

Avaliação de procedimentos de digestão de hepatopâncreas de lagosta visando à determinação de Se por HG AAS.

Vivian M. O. Carioni (PG) *, Juliana Naozuka (PQ), Cassiana S. Nomura (PQ)

*vivian.carioni@gmail.com

Centro de Ciências Naturais e Humanas, Universidade Federal do ABC, CEP 09210-170, Santo André, SP, Brasil

Palavras Chave: Selênio, Hepatopâncreas de Lagosta, Geração de Hidretos, Espectrometria de Absorção Atômica.

Introdução

Em organismos marinhos em geral são encontrados altos níveis de Se, podendo ser utilizados como bioindicadores na avaliação de risco ambiental¹. Para a determinação de Se nesse tipo de amostra vários métodos podem ser empregados, destacando a geração de hidretos acoplada a técnicas de absorção e emissão atômica como as mais usuais. No entanto, em organismos como ostras, moluscos peixes e crustáceos, a maior parte do Se está associado a compostos orgânicos como a selenometionina, que conferem uma maior estabilidade química ao elemento, impedindo a formação do seu hidreto¹. Para contornar esse problema, é necessário um rigoroso procedimento de digestão da amostra para decompor os compostos estáveis de Se, possibilitando assim a sua determinação por geração de hidretos². Nesse contexto, no presente trabalho foram avaliados diferentes procedimentos de tratamento de amostra de hepatopâncreas de lagosta visando à determinação de Se por espectrometria de absorção atômica com geração de hidretos (HG AAS).

Resultados e Discussão

A formação de hidretos voláteis, por ser específica, requer a conversão de espécies em formas apropriadas. A espécie formadora de hidreto de Se é o Se(IV), sendo assim é de suma importância submeter os tecidos de organismos marinhos a procedimentos de digestão, para a destruição da matriz orgânica, seguida de procedimento de redução do Se(VI) à Se(IV). Materiais de referência certificados (CRM) de hepatopâncreas de lagosta (TORT-1 e TORT-2) foram utilizados no estudo. Para a digestão desses CRMs foi usado um massa de 200 mg e três misturas: (1) HNO₃ 10 % v/v, H₂SO₄ 14,7% v/v e H₂O₂ 1,4% v/v; (2) HNO₃ 6,8% v/v e H₂O₂ 2,7% v/v; (3) Água régia 10% v/v. Essas misturas foram submetidas à digestão em forno de microondas com cavidade utilizando o seguinte programa de aquecimento: (Temperatura, °C; Rampa, min; Patamar, min): (140, 5, 1), (180, 8, 2) e (220, 4, 10). Às soluções remanescentes foi adicionado HCl 16% v/v. As amostras foram submetidas à aquecimento em forno de microondas com cavidade a uma potência de 250 W por 2 min para promover a redução do Se(VI) para Se(IV). As determinações foram feitas em um espectrômetro da AnalytikJena, Jena, Alemanha. Os parâmetros

instrumentais utilizados foram: λ = 193,7; I = 4,0 mA, resolução espectral = 0,8 nm. Hidretos foram gerados com solução de NaBH₄ 2% m/v e HCl 6 mol l⁻¹. Os resultados estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Determinação de Se em hepatopâncreas de lagosta por HG AAS após diferentes procedimentos de tratamento de amostra.

CRM	Mistura	Concentração, $\mu\text{g g}^{-1}$ (n=3)
TORT-1	1	7,22 $\pm$ 0,18
TORT-2	2	5,53 $\pm$ 0,06
TORT-2	3	3,91 $\pm$ 0,52

*Valor certificado de Se: TORT-1= 6,88 $\pm$ 0,47 $\mu\text{g g}^{-1}$; TORT-2 = 5,63 $\pm$ 0,67 $\mu\text{g g}^{-1}$

Dentre os reagentes empregados no procedimento de digestão da amostra, as misturas 1 e 2 resultaram na recuperação de 105 e 98% de Se, indicando que ambas foram eficientes na decomposição dos compostos orgânicos de Se e na sua conversão para formas geradoras de hidretos. O contrário foi observado para a mistura 3, com recuperação de apenas 69,5%. Embora alguns trabalhos relatem dificuldades na decomposição de selenocompostos utilizando a digestão ácida com HNO₃ e H₂O₂ em microondas², a utilização do HNO₃ diluído mostrou-se muito eficaz da degradação desse composto. Isso pode ser explicado devido à interferência provocada pelos nitritos voláteis residuais provenientes do HNO₃³, que foi minimizada com a diluição do ácido.

Conclusões

O uso das misturas compostas por HNO₃/H₂SO₄/H₂O₂ e HNO₃/H₂O₂, aliadas à digestão em sistema de microondas, foram as mais eficientes para promover a decomposição dos compostos orgânicos de Se presentes em tecido de peixe, possibilitando a sua determinação por HG AAS.

Agradecimentos

UFABC, FAPESP, Capes, IQ-USP e Prof. Dr. Pedro V Oliveira (IQ-USP).

¹Chatterjee et al., *Analytica Chimica Acta*, **2001**, 436, 253.

²Lavilla, et al., *Analytica Chimica Acta*, **2007**, 591, 225.

³Nunes et al, *Spectrochimica Acta Part B*, **60**, 2005, 731.