

UTILIZAÇÃO DA ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA E CROMATOLOGRAFIA DE ÍONS NA ESPECIAÇÃO DE ELEMENTOS METÁLICOS.

Emy Komatsu, Elizabeth Sonoda Keiko Dantas
Divisão de Caracterização Química - MEQ

OBJETIVO

Este trabalho tem como objetivo estabelecer métodos analíticos aplicáveis à especiação de elementos potencialmente tóxicos como Arsênio (As) e Selênio (Se), utilizando técnicas analíticas como a Cromatografia de Íons para a especiação dos elementos de interesse e a Espectroscopia de Absorção Atômica com forno de grafite para a determinação quantitativa desses elementos.

METODOLOGIA

A Cromatografia de Íons (CI), foi utilizada por ser uma técnica sensível e seletiva para a separação, detecção e quantificação de uma ou mais espécies iônicas em solução. Fundamenta-se no fenômeno de troca iônica para separar espécies iônicas na amostra. Esta técnica combina a capacidade de separação da cromatografia de troca iônica com a determinação condutimétrica.

Para a especiação dos elementos de interesse (As^{3+} , As^{5+} , Se^{4+} e Se^{6+}), utilizou-se o *Cromatógrafo de Íons* - modelo DX - 120 - marca Dionex, equipado com trocador aniônico de base forte de baixa capacidade na forma de HCO_3^- na coluna separadora e Integrador modelo 746 - marca Waters. Como eluente utilizou-se uma solução de concentração de 1,7mM NaHCO_3 /1,8mM, Na_2CO_3 .

Os limites de determinação de As (V): 0,1 $\mu\text{g}/\text{mL}$; Se (IV): 0,05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ e Se (VI):

0,05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ foram obtidos através de análises utilizando um Cromatógrafo de íons; porém não foi possível a obtenção do limite de determinação para o As (III) devido a interferência dos íons cloreto e nitrato.

Para a determinação do As (III) estudou-se uma maneira alternativa por meio da oxidação do As (III) a As (V) com H_2O_2 e posterior determinação da concentração de As (V) total por cromatografia de íons.

Prepararam-se misturas de As (III) e As (V), em paralelo, nas seguintes concentrações: 2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ As (III) + 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ As (V) (*amostra 1*); 4 $\mu\text{g}/\text{mL}$ As (III) + 2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ As (V) (*amostra 2*); 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ As (III) + 3 $\mu\text{g}/\text{mL}$ As (V) (*amostra 3*). Em uma das paralelas adicionaram-se 5 gotas de H_2O_2 30% e aqueceu-se por aproximadamente 90 minutos para a oxidação do As (III) a As (V) e a seguir analisaram-se as amostras para a determinação da concentração total de As (V).

RESULTADOS

Na Tabela 1 encontram-se os resultados obtidos para as amostras 1, 2 e 3 antes da oxidação do As (III) a As (V). A Tabela 2 mostra os resultados obtidos para a concentração total de As (V) após a oxidação do As (III) a As (V).

Como pode-se observar, houve um aumento médio de 50% na concentração do As (V) em relação ao valor esperado, após

a oxidação, o que indica um provável aumento de sensibilidade na determinação do As (V) por causa da presença da água oxigenada na solução em análise.

vez que agentes fortemente oxidantes deterioram mais rapidamente a resina.

CONCLUSÕES

Conforme os resultados obtidos ao longo da pesquisa, podemos concluir que a presença de oxidantes fortes em soluções de As V provavelmente aumenta a sensibilidade de determinação por cromatografia de íons. É possível especiar o As III por cromatografia de íons se o oxidarmos e determinarmos posteriormente o arsênio V total, desde que a curva analítica do arsênio V tenha sido construída na presença de água oxigenada.

TABELA 1. Amostras Antes da Oxidação.

AMOSTRA	As III Adicionado ($\mu\text{g/mL}$)	As V Adicionado ($\mu\text{g/mL}$)	As V Obtido ($\mu\text{g/mL}$)
1	2,0	1,0	0,9
2	4,0	2,0	1,8
3	5,0	3,0	2,6

TABELA 2. Amostras Após a Oxidação.

AMOSTRA	As V total Esperado ($\mu\text{g/mL}$)	As V total Obtido ($\mu\text{g/mL}$)
1	3,0	4,5
2	6,0	8,7
3	8,0	12,7

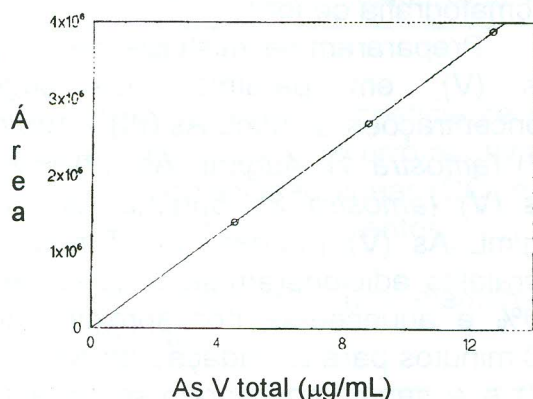


Figura 1. Relação entre área e concentração total de As V

Construiu-se uma curva da área do pico em função da concentração de As V total obtido. Como pode-se observar na Figura 1, existe uma linearidade entre as áreas e a concentração indicando que provavelmente, a oxidação foi quantitativa. O aumento na concentração pode ser devido à influência da água oxigenada na sensibilidade de determinação do As V. Estudar-se-á mais detalhadamente, a influência e conseqüências da utilização da água oxigenada na determinação de As V, uma

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] European Commission, Measurements and Testing Programme, Summary prepared by Ph. Quevauviller (1995) Conclusions of the Workshop - Trends in Speciation Analysis - an Overview of Discussions on Inorganic Speciation. Fresenius J. Anal. Chem., 351: 345-350.

[2] Pires, M.A.F. (1989) Aplicação da Cromatografia de Íons no Controle de Materiais de Interesse Nuclear. Tese, 4-30.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq – PIBIC