

## Desenvolvimento de método para determinação de espécies de Hg por GC-MS

Bruno M. Soares (PG)\*, Ana L. Kalb (IC), Augusto A. Vieira (IC), Adriana N. Dias (PQ), Sergiane S. Caldas (PQ), Ednei G. Primel (PQ), Fábio A. Duarte (PQ) (*bm\_soares@hotmail.com*)

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

Palavras Chave: mercúrio, especiação, GC-MS.

### Introdução

O mercúrio é considerado um elemento de elevada toxicidade para os organismos vivos, principalmente nas formas inorgânica ( $\text{Hg}^{2+}$ ) e orgânica ( $\text{CH}_3\text{Hg}^+$ ), sendo a última, a espécie que confere maior toxicidade aos seres humanos. A principal via de contaminação de Hg é através da dieta, em especial peixes. Neste contexto, a pouca disponibilidade de informações a partir da concentração total de um elemento, tem despertado o interesse pela análise de especiação. A técnica de cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massa (GC-MS) tem sido utilizada para a determinação de espécies de Hg, principalmente  $\text{Hg}^{2+}$  e  $\text{CH}_3\text{Hg}^+$ . Entretanto, para a separação por GC-MS, estas espécies demandam uma etapa de derivatização, onde o tetrafenilborato de sódio  $\text{Na}[\text{B}(\text{C}_5\text{H}_6)_4]$ , tem sido reportado como agente derivatizante.<sup>1</sup> Portanto, neste trabalho foi feita a avaliação de algumas condições cromatográficas, para a aplicação da técnica de GC-MS na separação e quantificação das espécies  $\text{Hg}^{2+}$  e  $\text{CH}_3\text{Hg}^+$ .

### Resultados e Discussão

O GC-MS foi inicialmente operado no modo *splitless* com vazão de He (gás carreador) de  $3 \text{ mL min}^{-1}$  com uma coluna 5% difenil e 95% dimetil polisiloxano ( $30 \text{ m} \times 0,25 \text{ mm} \times 0,25 \mu\text{m}$ ). Foi utilizado um programa de temperatura inicial de  $70 \text{ }^\circ\text{C}$  (durante 5 min) com uma taxa de  $20 \text{ }^\circ\text{C min}^{-1}$  até  $270 \text{ }^\circ\text{C}$ . Para a etapa de derivatização, foram adicionados 5 mL de amostra ou solução de referência, 3 mL de solução tampão acetato (pH 5,0), 1 mL de hexano e 1 mL de  $\text{Na}[\text{B}(\text{C}_5\text{H}_6)_4]$  1% (m/v) em frascos de 15 mL. A mistura foi agitada em vórtex por 15 min e centrifugada a 3000 rpm por 10 min. Foram avaliadas concentrações entre 1 e  $400 \mu\text{g L}^{-1}$  de  $\text{Hg}^{2+}$  e  $\text{CH}_3\text{Hg}^+$ . Através do modo de monitoramento de íon selecionado (SIM), os cromatogramas foram obtidos pelo monitoramento dos fragmentos de  $m/z$  (51, 77, 91, 217, 279 e 294) para o  $\text{CH}_3\text{HgC}_5\text{H}_6$  (composto gerado pela derivatização do  $\text{CH}_3\text{Hg}^+$ ) até 11 min de eluição e  $m/z$  (51, 77, 154, 277 e 356) após 11 min para o  $\text{Hg}(\text{C}_5\text{H}_6)_2$  (composto gerado pela derivatização do  $\text{Hg}^{2+}$ ), conforme mostrado na Figura 1. Após, foi avaliada a temperatura inicial entre 30 e  $120 \text{ }^\circ\text{C}$ , conforme mostrado na Figura 2. Também foram avaliados na etapa de derivatização, o pH entre 3,0 e 8,0; o volume de  $\text{Na}[\text{B}(\text{C}_5\text{H}_6)_4]$  1%

entre 0,5 e 2 mL e o volume de Hexano entre 0,5 e 3 mL.

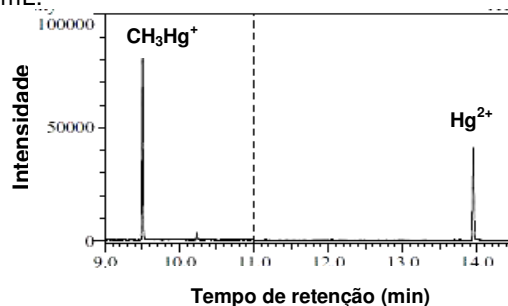


Figura 1. Cromatograma de íons totais (TIC) para a separação de  $\text{CH}_3\text{Hg}^+$  e  $\text{Hg}^{2+}$ .

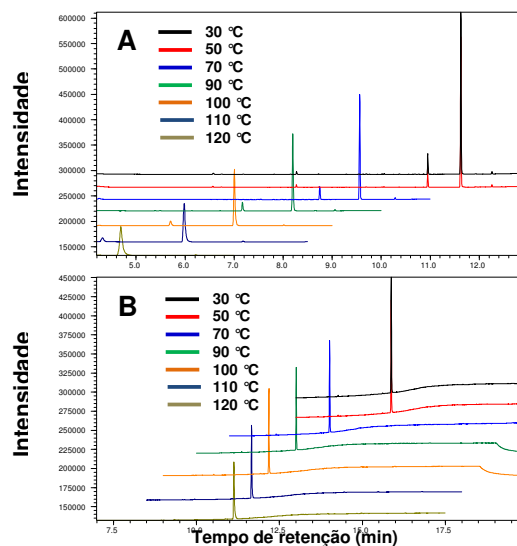


Figura 2. Otimização da temperatura inicial para separação de  $\text{CH}_3\text{Hg}^+$  modo SIM. (A:  $m/z$  51, 77, 91, 217, 279 e 294) e  $\text{Hg}^{2+}$  (B:  $m/z$  51, 77, 154, 277 e 356) por GC-MS.

### Conclusões

Através dos resultados obtidos, foi possível separar e quantificar  $\text{CH}_3\text{Hg}^+$  e  $\text{Hg}^{2+}$  em até 12 min e com boa resolução. Cabe destacar que, em trabalhos futuros, este método será aplicado para especiação de Hg em água e amostras biológicas.

### Agradecimentos

FURG - PETROBRÁS - CAPES - FAPERGS.

<sup>1</sup> Mishra et al., *Anal. Chim. Acta* **2005**, *551*, 192-198.