

DETERMINAÇÃO DE Hg EM MATERIAL BIOLÓGICO POR CV AAS APÓS DECOMPOSIÇÃO EM SISTEMA ABERTO A 150 °C

ORESTE, Eliézer Quadro¹; OLIVEIRA, Richard Macedo²; NUNES, Adriane Medeiros²; VIEIRA, Mariana Antunes²; RIBEIRO, Anderson Schwingel².

¹Programa de Pós-Graduação em Química, Laboratório de Metrologia Química (Lab Me Qui), Universidade Federal de Pelotas (UFPel) – eliezerquadro@gmail.com

²Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos, Laboratório de Metrologia Química (Lab Me Qui), Universidade Federal de Pelotas (UFPel) – andersonsch@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

O Hg é um poluente global identificado como altamente tóxico, além de ser acumulativo e persistente no meio ambiente e biota. Sua dispersão é devido a emissões naturais ou por ações antropogênicas, podendo ter significativas rotas de ingestão para os humanos através do consumo de gêneros alimentícios, principalmente de origem marinha.¹ Sendo assim, fica evidente a necessidade do desenvolvimento e validação de metodologias analíticas para a determinação e controle deste metal tóxico em alimentos.

Para a determinação de Hg, a espectrometria de absorção atômica com vapor frio (CV AAS) é um dos métodos mais utilizados, devido a sua alta sensibilidade e facilidade de operação.² Contudo, a etapa de preparo de amostra torna-se a mais crítica, pois erros de análise podem ser constatados devido à alta volatilidade desse metal. Uma alternativa para a digestão de amostras para a determinação de elementos voláteis é a utilização de sistemas fechados, principalmente assistidos por micro-ondas, pois assim o risco de perdas de analito por volatilização e de contaminação são minimizados.^{3,4}

Junto à eficiência desses sistemas fechados está atribuído um alto custo, tornando inviável para muitos laboratórios de pesquisa a decomposição de matrizes as quais necessitam de temperaturas relativamente elevadas para a total decomposição e a determinação de elementos voláteis. Sendo assim, na intenção de alcançar a mesma eficiência em decomposição sem perdas de analito por volatilização, estudos utilizando sistemas de digestão aberto torna-se atrativos, devido a sua simplicidade e baixo custo de operação. O presente trabalho tem como objetivo a apresentação de um novo sistema com dedo frio para decomposição de amostras biológicas a uma temperatura de 150 °C para a sua posterior determinação de Hg, o que se tornaria extremamente inviável quando comparado com um sistema aberto convencional de decomposição ácida.

2. MATERIAL E MÉTODOS

O sistema proposto para decomposição ácida trata-se de um sistema de dedo frio (*cold finger*), o qual foi desenvolvido para uso de tubos de digestores comerciais, proporcionando o refluxo dos vapores gerados, aproveitando ao máximo a capacidade de decomposição e minimizando as perdas de reagentes e analitos a altas temperaturas.

Ao sistema proposto foram avaliadas diferentes temperaturas de decomposição em uma faixa de 80 a 160 °C para padrões aquosos e os resultados obtidos foram comparados aos utilizando um sistema aberto de decomposição ácida convencional. Posteriormente, materiais de referência

certificados (CRM) foram utilizados a fim de avaliar a exatidão da metodologia proposta. Para tal processo, uma faixa de 0,10 a 0,25 g de amostra foram digeridas com 2 mL de HNO_3 por 2 horas em bloco digestor a temperaturas de 120 e 150 °C, tanto para o sistema totalmente aberto como para o sistema utilizando o dedo frio.

No procedimento de leitura instrumental por CV AAS, foi utilizado como reagente redutor o SnCl_2 em uma concentração de 0,5 % m/v em meio de HCl 3,0 % v/v, a fim de reduzir a espécie inorgânica do metal a sua forma fundamental, e então apta para a absorção de energia. Curvas de calibração para o analito em uma faixa de 2,5 a 10 $\mu\text{g L}^{-1}$ foram construídas no mesmo meio de preparo das amostras. A Figura 1 ilustra um esquema do sistema de CV AAS utilizado.

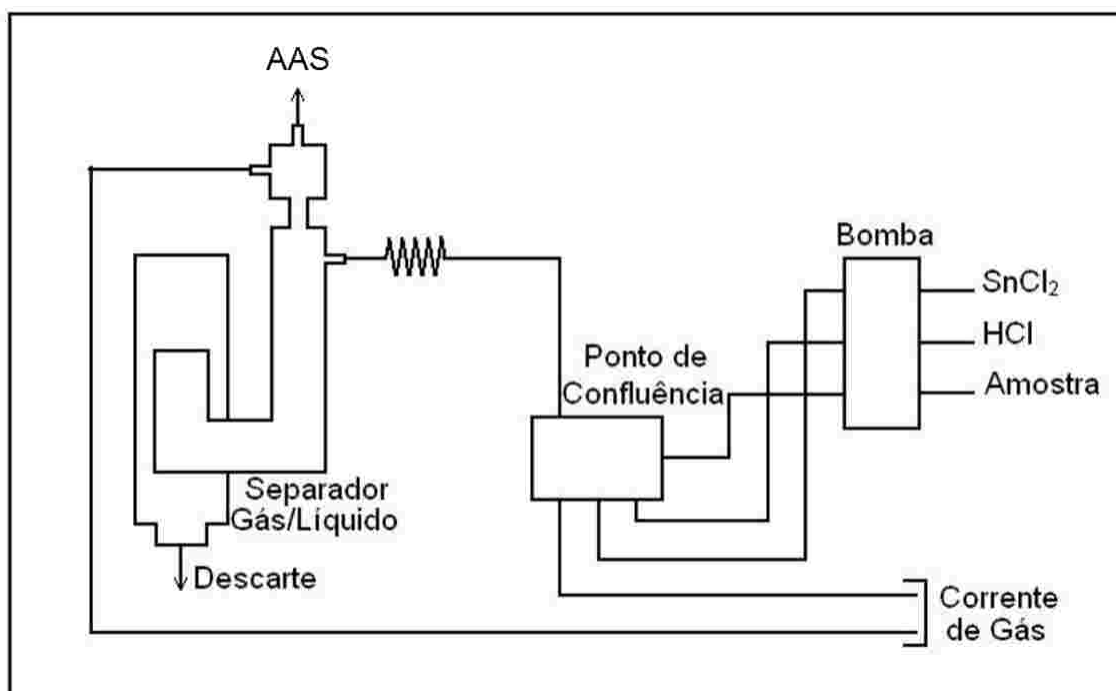


Figura 1 – Sistema de CV AAS.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

A fim de assegurar a eficiência do sistema de dedo frio, um estudo avaliando o efeito da temperatura no preparo das amostras foi realizado, o qual mostrou que com o aumento da temperatura de 80 a 160 °C, não houve perdas do analito por volatilização pelo sistema proposto, o mesmo não foi observado com o sistema comercial convencional. A 80 °C, embora não haja perdas pelos dois sistemas, essa temperatura é insuficiente para quebrar as ligações dos compostos orgânicos e não consegue converter o Hg para forma inorgânica, levando a resultados inadequados.

Os resultados para a determinação de Hg nos CRMs por CV AAS após decomposição em diferentes temperaturas tanto no sistema de dedo frio proposto como em sistema totalmente aberto estão expressos na Tabela 1.

Tabela 1 – Resultados para determinação de Hg em CRMs. Valores em mg kg⁻¹. (n=3)

MRC	Valor Certificado	Digestão a 120 °C		Digestão a 150 °C	
		Valor Encontrado (Sistema aberto)	Valor Encontrado (Dedo frio)	Valor Encontrado (Sistema aberto)	Valor Encontrado (Dedo frio)
DOLT 4*	2,58 ± 0,22	1,70 ± 0,28	2,39 ± 0,07	0,97 ± 0,10	2,33 ± 0,15
DORM 3**	0,382 ± 0,060	0,328 ± 0,003	0,358 ± 0,004	0,231 ± 0,009	0,327 ± 0,006
TORT 2***	0,27 ± 0,06	0,20 ± 0,01	0,25 ± 0,01	0,19 ± 0,02	0,23 ± 0,01

*Fígado de Peixe; **Proteína de Peixe; ***Hepatopâncreas de Lagosta

Para uma temperatura de 120 °C observa-se uma grande diferença no valor encontrado na concentração do valor certificado para a amostras DOLT 4 com o sistema convencional. Em comparação, o sistema proposto não apresentou este problema, apresentando valores concordantes para todas as amostras investigadas.

Com o aumento da temperatura para 150 °C, as perdas são ainda maiores para o sistema convencional, levando a resultados discrepantes dos esperados para todas as amostras, enquanto que o sistema proposto, todas as amostras apresentaram resultados dentro da faixa de tolerância na concentração do CRMs.

4. CONCLUSÕES

O novo sistema proposto utilizando o dedo frio permitiu o desenvolvimento de um método seguro para decomposição de amostras biológicas para posterior determinação de Hg total por CV AAS, apresentando simplicidade, aliada a exatidão e precisão, além de um baixo custo, quando comparado com o sistema de decomposição com forno de micro-ondas, que chega ter um custo 10 vezes superior. Assim, certamente o sistema poderá ser disponibilizado a todos os laboratórios, tanto na pesquisa, quando em laboratórios que fazer análises de rotina, pois dependendo de como o sistema é montado, pode-se mineralizar simultaneamente até 40 amostras. Com isso, novas linhas de estudo para a determinação de outros elementos voláteis em diferentes tipos de matrizes se tornam atrativas para posteriores trabalhos.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e ao Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) pelo apoio financeiro e bolsas concedidas.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- MOREL, F. M. M.; KRAEPIEL, A. M. L.; AMYOT, M. The chemical cycle and bioaccumulation of mercury. **Annual Review of Ecology, Evolution and Systematics**. v. 29 , p. 543-566, 1998
- TAKASE, I.; PEREIRA, H. B.; LUNA, A. S.; GRINBERG, P.; CAMPOS, R. C. A geração química de vapor em espectrometria atômica. **Química Nova**, v. 25, n. 6B, p. 1132-1144, 2002.

3. BURGUERA, J. L.; BURGUERA, M. Recent on-line processing procedures for biological samples for determination of trace elements by atomic spectrometric methods. **Spectrochimica Acta Part B**, v. 64, p. 451-458, 2009.
4. MURPHY, J.; JONES, P.; HILL, S. J. Determination of total mercury in environmental and biological samples by flow injection cold vapour atomic absorption spectrometry. **Spectrochimica Acta Part B**, v. 51, p. 1867-1873, 1996.