

Fracionamento de mercúrio em amostra biológica por CV-AFS após tratamento com TMAH ou digestão ácida

Rodolpho M. Andrade*¹(IC), Luciano Tormen^{1,2}(PG) e Adilson J. Curtius¹(PQ)
roma@labcet.ufsc.br

¹ Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Florianópolis-SC.

² Universidade Federal da Fronteira Sul (UFFS) – Campus Laranjeiras do Sul – PR.

Palavras Chave: Espectrometria de fluorescência atômica, mercúrio, TMAH, amostra biológica.

Introdução

As diferentes toxicidades da fração orgânica e da fração inorgânica do Hg tornam o estudo do seu fracionamento muito importante.¹ A geração de vapor frio acoplada à espectrometria de fluorescência atômica (CV AFS), por apresentar menos interferências, ter ampla faixa linear e fornecer baixos limites de detecção, tornou-se uma das técnicas mais promissoras para a determinação de Hg. O tratamento de amostras biológicas com reagentes orgânicos é simples e permite estudos de especiação.

Resultados e Discussão

A condição de compromisso otimizada (padrão aquoso, amostra tratada com TMAH e amostra digerida) na determinação de Hg foi: HCl 6% v/v; SnCl₂ 4% m/v, KMnO₄ 0,05% m/v; HNO₃ 2,5% v/v e 0,4% v/v de anti-espumante (este, somente para a amostra tratada com TMAH). A calibração foi realizada com soluções padrão aquosas. Mercúrio total foi determinado após digestão ácida das amostras, já o Hg inorgânico foi medido após tratamento das mesmas com hidróxido de tetrametilamônio (TMAH).

Na Tabela 1 é mostrada a concentração de Hg inorgânico e na Tabela 2, a de Hg total, respectivamente, determinadas nas 4 amostras certificadas analisadas (BCR 186: rim de porco do Institute for Reference Materials and Measurements; DOLT 3: fígado de peixe; DORM 3: proteína de peixe e TORT 2: hepatopâncreas de lagosta, do National Research Council Canada). Os valores de concentração são expressos pela média (n=3) ± limite de confiança a 95% calculado pelo teste t simples. Os valores estiveram em concordância com os valores de referência (certificados ou estimados), considerando os limites de confiança, demonstrando a exatidão do método.

Tabela 1: Concentração de Hg inorgânico nas amostras biológicas tratadas com TMAH.

Amostra	Determinado (mg kg ⁻¹)	Certificado (mg kg ⁻¹)
DOLT 3	1,642 ± 0,035	1,78
DORM 3	0,051 ± 0,006	0,027
BCR 186	1,520 ± 0,006	1,5 ± 0,1 *
TORT 2	0,150 ± 0,004	0,118

*Torres *et. al.*, JAAS, 20, 289-294, 2005.

Tabela 2: Concentração de Hg total nas amostras biológicas digeridas em forno microondas.

Amostra	Determinado (mg kg ⁻¹)	Certificado (mg kg ⁻¹)
DOLT 3	3,214 ± 0,226	3,37 ± 0,14
DORM 3	0,380 ± 0,045	0,382 ± 0,06
BCR 186	1,788 ± 0,186	1,97 ± 0,04
TORT 2	0,269 ± 0,027	0,27 ± 0,06

A concentração de Hg orgânico, mostrada na Tabela 3, para as diferentes amostras, foi determinada pela diferença entre a concentração do Hg total e a do Hg inorgânico. O redutor usado, SnCl₂, não é capaz de reduzir a fração orgânica de Hg, apenas a fração inorgânica, o que permitiu o estudo. Nota-se que a concentração de mercúrio orgânico se apresenta elevada na proteína de peixe em comparação ao rim do porco, devido a uma maior exposição de animais marinhos ao metal, ocasionada pelo ciclo do mercúrio.

Tabela 3: Concentração de Hg orgânico nas amostras biológicas, obtido por diferença.

Amostra	Determinado (mg kg ⁻¹)	Certificado (mg kg ⁻¹)
DOLT 3	1,572	1,59 ± 0,12
DORM 3	0,329	0,355 ± 0,056
BCR 186	0,268	0,60 ± 0,20 *
TORT 2	0,119	0,152 ± 0,013

*Torres *et. al.*, JAAS, 20, 289-294, 2005.

Conclusões

- O procedimento de solubilização por TMAH permitiu apenas a quantificação de Hg inorgânico, enquanto que o Hg total foi medido nas amostras digeridas. Desta forma, o estudo de fracionamento de Hg foi possível, de uma maneira simples, sem necessidade de se usar métodos cromatográficos.
- Os limites de quantificação foram de 7 µg kg⁻¹ e 13 µg kg⁻¹ para Hg total e inorgânico, respectivamente.
- A fração orgânica foi especialmente alta (87%) na proteína de peixe e baixa (15%) no rim de porco.

Agradecimentos

Ao CNPq pelo apoio financeiro e a UFSC.

¹ Azevedo, F. A.; Toxicologia do Mercúrio. Ed. RIMA, 2003.