

Estudo da geração fotoquímica de vapor para a determinação de espécies de Hg em amostras biológicas por CV-AAS

Mariana Antunes Vieira^{1*} (PG), Anderson Schwingel Ribeiro¹ (PQ), Adilson José Curtius¹ (PQ) e Ralph Edward Sturgeon² (PQ). *mariana@qmc.ufsc.br

¹Universidade Federal de Santa Catarina, Departamento de Química, Florianópolis, SC, Brasil, 88040 900

²National Research Council Canada, Institute for National Measurement Standards, Ottawa, ON, Canada, K1A 0R9

Palavras Chave: mercúrio, metilmercúrio, redução fotoquímica, geração de vapor, ácido fórmico, TMAH.

Introdução

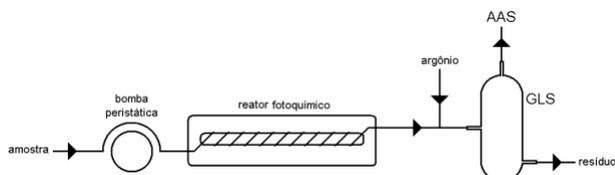
Atualmente, novas formas de gerar vapores de espécies voláteis para a detecção de elementos por técnicas de espectrometria atômica estão sendo investigadas. Uma alternativa para a redução química convencional com agentes como o NaBH_4 , SnCl_2 , é o uso da redução fotoquímica. Esta alternativa é baseada na exposição da amostra em meio de ácidos orgânicos de baixo peso molecular (p. ex. ácido fórmico ou ácido acético) à radiação ultravioleta (UV). A ação da radiação UV decompõe os compostos orgânicos e inorgânicos resultando na formação de compostos intermediários voláteis. Embora a atuação da radiação UV seja de natureza catalítica, na presença de certas substâncias orgânicas, resulta a formação de radicais, como $\text{H}\cdot$ e $\text{CO}\cdot$, que se fotoreduzem para a produção de hidrogênio, promovendo então a fotoredução das espécies.

Neste trabalho, a técnica de CV-AAS baseada na redução fotoquímica pela exposição da amostra à radiação UV é apresentada para a determinação de Hg total e de CH_3Hg^+ em tecidos biológicos. O emprego do hidróxido de tetrametilamônio (TMAH) como um novo reagente para a geração fotoquímica de vapor também é descrito.

Resultados e Discussão

O preparo das amostras foi realizado de duas maneiras: (a) solubilização com 10% v/v de HCOOH ou com 2,5% m/v de TMAH para a determinação de Hg total e (b) solubilização com 2,5% m/v TMAH diluído 1 + 19 com solução de 10% v/v H_3CCOOH para a determinação seletiva de CH_3Hg^+ .

As condições experimentais de geração fotoquímica de vapor como o tempo de irradiação e as concentrações dos reagentes, foram otimizadas. O sistema utilizado para a geração e separação do vapor é apresentado no esquema abaixo.



30ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

A eficiência do sistema de redução fotoquímica foi estimada como sendo de 95% através da comparação da resposta obtida com o sistema convencional de redução química usando 0,5 % m/v de SnCl_2 em 3 % v/v de HCl .

Além do HCOOH mostrar-se um reagente eficaz para a determinação de Hg total, o TMAH também mostrou-se adequado para ser utilizado na geração fotoquímica de vapor. Ambos reagentes mostraram serem capazes de estabilizar o analito e promoveram a redução de Hg^{2+} e CH_3Hg^+ para Hg^0 por exposição à radiação UV. A determinação seletiva de CH_3Hg^+ foi realizada em condições especiais, usando baixa concentração de TMAH e adição de H_3CCOOH com ajuste de $\text{pH} = 0,3$ com HCl .

As exatidões dos métodos desenvolvidos foram verificadas pela análise de diferentes materiais biológicos de referência certificados usando curvas de calibração externa com padrões aquosos de Hg^{2+} e os resultados encontrados foram concordantes com as concentrações certificadas. Os limites de detecção foram: 6 ng/g para o Hg total usando o HCOOH , 8 ng/g para o Hg total usando o TMAH e 10 ng/g para o CH_3Hg^+ .

Conclusões

- A geração fotoquímica de vapor com radiação UV combinada com a AAS para análise de amostras solubilizadas com HCOOH ou TMAH mostrou-se adequada para a determinação de espécies de Hg em tecidos biológicos.
- A metodologia desenvolvida não requer extensivo tratamento da amostra e elimina a necessidade de se usar agentes redutores (instáveis e caros), com uma significativa diminuição na produção de resíduos.
- Os limites de detecção obtidos são comparáveis aos dos métodos convencionais para a determinação de Hg por CV-AAS.

Agradecimentos

CNPq e National Research Council Canada.

¹ Guo, X.; Sturgeon, R. E.; Mester, Z. e Gardner G.J.; *Anal. Chem.* **2003**, *75*, 2092

² Bendl, R. F.; Madden, J. T.; Regan, A. L. e Fitzgerald, N. *Talanta* **2006**, *68*, 1366.