

Determinação de arsênio total em rocha fosfatada empregando amostragem por suspensão e HG FAAS

Raildo M. de Jesus^{1,2}(PG), Samuel M. Macedo¹(PG), Sergio L. C. Ferreira*¹(PQ)

*slcf@ufba.br.

¹ Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Salvador-BA.

² Universidade Estadual de Santa Cruz, DCET, Ilhéus-BA.

Palavras Chave: Otimização Multivariada, Arsênio, Fosfato de Rocha, HG FAAS, Amostragem em Suspensão.

Introdução

A química analítica não tem problemas para a determinação de arsênio considerando a seletividade, precisão e principalmente sensibilidade das técnicas analíticas: espectrometria de absorção atômica com geração de hidreto (HG AAS)¹, espectrometria de fluorescência atômica com geração de hidreto (HG AFS)² e a espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS)³. Porém, o grande problema é a etapa da decomposição de amostra, principalmente quando a matriz é sólida⁴. A amostragem por suspensão é uma boa alternativa, considerando a vantagem de eliminação do pré-tratamento de amostra, reduzindo perdas de analito e risco de contaminação. O objetivo desse trabalho é propor um procedimento para a determinação de arsênio total em rocha fosfatada (PR) através da HG AAS.

Resultados e Discussão

Para a otimização foi usado um planejamento fatorial de dois níveis e um planejamento Box-Behnken, envolvendo as variáveis: concentração e fluxo de NaBH₄ e concentração de HCl. As condições ótimas para a preparação da suspensão envolveu uma massa de amostra de 0,1 g, 3,0 mL de HCl 6,0 mol L⁻¹ em um banho ultra-sônico por 30 minutos. Foi utilizados KI com ácido ascórbico como pré-redutor para a determinação de As total. Nas condições experimentais estabelecidas, este método permite a determinação de As total com LD e LQ iguais a 0,01 e 0,03 mg kg⁻¹, respectivamente. A precisão foi expressa como desvio padrão relativo (RSD%) e foram sempre menores que 3%. Os valores de concentração obtidos, pela análise usando amostragem por suspensão e análise por digestão das amostras de fosfato de rochas, estão apresentados na Tabela 1.

As inclinações das curvas analítica para o arsênio obtidas pela técnica de adição de analito e pela técnica de calibração externa é (0,0816 ± 0,0029)CAs e (0,0812 ± 0,0024)CAs respectivamente. Assim, a quantificação das concentrações de arsênio em matrizes de rocha

com amostragem por suspensão pode ser feita usando a técnica de calibração externa.

A aplicação do teste t pareado (a 95% nível de confiança) demonstrou que não há diferença significativa entre os resultados obtidos pelos dois métodos. O método de regressão linear também foi aplicado nos resultados e demonstrou que não há diferença significativa entre os mesmos. A exatidão do método foi avaliada pela análise de dois materiais de referência certificados de sedimento marinho (Tabela 2).

Tabela 1. Resultados da determinação de As total em fosfato de rocha.

	Suspensão mg kg ⁻¹	Digestão mg kg ⁻¹
PR1	5,2 ± 0,2	5,1 ± 0,2
PR2	20,0 ± 1,1	20,2 ± 1,5

Tabela 2. Resultados da determinação de As em CRMs sedimentos marinho.

CRM	Valor certificado (mg kg ⁻¹)	Suspensão (mg kg ⁻¹)	Digestão (mg kg ⁻¹)
MASS-2	20,7 ± 0,8	20,5 ± 1,2	20,9 ± 0,9
MASS-3	21,2 ± 1,1	20,2 ± 0,5	21,6 ± 0,9

Conclusões

O método proposto tem precisão, exatidão e limite de quantificação adequados para a determinação das concentrações de As total (LQ 0,03 mg kg⁻¹) em fosfato de rocha analisados na forma de suspensão.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, fapesb.

¹R.C. de Campos, R.A. Gonçalves, G.B. Tonietto, J.M. Godoy, G.P. Brandão, Microchem. J. 84 (2006) 26–30.

²I. Serafimovski, I.B. Karadjova, T. Stafilov, D.L. Tsalev, Microchem. J. 83 (2006) 55–60.

³Z. Zhoua, H. Luoa, X. Houa, G. Lia, K. Lib, Microchem. J. 77 (2004) 29–35.

⁴H. Matusiewicz Appl spectrosc rev 38 (2003) 263–294.