

Cromatografia Líquida acoplada a Geração de Hidretos e detecção por Fluorescência Atômica para separação de espécies de As

*Carlos Alfredo Suárez¹(PG), José Paulo de Jesus¹(IC), Gabriel G. Carvalho¹(PG), José Roberto Ferreira^{2,1}(PQ), Maria Fernanda Giné¹(PQ). *asuarez@cena.usp.br

¹ Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, Av. Centenário 303, CEP 13400-970, B° São Dimas, Piracicaba-SP. ²Pólo Centro Sul-APT., Caixa Postal 28, 13400-970, Piracicaba-SP.

Palavras Chave: Cromatografia Líquida, Geração de Hidretos, Espectrometria de Fluorescência Atômica, Preparo de amostras, Análise de especiação.

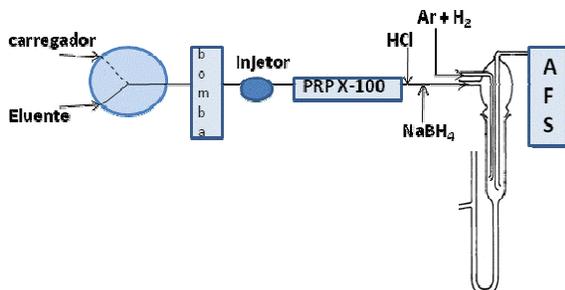
Introdução

O preparo de amostras é considerado o talão de Aquiles da química analítica (1, 2). O preparo de amostras representa aproximadamente 60% do tempo total da análise e até 50 % do erro introduzido. Este pode ser ainda maior em análises de especiação química onde, além da necessidade de tratamentos adicionais, complexas matrizes, baixas concentrações, distribuição heterogênea e diferentes ligações dos analitos com a matriz da amostra implicam em diferentes valores de recuperação. Interconversão ou degradação das espécies assim como contaminação ou perda de analitos devem ser evitados (2). Modernas técnicas como extração por fluido supercrítico, por micro-ondas, enzimática ou por ultra-som dentre outras têm contribuído no campo do preparo de amostras.

Neste trabalho visou-se determinar a estabilidade de quatro espécies de arsênio, arsenito (AsIII), arsenato (AsV), mono e dimetil arsenio (MMA e DMA) quando submetidas a ação de um banho de ultra-som durante intervalos de 15, 30, 45 e 60 minutos.

Resultados e Discussão

Figura 1. Esquema do sistema montado para separação e detecção das espécies de As.



O sequencia experimental no sistema da Fig. 1 contempla a introdução de tampão fosfato pH 6,2, sobre o qual são injetados 100 µL da amostra passando pela coluna. Na sequencia entra a solução do eluente transportando as espécies as quais são condicionadas para gerar os hidretos, os quais são separados da fase líquida e enviados para detecção.

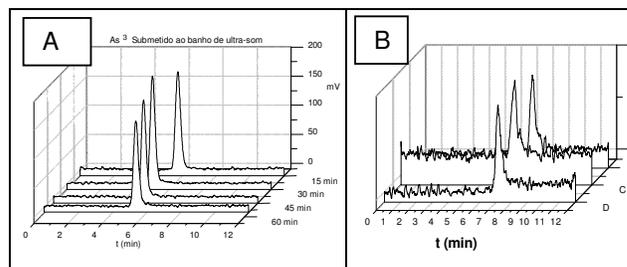


Figura 2 Cromatogramas de (A) arsenito e (B) dimetilarsenico após aplicação de ultrassom nas soluções aquosas contendo as espécies.

Na Figura 3 observa-se a repetibilidade nos tempos de separação das 4 espécies de As.

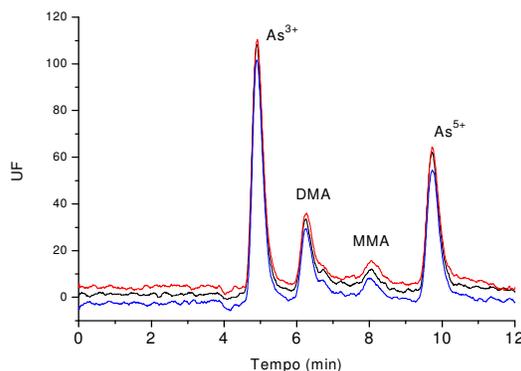


Figura 3. Sobreposição de tres repetições da separação de 4 espécies de As com o sistema da Fig.1 Nas condições testadas as 4 espécies geraram hidretos. As concentrações testadas foram de 25 ng/mL de As³⁺, As⁵⁺ e 35 ng/mL MMA e DMA

Conclusões

As soluções padrão de As³⁺, DMA, MMA e As⁵⁺ resultaram estáveis em meio aquoso submetidas a ultra-som por até 60 min. O sistema apresentou excelente sensibilidade e repetibilidade dos cromatogramas.

Agradecimentos

CNPq, FAPESP

¹ Lindemann T., Fresenius J Anal Chem (2000) 368 :214–220.

² Camara C., Anal Bioanal Chem (2005) 381: 277–278.