



**EMPREGO DE EXTRAÇÃO ASSISTIDA POR RADIAÇÃO MICRO-ONDAS E
PADRÃO DE INTERFERÊNCIA PARA ESPECIAÇÃO DE ARSÊNIO POR
HPLC-ICP-MS**

Amália G. G. Pessoa* (PG)^a, Clarice D. do Amaral (PG)^a, Mirian Cristina dos Santos (PQ)^b, George L. Donati (PQ)^a, Joaquim A. Nóbrega (PQ)^a Ana Rita A. Nogueira (PQ)

^aDepartamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, Brasil

^bDepartamento de Química, Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", Campus Ilha Solteira, SP, Brasil

^cGrupo de Análise Instrumental Aplicada, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos SP, Brasil

*e-mail: amaliaggd@yahoo.com.br

Em uma análise de especiação, o preparo de amostra é considerado crítico, pois requer cuidados adicionais para evitar perdas, contaminações e degradação das espécies originais. Esse tipo de análise pode ser realizado pelo acoplamento de técnicas, tais como HPLC e ICP-MS. Apesar de sua sensibilidade e capacidade multi-elementar, determinações por ICP-MS podem ser afetadas por interferências espectrais. Tais interferências são geralmente causadas por íons poliatômicos que apresentam massa/carga similares aos analitos e que não podem ser resolvidos em um analisador de massas do tipo quadrupolo (ICP-QMS). Uma nova alternativa para contornar o problema é o emprego do padrão de interferência (IFS), que consiste na utilização de uma espécie naturalmente presente no plasma para corrigir variações no sinal analítico devido a interferências espectrais. Diferentemente da padronização interna convencional, em que se utiliza uma espécie com características semelhantes ao analito, o método IFS usa como padrão uma espécie com comportamento semelhante ao interferente. A razão sinal analítico/IFS é, portanto, usada na construção da curva analítica de calibração e na medida dos sinais das amostras para minimizar os efeitos da variação do sinal do interferente sobre a exatidão.^[1] O objetivo deste trabalho foi o emprego da radiação micro-ondas para extrair espécies de As em amostras de ração de frango e a avaliação de um novo padrão de interferência na $m/z = 83$ para melhorar a exatidão em determinações por HPLC-ICP-MS. Para a análise de especiação, desenvolveu-se o seguinte procedimento: um volume de 8 mL de HNO_3 $0,28 \text{ mol L}^{-1}$ foi adicionado a 0,200 g de amostra e a mistura foi submetida a três programas de aquecimento, variando-se o tempo de extração (10, 20 e 30 min) sob temperatura constante de $100 \text{ }^\circ\text{C}$.^[2] A análise de especiação foi feita através do acoplamento HPLC-ICP-MS, utilizando uma coluna aniônica e fase móvel tampão fosfato $12,5 \text{ mmol L}^{-1}$ (pH 5,6) sob vazão de $1,0 \text{ mL min}^{-1}$. Como comparação, foi feita a determinação do teor total de As após a digestão da amostra assistida por radiação micro-ondas e determinação por ICP-MS. O valor de As total obtido foi de $0,37 \pm 0,01 \text{ mg kg}^{-1}$. Para a análise de especiação, os sinais analíticos ($^{75}\text{As}^+$) e do IFS ($^{83}\text{Kr}^+$) foram monitorados nas $m/z = 75$ e 83 , respectivamente. Nesse caso, o elemento Kr, que está presente como impureza no gás do plasma, foi avaliado como IFS. Comparando os diferentes tempos de extração avaliados, a extração por 30 min foi a que apresentou uma maior eficiência. Nesse caso, foi observado um único pico, referente à espécie As(V), que representou uma concentração de $0,358 \pm 0,06 \text{ mg kg}^{-1}$ (97% de recuperação). Para as extrações com 10 e 20 min, os teores de As(V) estavam abaixo dos limites de detecção e quantificação, i.e. $0,04$ e $0,14 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$. Um estudo de adição e recuperação das espécies As(V) e DMA foi realizado e valores de 93 e 105 % foram obtidos com o emprego do método IFS; por outro lado, valores de 273 e 317 % foram obtidos sem empregar IFS. A partir dos resultados obtidos, pode-se concluir que o emprego da radiação micro-ondas e extração com ácido diluído, aliados ao método IFS, podem ser alternativas interessantes para melhorar a exatidão na determinação de As por HPLC-ICP-MS.

CAPES, CNPq, FAPESP (2006/59083-9 e 2010/50238-5)

¹ Donati, G.L.; Amais, R.S.; Nóbrega, J.A. J. Anal. At. Spectrom., 2011, DOI 10.1039/c1ja10136f.

² Huang, J. H.; Ilgen G.; Fecher P. J. Anal. At. Spectrom., 25, 2010, 800.