

Avaliação da Influência da Temperatura na Secagem de Amostras Biológicas para Posterior Determinação de Espécies de Mercúrio

Cezar A. Bizzi (PG)¹, Lucas Schmidt (PG)¹, Camila de L. Knorr (PG)¹, Mariane B. Cansian (IC)¹, Edson I. Müller (PQ)¹, Valderi L. Dressler (PQ)¹, Érico M. M. Flores (PQ)¹, Fábio A. Duarte (PQ)^{2*} (*fabioand@gmail.com*)

¹ Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, 97105-900, Santa Maria, RS, Brasil

² Escola de Química e Alimentos, Universidade Federal de Rio Grande, 96201-900, Rio Grande, RS, Brasil

Palavras Chave: *preparo de amostras, mercúrio, especiação, LC-CVG-ICP-MS.*

Introdução

O mercúrio (Hg) é considerado um dos poluentes ambientais mais nocivos. A toxicidade dos compostos de Hg depende de sua forma química e concentração. O Hg é encontrado, principalmente, na forma elementar (Hg^0), inorgânica (Hg^{2+} e Hg_2^{2+}) e orgânica (CH_3Hg^+ e $(\text{CH}_3)_2\text{Hg}$). A principal via de exposição humana é através do consumo de frutos do mar, em especial peixes, onde grande parte do Hg (> 90%) é encontrado na forma orgânica, a mais tóxica. Devido às diferentes toxicidades de cada espécie, a determinação da concentração total de Hg não é suficiente. Desta forma, a análise de especiação é importante para a compreensão do metabolismo das espécies de Hg e as biotransformações que podem ocorrer na cadeia alimentar. Dentre as etapas mais importantes na análise de especiação, o preparo da amostra é a etapa mais crítica, devido às limitações relacionadas com a extração das espécies. Ademais, apesar de pouco material encontrado na literatura, durante a etapa de secagem diferentes espécies químicas de Hg, principalmente as orgânicas, podem sofrer interconversão, o que pode acarretar em uma interpretação inexata. Portanto, neste trabalho foi feita uma avaliação da influência da temperatura e do tipo de secagem na estabilidade de espécies de Hg em amostras de peixe. Para identificação e quantificação das espécies de Hg, foi utilizada a cromatografia a líquido de alta eficiência com geração química de vapor acoplada a espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (LC-CVG-ICP-MS).

Resultados e Discussão

As amostras de peixes, adquiridas no comércio local, foram secas em estufa, sob diferentes temperaturas (50, 75, 100, 125, 150 e 175 °C), 1, 2, 4, 8, 12 e 24 h, além da secagem em micro-ondas e liofilizador. Posteriormente, as amostras foram cominuidas em moedor criogênico e mantidas em dessecador, protegidas da luz, até o momento da extração. A extração das espécies de Hg foi feita utilizando 6 mL de L-cisteína (1% m/v) com agitação manual por 5 min. A exatidão do procedimento de extração foi avaliada utilizando materiais de

referência certificados. Após a extração, as amostras foram submetidas à separação cromatográfica, utilizando uma coluna C_{18} , acoplada em linha com um sistema de CVG e determinação por ICP-MS. O eluato da coluna C_{18} foi misturado, em fluxo, com NaBH_4 (0,25% m/v) e HCl (1 mol L^{-1}). A mistura foi impulsionada para um separador gás-líquido e os vapores introduzidos no equipamento de ICP-MS e o isótopo $^{202}\text{Hg}^+$ foi monitorado. Na Fig. 1, está mostrado o cromatograma referente à análise de especiação de Hg em amostra de peixe, após liofilização e secagem em estufa a 125 °C.

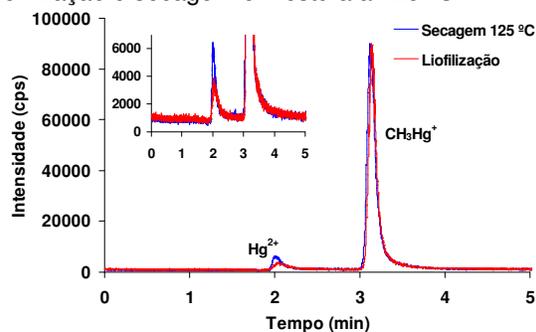


Figura 1. Cromatograma obtido por LC-CVG-ICP-MS para especiação de Hg em peixe.

Com o aumento da temperatura, a partir de 100 °C, foi observado um aumento na concentração de Hg^{2+} e diminuição da concentração de CH_3Hg^+ , sem modificação na concentração total de Hg. A secagem por liofilização não causou alteração na concentração das espécies, independente do tempo de secagem.

Conclusões

Os resultados obtidos indicam a grande importância do controle de temperatura para a manutenção da integridade de espécies de Hg durante a secagem de amostras para posterior análise de especiação. Tal fato, além de ser um campo pouco explorado na área de especiação química, demonstra a necessidade de estudar as condições ideais para a obtenção de resultados confiáveis para este fim.

Agradecimentos

CNPq - CAPES - FAPERGS

Craig, P. J.; *Organometallic Compounds in the Environment*, John Wiley and Sons Ltd, 2nd ed., Chichester, England, 2003, 415 p.