



4º Encontro Brasileiro sobre Especificação Química 9 - 12 de dezembro de 2014 Curitiba - PR

Determinação de As(III) e As total em extratos aquosos de solos por ICP OES empregando sistema de geração de hidretos

Jeniffer V. dos Santos^{1*} (PG), Vanessa C. G. dos Santos¹ (PG), Gilberto Abate¹ (PQ), Marco T. Grassi¹ (PQ), Betânia F. Pereira^{1,2} (PQ), Iara Messerschmidt¹ (PQ), Rosane Martinazzo² (PQ), *jeniffer.sfredo@gmail.com

¹Universidade Federal do Paraná, Departamento de Química (DQUI/UFPR) - Centro Politécnico, Jardim das Américas, 81531-990, Curitiba – PR;

²FAPEG/Embrapa Clima Temperado, BR 392, Km 78, CEP 96001-970, Pelotas, RS. ³CPACT - Embrapa Clima Temperado, BR 392, Km 78, CEP 96001-970, Pelotas, RS.

Palavras Chave: solo, xisto, arsênio, HG-ICP OES.

O elemento arsênio é um metaloide amplamente encontrado no ambiente associado a minérios de Mn e Fe, mais comumente encontrado em regiões de mineração. Em solos não poluídos pode estar em concentrações de 0,02 a 97 mg kg⁻¹, e em solos extremamente poluídos pode chegar a 38 600 mg kg⁻¹. A deposição de As no solo pode acontecer por meio de emissões atmosféricas, quando associados a particulados. O As pode ser encontrado no solo em estados de oxidação +3 e +5, sendo o primeiro mais tóxico por sua maior solubilidade em água. Há uma séria preocupação com relação ao As por sua toxicidade à biota e humanos, principalmente por seus efeitos carcinogênicos [1,2]. Neste contexto, foram realizadas análises de extratos de solo condicionados com diferentes doses de xisto retornado (XR) em campo para determinação de As(III) e As total. As amostras de solo receberam adubação de base (NPK) e adição de XR nas doses de 750 kg ha⁻¹ (T2) e 3000 kg ha⁻¹ (T4), sendo avaliadas também as amostras testemunha sem XR (T1) e testemunha absoluta sem XR e NPK (T5). Os extratos aquosos foram obtidos por experimento em batelada utilizando-se 2 g (± 0,1 mg) de solo e 40,00 mL de água ultrapura. A mistura foi agitada por 24 horas, centrifugada, filtrada (0,45 µm) e acidificada (HNO₃ 2%) [3]. Para as determinações por ICP OES com geração de hidretos, os extratos aquosos foram fortificados com padrões de As(III) e As(V), em concentrações de 2,50 µg L⁻¹ de cada padrão, totalizando 5,00 µg L⁻¹ de As total. Para o método de geração de hidretos foram empregados os seguintes reagentes: NaBH₄ (0,90 %), ácido cítrico/NaOH (40 %) em pH 4,5, HCl (5,0 mol L⁻¹). Utilizando-se as condições experimentais otimizadas, foram avaliados os parâmetros precisão e recuperação do método utilizado, cujos resultados podem ser observados na Tabela 1.

Tabela 1. Parâmetros avaliados para aplicação do método. As determinações foram efetuadas em triplicata.

| Amostra | As(III) | | | AsTotal | | |
|---------|--------------|---------|-------|--------------|---------|-------|
| | Concentração | RSD (%) | R (%) | Concentração | RSD (%) | R (%) |
| T1 | 2,40 | 3 | 97 | 4,75 | 5 | 95 |
| T2 | 2,72 | 2 | 109 | 5,30 | 8 | 106 |
| T4 | 2,80 | 5 | 112 | 5,45 | 3 | 109 |
| T5 | 2,70 | 7 | 108 | 5,05 | 4 | 101 |

Fortificações: 5,0 µg L⁻¹ total [2,5 µg L⁻¹ As(III) + 2,5 µg L⁻¹ As(V)], R = recuperação

Foram obtidas recuperações entre 95–112 % e RSD entre 2–8 %, sendo considerado um método adequado para a determinação e especificação de As nas amostras estudadas. As fortificações das amostras visaram confirmar os resultados, visto que para nas diferentes amostras não foram constatadas a presença tanto de As(III), como de As(V), visto que as concentrações estavam abaixo do limite de quantificação do método, 0,41 µg L⁻¹ e 0,37 µg L⁻¹ para As(III) e As(V), respectivamente. Isso sugere que os diferentes tratamentos com XR não causaram a contaminação do solo por As, ou esse elemento não é lixiviado em concentrações mensuráveis.

[1] Frentiu, T.; Butaciu, S.; Ponta, M.; Darvasi, E.; Senila, M.; Petreus, D.; Frentiu, M., J. Anal. At. Spectrom., 2014. DOI: 10.1039/c4ja00168k

[2] Tuzen, M.; Çitak, D.; Mendil, D.; Soyak, M., Talanta, 2009, 78, 52.

[3] Delay, M.; Lager, T.; Schulz, H. D.; Frimmel, F. H. Waste Management, 2007, 27, 248.