

VALIDACIÓN DE UN METODO PARA LA CUANTIFICACION DE VANADIO EN AGUA DE BEBIDA POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA – ATOMIZACIÓN ELECTROTÉRMICA

María A. Astolfo, Ignacio G. Bressán, Patricia N. Quiroga, Adriana E. Piñeiro

CENATOXA, Cátedra de Toxicología y Química Legal, Facultad de Farmacia y Bioquímica, UBA. Junín 956 (1113), CABA, BsAs. Argentina. Tel/Fax: 54-11-4964-8283/8284. Email: aastolfo@ffyb.uba.ar

Introducción:

El vanadio (V) es un metal de transición grisáceo, dúctil y brillante. En la corteza terrestre ocupa el vigésimo segundo lugar entre los elementos más abundantes, con una presencia de 0,014 a 0,02%. Es un elemento esencial en los organismos fotosintéticos, pero en el humano no se conoce con certeza una función fisiológica y es considerado un potencial agente carcinógeno con propiedades mutagénicas y genotóxicas. Los niveles de V en el ambiente al que se incorporan fundamentalmente como consecuencia de las actividades antrópicas, dependen de diferentes factores como las condiciones climáticas, la localización geográfica y las condiciones de urbanización. En población no expuesta laboralmente la principal fuente de exposición son los alimentos. En diferentes zonas de Argentina este elemento se encuentra en concentraciones elevadas en aguas subterráneas, generalmente asociado a arsénico y flúor. Estudios científicos informan niveles de V en agua subterránea de la llanura pampeana en un amplio rango (< 9,0 a 2640,0 µg/L). La Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (EPA) establece como concentración máxima permitida en agua de bebida hasta 100,0 µg/L. Por todo lo expresado resulta relevante contar con técnicas que permitan evaluar los niveles de V en agua de bebida de diferentes regiones de la Argentina.

Objetivo:

Desarrollar y validar una metodología analítica sencilla mediante espectrometría de absorción atómica – atomización electrotérmica con corrección Zeeman que permita cuantificar V en muestras de agua de bebida

Método:

La cuantificación de V se efectuó por absorción atómica-atomización electrotérmica con corrector de fondo Zeeman en equipo Varian Spectra AA 240Z acoplado a GTA 100 con inyector automático a una longitud de onda de 318,5 nm, con un ancho de banda de 0,2 nm.

Se trabajó en tres rangos de concentraciones: bajo; intermedio y alto utilizando en cada uno el método de adición estándar empleando soluciones de trabajo de 20,0 µg/L, 150,0 µg/L, 600,0 µg/L respectivamente. En el rango bajo se aplicó la metodología de inyección múltiple en caliente, como estrategia de concentración. En todos se utilizó nitrato de magnesio al 0,03% como modificador de matriz y ácido nítrico libre de metales 0,01N como blanco de reactivos y como diluyente de patrones y muestras.

Resultados:

En todos los rangos se comprobó estadísticamente la linealidad utilizando el test de significación del coeficiente de correlación. Los rangos lineales de las curvas baja, intermedia y alta fueron de 0,5 a 20,0 µg/L, de 15,0 a 150,0 µg/L y de 60,0 a 600,0 µg/L respectivamente. Los límites de detección (calculados como el promedio de diez lecturas del blanco ± 3 veces la desviación estándar) fueron de 0,2; 4,0 y 23,0

$\mu\text{g/L}$ para cada rango y los límites de cuantificación (calculados como el promedio de diez lecturas del blanco ± 10 veces la desviación estándar) fueron de 0,4; 9,1 y 56,6 $\mu\text{g/L}$. La precisión intra e inter-ensayo se estudió a tres concentraciones en el rango lineal de cada curva. El rango bajo presentó un intervalo de CV% de 3,0 a 5,3% intra-ensayo (2, 8 y 16 $\mu\text{g/L}$) y de 6,3 a 12,0 % inter-ensayo (2, 8 y 16 $\mu\text{g/L}$). El intermedio presentó un intervalo de CV% de 1,3 a 6,2% intra-ensayo (15, 75 y 150 $\mu\text{g/L}$) y de 4,9 a 10,8 % inter-ensayo (15, 75 y 150 $\mu\text{g/L}$) y el alto presentó un intervalo de CV% de 1,3 a 6,2% intra-ensayo (60, 240 y 540 $\mu\text{g/L}$) y de 5,0 a 8,4 % inter-ensayo (60, 240 y 540 $\mu\text{g/L}$). El sesgo de las metodologías se determinó mediante el empleo de un material de referencia certificado (MRC), no encontrándose diferencias significativas entre el valor medio calculado y el valor convencionalmente verdadero ($p < 0.05$) para los rangos intermedio y alto. Este parámetro no fue evaluado en el rango bajo de trabajo, dado que la dilución necesaria a realizar para poder determinarlo a este nivel provocaría un gran incremento del error.

Se procesaron 55 muestras de agua de bebida provenientes de una región endémica de HACRE. El rango de concentraciones de V obtenido estuvo comprendido entre $<0,4$ a 650 $\mu\text{g/L}$.

Conclusión:

El método validado tiene una adecuada linealidad, veracidad y precisión, no requiere tratamiento previo de las muestras de agua de bebida. Es rápido y sencillo. La aplicación de este método para cuantificar V en muestras de agua de bebida de una zona de Argentina, provee datos que muestran la presencia de este metal en un amplio rango de concentraciones ($<0,4$ a 650,0 $\mu\text{g/L}$). Asimismo la validación de tres rangos de concentración brinda la posibilidad de utilizar al intermedio como primera elección frente a una muestra desconocida y, ante concentraciones fuera de su linealidad, trabajar con curvas que aseguran la calidad del resultado obtenido.

Bibliografía:

- Cassella, R.J., Olivera, E.P., y Magallanes, O.I.B. (2006). Direct determination of vanadium in high saline produced waters from offshore petroleum exploration by electrothermal atomic absorption spectrometry. *Talanta*, 69(1), 48-54
- Bermejo-Barrera, P., Beceiro-Gonzalez, E., Bermejo-Becerra, A., y Bermejo-Martinez, F. (1990). Determination of Vanadium in Water by Electrothermal Atomisation Atomic Absorption Spectrometry After Extraction With 8- Hydroquinoline in Isobutyl Methyl Ketone. *Analyst*. 115. 545-547.