

Determinación de arsénico(III) y arsénico(V) en aguas por espectrometría de absorción atómica con atomización electrotérmica (ET AAS), después de cromatografía de intercambio iónico

Valiente, L.⁽ⁱ⁾; Smichowski, P.⁽ⁱⁱ⁾; Ledesma, A.⁽ⁱⁱ⁾

⁽ⁱ⁾ Centro de Investigación y Desarrollo en Química y Petroquímica (CEQUIPE)

⁽ⁱⁱ⁾ Unidad de Actividad Química-Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA)

Los compuestos de arsénico pueden producir diversos efectos nocivos en el ser humano. Entre ellos podemos mencionar la teratogénesis, mutagénesis y carcinogénesis; la Agencia Internacional para la Investigación del Cáncer lo clasifica como potente carcinógeno.

La toxicidad del arsénico depende de su forma química; está comprobado que el As(III) es más tóxico que el As(V). De allí la importancia de contar con una metodología analítica con la sensibilidad, exactitud y precisión adecuadas para poder determinar las distintas especies químicas en que se encuentra el arsénico.

La determinación de arsénico en aguas es de gran importancia en nuestro país, porque en muchas regiones está presente en alto contenido en las aguas subterráneas. Mucho se ha investigado y aún se sigue estudiando acerca del HACRE, hidroarsenismo crónico endémico.

La diferencia en las constantes de disociación entre el ácido arsenioso ($pK_a = 9,29$) y el ácido arsénico ($pK_{a1} = 2,25$; $pK_{a2} = 6,76$; $pK_{a3} = 11,29$) permiten la separación de las especies inorgánicas de arsénico por intercambio iónico. Su separación es dependiente del pH. A pH neutro, el ácido arsenioso no se disocia y está presente en solución como una especie neutra. Por esta razón, el $As(OH)_3$ no se espera que quede retenido en una resina de intercambio aniónico. Por el contrario, As(V) está presente en solución acuosa como $H_2AsO_4^-$ y se espera que permanezca en la columna.

El objetivo del presente trabajo es:

- estudiar los parámetros físicos y químicos que afectan la retención/elución del As;
- determinar la eficiencia de la preconcentración de As(V);
- determinar selectivamente As(III) y As(V) en diferentes tipos de muestras de agua.

MATERIALES Y MÉTODOS

Instrumentación

Espectrómetro de Absorción Atómica Perkin Elmer, Modelo 5100 ZL equipado con horno de grafito con corrección de fondo por efecto Zeeman y con sistema de inyección automática en flujo, modelo FIAS-400.

Metodología

Medición

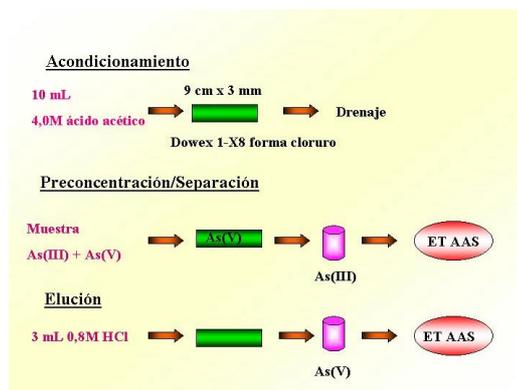


Fig. 1: Esquema del procedimiento analítico.

En la Figura 1 se esquematiza el procedimiento analítico empleado.

RESULTADOS

Validación del método y performance analítica

- Los estudios de Recuperación se realizaron sobre muestras sintéticas. Las Recuperaciones obtenidas van desde 92 a 106%.
- El Límite de Detección (LD) se calcula con el criterio de 3σ de la señal de blanco medida para 10 replicados. El LD para As(V) se corrige por el factor de preconcentración. Los LD obtenidos son: 4 ng/mL para As(III) y 4 ng/L para As(V).
- La desviación relativa (RSD) es de 0,7 a 1,3 % para agua corriente, de lago y de mar; calculada para 10 replicados de 20 ng/mL.
- El factor de preconcentración es de 100.
- Los ciclos de preconcentración/elución sin deterioro de la columna son 100.

En la Tabla I se dan los resultados obtenidos para tres muestras de agua de pozo provenientes de Venado Tuerto en la Provincia de Santa Fé.

Tabla I: Resultados

| Muestra ^a | As(V) (ng/mL) | As(V) (ng/mL) |
|----------------------|------------------|---------------------|
| | Este Trabajo | ICP-MS ^b |
| VT - 1 | 20,2 ± 1,1 | 19,8 ± 0,9 |
| VT - 2 | 62,2 ± 3,4 | 63,3 ± 3,3 |
| VT - 3 | 97,6 ± 4,5 | 90,1 ± 4,9 |

^a Venado Tuerto, Santa Fé, Argentina.

^b Departamento de Química Analítica, Universidad de Barcelona, España.

En la Tabla II se muestran las Recuperaciones obtenidas para mezclas que contienen diferentes relaciones en las concentraciones de As(III)/As(V).

Tabla II: Ensayos de Recuperación de As(III) y As(V)

| Muestras de Agua: | Presente en la mezcla | | Hallado | | % Recuperación | |
|-------------------|-----------------------|------------------|--------------------|------------------|--------------------|------------------|
| | As(III) (ng/mL) | As(V) (ng/mL) | As(III) (ng/mL) | As(V) (ng/mL) | As(III) (ng/mL) | As(V) (ng/mL) |
| | Corriente | 5 | 5 | 4,9 | 4,7 | 98 |
| Mar | 10 | 50 | 9,2 | 47 | 92 | 94 |
| Mar | 0 | 0,5 | --- | 0,53 | --- | 106 |
| Lago | 50 | 100 | 47 | 105 | 94 | 105 |

CONCLUSIONES

- La cromatografía de intercambio iónico en conjunto con la espectrometría de absorción atómica con atomización electrotérmica provee un método simple y confiable para la separación de especies inorgánicas de arsénico y la preconcentración del As(V). Un factor de preconcentración de 100 es obtenido.
- El As(V) es retenido por la resina, hasta un volumen mayor de 300 mL y el Límite de Detección alcanzado es de 4 ng/L.
- Hasta el presente no hay evidencias que el sistema permita la interconversión de las especies.

Este trabajo se publicará en Atomic Spectroscopy, 23(3), 92-97 (2002).

Para mayor información contactarse con:

Patricia Smichowski – smichows@cnea.gov.ar

[Volver a página principal](#) ◀