

Determinação de metil-mercúrio em sedimento usando CG-pirólise-fluorescência atômica

Louise A. Mendes¹(PG), Cláudia M. do Valle² (PQ), Willian D. Moura¹(IC), Cláudia C. Windmöller¹ (PQ)

¹ Departamento de Química, ICEX, UFMG – Av. Antônio Carlos, 6627 – 31270-901 – Belo Horizonte – MG

² IFAM – Campus Manaus – Av. Sete de setembro, 1975 – 69020-120 – Manaus – AM

Palavras Chave: metil mercúrio, solos, cromatografia gasosa, fluorescência atômica

Introdução

O interesse da especiação de mercúrio está relacionado à acentuada toxicidade de algumas de suas formas químicas. Os compostos organomercuriais de cadeia curta, como por exemplo, o metil-mercúrio (MeHg^+) e o dimetil mercúrio (Me_2Hg) são muito mais tóxicos em relação às outras espécies de mercúrio, devido a facilidade com que eles atravessam membranas celulares.¹ Por essa razão, existe grande interesse no desenvolvimento de novos métodos para determinação de metil-mercúrio em amostras biológicas e ambientais.² O objetivo desse trabalho foi a determinação de metil-mercúrio em amostras de água e sedimento utilizando cromatografia gasosa, seguida de uma etapa de pirólise e detecção por fluorescência atômica (equipamento Merx, da Milestone). A curva analítica foi preparada com solução padrão de CH_3HgCl de $1 \mu\text{g mL}^{-1}$. Esse padrão foi diluído para $1 \mu\text{g L}^{-1}$, sendo utilizada como solução intermediária para a preparação dos pontos da curva analítica. Estabeleceram-se pontos de 100 a 800 pg de CH_3Hg^+ , que foram submetidos ao processo de derivatização, tendo como objetivo formar espécies voláteis e termoestáveis. Nessa etapa utilizou-se 300 μL de solução tampão de acetato e 100 μL de solução de tetraetilborato de sódio (NaBEt_4). As amostras de água e sedimento foram submetidas à destilação utilizando 5 mL de KBr 18% m/v e H_2SO_4 de 5% v/v e 1 mL de solução de CuSO_4 1 mol L^{-1} .³ Após a destilação as amostras permaneceram em repouso, fora do alcance da luz, por 48 horas antes do procedimento de derivatização. Amostras de água milli-Q e sedimento foram dopadas com padrão de metil-mercúrio, 400 e 200 pg, respectivamente, a fim de avaliar o teste de recuperação.

Resultados e Discussão

A curva analítica para metil-mercúrio obtida no equipamento Merx está representada na figura 1. Cada ponto estabelecido para a curva foi realizado em 4 replicatas, portanto calculou-se a média da altura do pico encontrado. O resultado do teste de dopagem encontra-se na tabela 1. Observa-se pelos resultados obtidos que as recuperações foram aceitáveis, tanto para dopagem da água, quanto para dopagem de sedimento, com 114 e 85%, respectivamente.

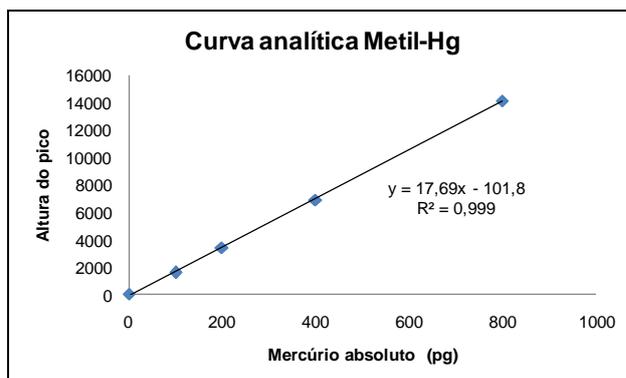


Figura 1. Curva analítica para metil-mercúrio construída no Merx, cromatógrafo gasoso acoplada à detecção por fluorescência atômica.

Tabela 1. Concentração de metil-Hg encontrada na amostra de água milli-Q e sedimento e a recuperação do teste de dopagem.

Amostra	Concentração (ng L^{-1})	Recuperação
Água (branco)	31,6	114%
Água dopada	487	
Sedimento	95,4	85,3%
Sedimento dopado	266	

Conclusões

Conclui-se que é possível a determinação de metil-mercúrio em amostras de água e sedimento utilizando o equipamento Merx (sistema de derivatização seguido de cromatografia gasosa, pirólise e detecção por fluorescência atômica). Procedimentos de otimização serão agora conduzidos para se obter os melhores resultados para concentrações mais baixas e posteriormente dar seguimento à validação do método proposto.

Agradecimentos

CNPq e FAPEMIG

¹Palomino, C. I.; Sánchez, J. F. L.; Sahuquillo, J. *Analytica Chimica Acta*. **2012**, *720*, 9.

²Leopold, K.; Foulkes, M.; Worsfold, P. *Anal. Chim. Acta*. **2010**, *663*, 127.

³Application Note: Extraction of methylmercury from sediments and soils. Brooks Rand Instruments, **2013**.