

Especiação de mercúrio em amostras de peixes empregando injeção em fluxo e espectrometria de fluorescência atômica.

Gabriel Gustinelli Arantes de Carvalho^{1,2}(IC)*; José Roberto Ferreira^{3,1}(PQ). *ggcarvalho@cena.usp.br

¹Centro de Energia Nuclear na Agricultura. Av. Centenário, 303, CEP 13400-970, Piracicaba SP. ²Universidade Metodista de Piracicaba. Rod. do Açúcar, Km. 156, CEP 13400-911, Piracicaba SP. ³Pólo Regional do Centro Sul Piracicaba-APTA, SP. Av. Alberto Coral, 1500, CEP 13412-050, Piracicaba SP.

Palavras Chave: Especiação de Hg, CH₃Hg, FI-AFS, TMAH, peixes.

Introdução

A toxicidade dos elementos químicos não depende somente de sua concentração, mas principalmente de sua forma química. Em relação ao mercúrio, CH₃Hg constitui-se na forma mais tóxica do elemento, estando presente em grandes proporções nos peixes, os quais representam a principal fonte de Hg para o homem. Desta forma, o objetivo deste trabalho foi desenvolver um método para especiação química de Hg, na sua forma total e inorgânica, em amostras de peixes empregando injeção em fluxo e espectrometria de fluorescência atômica (FI-AFS), com ênfase na redução do consumo de reagentes e na geração de efluentes resultantes.

Resultados e Discussão

O sistema apresentado (Figura 1) constitui-se de uma bomba peristáltica, um injetor manual e um detector AFS Merlin (PS Analytical). Modificações foram realizadas^{1,3} objetivando aumento da sensibilidade e redução do consumo de reagentes. Neste sentido, 100mg de amostra foram extraídos a frio em meio de 4,0mL TMAH (25% m/v) por 15'.^{1,3} Concentrações e vazões dos reagentes encontram-se resumidas na Figura 1.

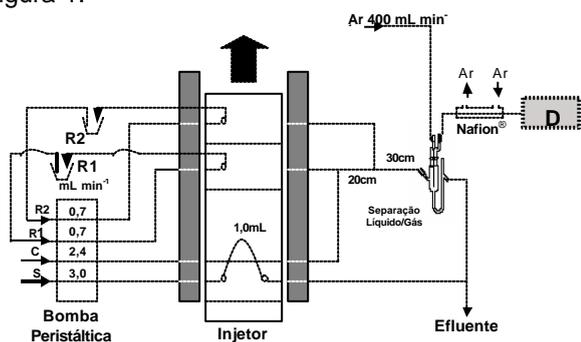


Figura 1. Diagrama de fluxos. S = amostra; C = carregador (HCl 0,1M); R1 = 0,1% KMnO₄ ou 0,1% L-cisteína; R2 = 0,5% ou 1,0% SnCl₂; D = detector.

O mesmo diagrama de fluxos foi utilizado para determinar ambas as espécies de Hg, alterando apenas os reagentes R1 e R2. No caso dos teores totais, R1 = 0,1% KMnO₄ e R2 = 0,5% SnCl₂, e para os inorgânicos, R1 = 0,1% L-cisteína e R2 = 1,0% SnCl₂. O Hg orgânico foi determinado pela diferença

entre o total e o inorgânico. O uso de KMnO₄ em linha possibilita a oxidação de espécies orgânicas de Hg a Hg²⁺,^{1,2} dispensando procedimentos laboriosos de digestão em batelada. Este reagente foi eficaz em concentrações =0,1%, porém quando em excesso, dificulta a redução do Hg²⁺. A associação de KMnO₄ com o redutor NaBH₄ proposta anteriormente^{1,2} não foi eficiente, e sinais analíticos maiores foram obtidos quando SnCl₂ foi empregado, em concentrações =0,5%. L-cisteína mostrou-se essencial na especiação de Hg em peixes (conc. =0,1%), liberando na solução Hg²⁺ que estava ligado à matéria orgânica, e formando complexos muito estáveis com espécies orgânicas de Hg, impedindo-as de serem reduzidas pelo SnCl₂.³ Os resultados da análise do Material de Referência Certificado DORM-2 (*dogfish*) estiveram nos intervalos estabelecidos pelos desvios-padrões dos valores esperados (Tabela 1). O limite de detecção para Hg total e inorgânico foi 0,059 e 0,070 µg L⁻¹, respectivamente. O método mostrou-se reprodutível (±1,1%), e perdas de analito não foram verificadas após 07 dias (5°C) de obtenção do extrato.

Tabela 1. Exatidão do método proposto.

	mgKg ⁻¹ Hg total	mgKg ⁻¹ Hg orgânico
Certificado	4,64 ±0,26	4,47 ±0,32
Obtido	4,60 ±0,05	4,20 ±0,07
Recuperação	99,13%	93,95%

Conclusões

Este trabalho apresentou um método simples, rápido e econômico para especiação de Hg em amostras de peixes. A associação do sistema FI com AFS proporciona grande sensibilidade e linearidade, e baixo consumo de reagentes, o que reduz o custo de análise e a geração de efluentes.

Agradecimentos

Ao CNPq – Bolsa IC, processo 110751/2005-1.

¹ Tao, G.; Willie, S. N. e Sturgeon, R. E. *The Analyst* **1998**, 123, 1215.

² Guo, T. e Baasner, J. *Anal. Chim. Acta*, **1993**, 278, 189-196.

³ Tao, G.; Willie, S. N. e Sturgeon, R. E. *JAAAS* **1999**, 14, 1929.