

## Determinação de mercúrio em amostras biológicas e ambientais por CVG ICP-OES após digestão em sistema aberto

Júlia G. Spellmeier (PG), Fabiane G. Antes (PG), Juliana S. F. Pereira (PG), Edson. I. Muller (PQ), Érico M. M. Flores (PQ), Valderi L. Dressler (PQ)

\*valdres@quimica.ufsm.br

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

Palavras Chave: preparo de amostras, Hg, amostras biológicas e ambientais, CVG- ICP OES

### Introdução

O preparo da amostra pode ser considerada uma das etapas mais críticas para a determinação de Hg. Há, principalmente, a possibilidade de perdas em temperaturas elevadas, riscos de contaminação ou digestão incompleta. Desde a introdução da radiação micro-ondas em procedimentos de preparo de amostra, houve um crescente interesse em substituir a digestão convencional feita em bloco digestor (sistema aberto) por sistemas fechados. Entretanto, o sistema aberto ainda se torna atrativo devido à simplicidade, baixo custo e elevada frequência de análise. A utilização de sistemas abertos para a decomposição de amostras e posterior determinação de elementos voláteis conduz a necessidade do estudo das condições a serem aplicadas. Neste trabalho foi feito um estudo para decomposição de amostras biológicas e ambientais em sistema aberto para posterior determinação de Hg por espectrometria de emissão atômica com geração de vapor frio (CVG-ICP OES). Para tal, foi utilizado bloco digestor para a decomposição de sedimento, tecido de peixe e cogumelo avaliando diferentes temperaturas de aquecimento.

### Resultados e Discussão

Para todos os experimentos foram utilizados 6 mL de  $\text{HNO}_3$  e 0,5 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$  para a digestão de 0,3 g de amostra em tubos de vidro (30 x 2,6 cm). Nas diferentes temperaturas avaliadas (80, 100, 120 e 140 °C) foi observado que não houve perdas de Hg, determinado na forma de Hg total. Além disso, foi avaliada a recuperação de Hg, adicionado na forma de Hg inorgânico, em cogumelo, sedimento e peixe. As recuperações, na faixa de temperatura avaliada, variaram de 103 a 115%, 84 a 105% e 97 a 109 % para as amostras de peixe, cogumelo e sedimento, respectivamente. Considerando as diferentes características das amostras avaliadas, sobretudo em relação ao teor de Hg inorgânico e orgânico, foi avaliada a recuperação de Hg através da adição de uma solução de  $\text{CH}_3\text{Hg}^+$ . A temperatura de aquecimento utilizada foi 140 °C. O  $\text{CH}_3\text{Hg}^+$  é muito

mais volátil do que o Hg inorgânico e perdas de Hg são esperadas em temperaturas superiores a 100 °C. A amostra de peixe, que apresenta cerca de 60 a 80% do teor de Hg na forma de  $\text{CH}_3\text{Hg}^+$ , poderia apresentar maior probabilidade de perdas. O mesmo não foi observado, pois, possivelmente, em meio fortemente ácido ocorre a oxidação das espécies e conversão da forma de  $\text{CH}_3\text{Hg}^+$  para Hg inorgânico. As recuperações de Hg em peixe, cogumelo e sedimento foram de 107, 101 e 93%, respectivamente. A necessidade de tampar parcialmente os tubos da digestão também foi avaliada com o objetivo de evitar possíveis perdas de Hg. Os resultados mostraram que para tubos com as dimensões utilizadas não há necessidade de tampar, pois não foi observada diferença significativa entre os resultados. A exatidão do método proposto foi avaliada utilizando materiais de referência certificados. A digestão foi feita a 140 °C, e nas mesmas condições de tempo e quantidade de reagentes utilizados para as amostras. Resultados concordantes com os valores certificados (Tabela 1) indicam que a digestão em sistema aberto é um método adequado para a determinação de Hg.

Tabela 1. Concordância com CRM

CRM	Método proposto $\text{mg kg}^{-1}$ Hg	Valor certificado $\text{mg kg}^{-1}$ Hg	Recuperação
DORM-2	4,32 ± 0,04	4,64 ± 0,26	93%
DOLT-3	3,31 ± 0,02	3,37 ± 0,14	98%
BCR-62	0,27 ± 0,04	0,28 ± 0,02	97%
PACS -2	3,15 ± 0,18	3,04 ± 0,20	104%

### Conclusões

O sistema proposto pode ser utilizado para a digestão de amostras biológicas e ambientais para determinação de Hg, sem ocorrer perdas de Hg por volatilização até 140 °C. O sistema utilizado é de baixo custo e de fácil aplicação e permite que diversas amostras sejam digeridas simultaneamente.

### Agradecimentos

CAPES, CNPq, FAPERGS.