi a mais eficiente para promover a redução da AsBet à As^{3+} , possibilitando a sua determinação por HG AAS.

Agradecimentos

UFABC, FAPESP, Capes, IQ-USP e Prof. Dr. Pedro V Oliveira (IQ-USP).

¹Ochsenkun-Petropulu et al., Analytica Chimica Acta, **1997**, 337, 323.

² Villa-Lojo, et al., Talanta, **2002**, 57, 741.

³ Slejkovec., et al., Analytica Chimica Acta, **2001**, 443, 277.