

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

Louise A. Mendes<sup>1</sup>(PG), Cláudia M. do Valle<sup>2</sup> (PQ), Willian D. Moura<sup>1</sup>(IC), Cláudia C. Windmöller<sup>1</sup> (PQ)

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

<sup>2</sup> 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 ( $\text{MeHg}^+$ ) e o dimetil mercúrio ( $\text{Me}_2\text{Hg}$ ) são muito mais tóxicos em relação às outras espécies de mercúrio, devido a facilidade com que eles atravessam membranas celulares.<sup>1</sup> Por essa razão, existe grande interesse no desenvolvimento de novos métodos para determinação de metil-mercúrio em amostras biológicas e ambientais.<sup>2</sup> 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  $\text{CH}_3\text{HgCl}$  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  $\text{CH}_3\text{Hg}^+$ , que foram submetidos ao processo de derivatização, tendo como objetivo formar espécies voláteis e termoestáveis. Nessa etapa utilizou-se 300  $\mu\text{L}$  de solução tampão de acetato e 100  $\mu\text{L}$  de solução de tetraetilborato de sódio ( $\text{NaBEt}_4$ ). As amostras de água e sedimento foram submetidas à destilação utilizando 5 mL de  $\text{KBr}$  18% m/v e  $\text{H}_2\text{SO}_4$  de 5% v/v e 1 mL de solução de  $\text{CuSO}_4$   $1 \text{ mol L}^{-1}$ .<sup>3</sup> 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.

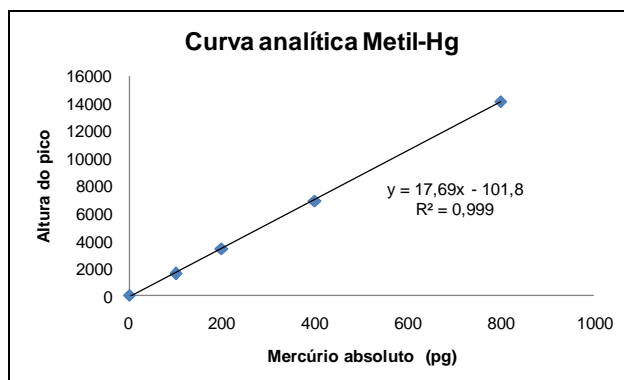


Figura 1. Curva analítica para metil-mercúrio construída no Merx, cromatógrafo gasoso acoplada à detecção por fluorescência atômica.

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

Amostra	Concentração ( $\text{ng L}^{-1}$ )	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

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

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

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