

Desenvolvimento de procedimento analítico para a especiação de arsênio inorgânico em sedimento marinho empregando HG AAS

Samuel M. Macedo¹(PG), Raildo M. de Jesus^{1,2}(PG), Vanessa Hatje¹(PQ), 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: *Especiação, Arsênio, Sedimento, Geração de Hidreto, Amostragem por Suspensão.*

Introdução

A toxicidade do arsênio é bem conhecida. Embora o conhecimento da concentração total desse elemento seja útil em alguns casos, é essencial, em muitos esquemas analíticos a determinação das espécies químicas do mesmo no sistema. Atualmente, sabe-se que a determinação da concentração total de um elemento é uma informação limitada, especialmente em relação ao seu comportamento no meio ambiente e nos danos que podem causar a saúde humana¹.

A espectrometria de absorção atômica combinada com geração de hidreto (HG AAS) é amplamente utilizada para a determinação das espécies de arsênio em amostras geológicas. A utilização de HG AAS para a determinação das concentrações de arsênio em sedimento com amostragem por suspensão é uma alternativa atraente, pois, desta forma é possível à especiação. Este estudo descreve um procedimento simples e rápido para a quantificação das espécies inorgânicas de arsênio em sedimento marinho com amostragem por suspensão, empregando HG AAS.

Resultados e Discussão

Os parâmetros analíticos estudados para a geração do hidreto de As total e transporte destes para a célula de atomização foram: concentrações de HCl e de NaBH₄, fluxos do NaBH₄ e de argônio. As condições ótimas são: HCl 3 mol L⁻¹, NaBH₄ 2% e fluxo de 2 mL min⁻¹, 100 mL min⁻¹ de argônio. Esta otimização foi realizada utilizando padrão de 3 µg L⁻¹ de As.

Iodeto de potássio com ácido ascórbico 1:0,2% foi utilizado como pré-redutor para a determinação de As total. Para a geração seletiva do hidreto de As (III) foi utilizado 2 mL de tampão ácido cítrico/citrato de sódio (0,5/0,5 mol L⁻¹).

Foram analisados dois materiais de referência certificados de sedimento marinho: MESS-2 e MESS-3. Para tanto, 0,1 g de material foi transferido para balões de 25 mL, adicionou-se 3 mL de HCl em diferentes concentrações, sonicou-se por 30 minutos e aferiu para 25 mL. Foram obtidas recuperações entre 100 e 108%, em concentrações de HCl a partir de 6 mol L⁻¹.

32^a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Foi efetuado um estudo com padrões de As (III) e As (V) em HCl 6 mol L⁻¹ com sonicação durante 30 minutos para avaliar possíveis mudanças em suas concentrações. Nessas condições não foi observada mudança significativa nas concentrações de ambas as espécies.

Das suspensões foram retiradas alíquotas e transferidas para frascos de reação e o volume completado para 10 mL. A determinação seletiva de As (III) é possível, pois, o As (V) não é reduzido a AsH₃ em tampão ácido cítrico/citrato. A concentração de As (V) é obtida pela diferença entre As total e As (III).

Depois de estabelecida às condições o método foi aplicado em materiais de referência e os resultados estão apresentados na Tabela 1. Avaliou-se a precisão mediante desvio padrão relativo (RSD%) e obtiveram-se valores não maiores que 3%.

Tabela 1. Resultados da determinação de As em CRMs de sedimentos marinho.

CRM	Valor certificado (mg kg ⁻¹)	As total (mg kg ⁻¹)	As (III) (mg kg ⁻¹)
MESS-2	20,7 ± 0,8	20,5 ± 1,2	5,4 ± 0,4
MESS-3	21,2 ± 1,1	20,2 ± 0,5	8,7 ± 0,1

Conclusões

O método proposto tem precisão, exatidão e limite de quantificação adequado para a determinação das concentrações de As total (LQ 0,03 mg kg⁻¹) e As (III) (LQ 0,05 mg kg⁻¹) em sedimento marinho. Neste trabalho, a amostragem em suspensão foi aplicada oportunamente, sendo nesse caso possível à determinação das espécies inorgânicas do arsênio. As concentrações de arsênio encontradas em dois CRMs analisados não apresentaram diferenças significativas.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, Fapesb.

¹Barra, C. M.; Santelli, R. E.; de la Guardia, M. Qui. Nova 2000, 23, 58-70.