

## **Avaliação de diferentes preparos de amostra para especiação de arsênio em tecido vegetal empregando ácido fórmico e radiação micro-ondas**

Clarice Dias Britto do Amaral<sup>1</sup>; Joaquim Araújo Nóbrega<sup>2</sup>; Ana Rita de Araujo Nogueira<sup>3</sup>;

<sup>1</sup>Aluna de doutorado em Química Analítica, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, clariceamaral@yahoo.com.br;

<sup>2</sup>Professor Associado do Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP;

<sup>3</sup>Pesquisadora, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP.

A obtenção de dados sobre espécies químicas requer cuidados que frequentemente dificultam a análise e, nesse sentido, pode-se destacar o preparo de amostra como uma etapa que pode acarretar erros ou até mesmo comprometer todo o procedimento de especiação. Ácidos diluídos têm sido utilizados como solução extratora em especiação de As nas mais distintas matrizes e a junção do ácido fórmico com a radiação micro-ondas mostra-se atrativa para a determinação de espécies de As (arsênio) por HPLC-ICP-MS. O objetivo do presente trabalho foi avaliar diferentes procedimentos de extração das espécies de As(III), As(V), DMA (ácido dimetilarsínico) e MMA (ácido monometilarsínico) utilizando ácido fórmico diluído e radiação micro-ondas, buscando um procedimento que promova a conservação das espécies de As, bem como uma extração eficiente. A amostra utilizada foi a forrageira *Brachiaria Brizantha* cv. Marandu cultivada em Latossolo Vermelho Escuro contaminado com As(V). Foram empregadas soluções de ácido fórmico nas concentrações de 2 e 5% v<sup>-1</sup> como extratores em procedimento assistido por radiação micro-ondas. Foram avaliadas as temperaturas de extração de 45 e 90°C, bem como os tempos de extração de 20, 40 e 60min. Visando avaliar possíveis interconversões ou mesmo perdas de espécies, foram realizados testes de adição e recuperação. Para a separação e determinação das espécies foi empregado o acoplamento HPLC-ICP-MS. Na separação cromatográfica utilizaram-se uma coluna de troca aniônica e como fase móvel tampão fosfato (K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>/KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, pH 5,6) 12,5 mmol L<sup>-1</sup>. Foi observada completa conversão de As(III) para As(V) no teste de adição e recuperação quando utilizando a solução de ácido fórmico 2% v<sup>-1</sup> como extrator. O emprego de solução de ácido fórmico 5% v<sup>-1</sup> não causou interconversões entre espécies de As. O meio extrator provavelmente foi o responsável por essa interconversão, já que para o mesmo meio (ácido fórmico 2% v<sup>-1</sup>) a espécie As(III) apresentou completa conversão para As(V), independente do tempo ou temperatura de extração. Quanto à eficiência de extração para a amostra estudada, ao se utilizar solução de ácido fórmico 2% v<sup>-1</sup> foi observada extração apenas de As(V) para os procedimentos conduzidos a 45°C (20 e 40 min) e extração de As(III) e As(V) para os demais procedimentos, com porcentagens de extração variando de 13 a 68%. Para os procedimentos empregando ácido fórmico 5% v<sup>-1</sup>, a condição empregando 45°C/20min foi a única capaz de extrair as 4 espécies de As, somando 67% de eficiência de extração; sob condições de 90°C/60min ocorreu a extração dos maiores teores de As total (86,6%). Por ser o procedimento mais agressivo, observou-se maior eficiência de extração, no entanto foram extraídas apenas espécies de As(III) e As(V). Como não foi possível obter simultaneamente extração quantitativa e estabilidade das espécies, optou-se pela conservação das mesmas.

**Apoio financeiro:**FAPESP 2006/59083-9, CAPES, CNPQ 48077/2010-1 e Embrapa Pecuária Sudeste.

**Área:** Qualidade de Produtos Agropecuários