

Cromatografia por Troca Iônica – Avaliação de alguns parâmetros cromatográficos na Separação de As (III) e As(V)

Paôlla Chrystine Pinheiro Patrício^{1,2}(IC)*, João Gabriel Camargos de Paula^{1,2}(IC), Lúcia Maria Laboissière de Alencar Auler¹(PQ), Maria Ângela de Barros Correia Menezes¹(PQ).

e-mail: paollachrys@ufmg.br

1 – Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear/Comissão Nacional de Energia Nuclear, Caixa Postal 941 - 30123-970 - Belo Horizonte-MG

2 – Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais - Belo Horizonte - MG.

Palavras Chave: Arsênio, CLAE, Validação.

Introdução

A liberação de arsênio no meio ambiente está associada a vários processos industriais, ligados, por exemplo, a mineração¹.

A região do Quadrilátero Ferrífero localizado em Minas Gerais, Brasil, é rica em minerais, apresentando extensa atividade mineradora, o que resulta na contaminação por arsênio dos rios, sedimentos, plantas e peixes^{2,3,4}.

Águas subterrâneas contêm as espécies de arsenito e arsenato, ao passo que águas marinhas, lagos e lagoas contêm também espécies orgânicas¹. Os mecanismos de transferências dessas espécies dependem de diversos fatores inerentes ao meio, como também do tipo de amostra, água, solo ou planta. Neste trabalho, apresenta-se uma metodologia alternativa para a separação e quantificação de arsênio nas formas de arsenito e arsenato em águas e plantas por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE) avaliando-se alguns parâmetros cromatográficos importantes para a validação do método (limite de detecção e quantificação, linearidade e precisão).

Resultados e Discussão

As separações cromatográficas foram realizadas em um sistema de CLAE da Shimadzu Corporation, com detector ultravioleta-visível de comprimento de onda fixo em 193 nm. A separação cromatográfica foi realizada no modo isocrático, utilizando-se como fase móvel uma solução tampão de $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$ 2,79 mmol.L⁻¹ / KH_2PO_4 0,14 mmol.L⁻¹, pH 8,2, e vazão de 1,0 mL.min⁻¹. A coluna de troca aniônica utilizada mede 100 x 3,9 mm, recheada com uma fase estacionária de metacrilato contendo grupos funcionais do tipo amônio quaternário, com tamanho de partícula de 10 µm. O volume de injeção dos padrões foi 20 µL e a temperatura da célula de detecção foi mantida em 40 °C.

Foram preparadas diluições de As(III) em concentrações variando de 0,25 à 200 mg.L⁻¹ e As(V) variando de 0,005 à 50 mg.L⁻¹ a partir de suas respectivas soluções padrão estoque.

Os resultados da linearidade foram obtidos pelo cálculo de regressão linear, pelo método dos mínimos quadrados. Para determinar os limites de detecção (LD) e quantificação (LQ) dos ânions,

utilizou-se o método visual, considerando, para efeito de cálculos na regressão, a média das concentrações de três injeções.

Tabela 1. Limites de Detecção e Quantificação baseado no método visual para Arsênio (III) e Arsênio (V).

	LD (mg.L-1)	LQ (mg.L-1)	Faixa Linear
As (III)	1	10	> 1 mg.L-1
As (V)	0,01	0,1	(0,1 a 10,0) mg.L-1

Para avaliação da precisão, foram feitas 3 injeções de diferentes concentrações em dias e por operadores distintos. O resultado foi expresso através da estimativa do desvio padrão relativo (RSD), encontrando-se valores entre 0,5 e 2%.

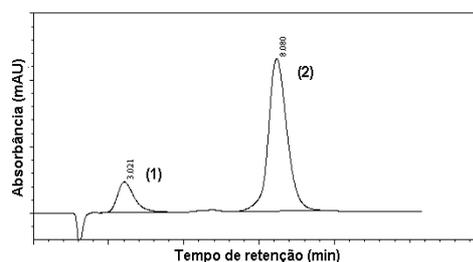


Figura 1. Separação de As(III) 20 mg.L⁻¹ (pico 1) e As(V) 1 mg.L⁻¹ (pico 2).

Conclusões

A metodologia otimizada e os parâmetros iniciais estudados mostraram-se adequados às necessidades analíticas para o trabalho proposto apresentando ótimos resultados

Agradecimentos

Ao CNEN/CDTN e à FAPEMIG.

¹ Carvalho L. M. *, Nascimento P. C., Bohrer D., Scharf M. e Silva M. R. *Química Nova* 27 **2004**, 261.

² Matschullat J.; Borba P. R.; Deschamps E.; Figueiredo R. B.; Gabrio T. e Shwenk M. *Applied Geochemistry* 15 **2000**, 181.

³ Daus B.; Wennrich R.; Morgenstern P.; Weiß H.; Palmieri H. E. L.; Nalini H. A.; Leonel L. V.; Monteiro R. P. G. e Moreira R. M. *Microchimica Acta* 151 **2005**, 175.

⁴ Menezes M. A. B. C.; Palmieri H. E. L.; Leonel L. V.; Nalini Jr. H. A. e Jaćimović R. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* 270 **2006**, 111.