

Digestão Assistida por Micro-ondas e Radiação UV: Novo Método para Posterior Determinação de As e Cd por ICP-MS em Algas

Natanael R. X. Pires^{1,2*} (PG), Lizângela R. Ferreira² (PG), Rochele S. Picoloto³ (PG), Marcelo G. Crizel² (IC), Claudio M. P. Pereira^{1,2} (PQ), Érico M. M. Flores³ (PQ), Pio Colepicolo Neto⁴ (PQ), Márcia F. Mesko^{1,2} (PQ) (natanael.pires@yahoo.com.br; marcia.mesko@pq.cnpq.br)

¹Centro de Desenvolvimento Tecnológico, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas-RS.

²Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas-RS.

³Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria-RS.

⁴Instituto de Química, Universidade de São Paulo, São Paulo-SP.

Palavras Chave: Preparo de amostras, Algas, Radiação ultravioleta, Micro-ondas, ICP-MS.

Introdução

De acordo com o Programa Antártico Brasileiro, a determinação de elementos tóxicos em espécies marinhas, particularmente na região da Antártica, é de grande importância para avaliar de forma segura as eventuais fontes de poluição. Há, ainda, grande carência de informações acerca dos níveis de concentração de As e Cd em macroalgas oriundas desta região, necessárias para uma avaliação segura de possível contaminação antropogênica.¹ Contudo, é necessária a utilização de métodos eficientes para a decomposição de amostras e com sensibilidade adequada. Neste sentido, sistemas fechados de decomposição de amostras assistidos por radiação micro-ondas (MW-AD), com uso de ácidos concentrados, associados à espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS), vem sendo usados.² Entretanto, considerando o número relativamente elevado de amostras a serem analisadas, há um crescente interesse no desenvolvimento de métodos que utilizem menor quantidade de reagentes e que gerem menor quantidade de resíduos. Uma das alternativas promissoras refere-se à decomposição por via úmida assistida por radiação micro-ondas e ultravioleta (MW-UV-AD), onde a decomposição da amostra é feita com o uso de ambas as radiações simultaneamente. Esta estratégia permite uma decomposição eficiente com mínimo volume de ácidos e outros reagentes concentrados.³ Considerando que a MW-UV-AD não foi aplicada até o momento para espécies marinhas, este trabalho tem por objetivo propor um método de decomposição para macroalgas, oriundas da região Antártica, utilizando o sistema MW-UV-AD para a subsequente determinação de As e Cd por ICP-MS.

Resultados e Discussão

Amostras de macroalgas, procedentes da Ilha do Rei George, em Demay (Antártica), foram lavadas, liofilizadas e cominuídas em moinho criogênico. A decomposição das amostras (500 mg) foi feita por MW-UV-AD e por MW-AD empregando um forno de micro-ondas com frascos fechados, e temperatura e

36ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

pressão máximas de 280 °C e 80 atm, respectivamente. Para ambos os procedimentos, MW-AD e MW-UV-AD, o aquecimento foi feito com 10 min de rampa até 900 W, com 20 min de permanência nesta potência, e 20 min de resfriamento. Para MW-AD as amostras foram decompostas empregando 6 ml de HNO₃ concentrado (65%) e, para MW-UV-AD, com 10 ml de solução de HNO₃ (0,5, 1, 2, 3 ou 7 mol l⁻¹). A determinação de As e Cd nos digeridos foi feita por ICP-MS (PerkinElmer, modelo Elan[®] DCR II). A exatidão foi avaliada usando material de referência certificado (CRM) BCR 060 (*Aquatic plant*) e por comparação com os resultados empregando o sistema MW-AD. Com base nos resultados obtidos, pode-se observar que não houve diferença significativa (95% de confiança) entre os valores certificados e os encontrados usando os sistemas por MW-UV-AD com HNO₃ 2 mol l⁻¹ e MW-AD (HNO₃ concentrado). Os valores para os brancos para o sistema MW-UV-AD foram desprezíveis e o desvio padrão relativo das medidas foi entre 2 e 4% para os dois métodos. O teor de carbono residual foi menor que 5% para ambos os sistemas, mostrando a eficiência do sistema por MW-UV-AD com o emprego de ácidos diluídos. O método proposto, por MW-UV-AD, foi aplicado para outras amostras de algas da região Antártica e os resultados variaram de 1,2 a 30 µg g⁻¹ e de 0,1 a 0,6 µg g⁻¹ para As e Cd, respectivamente (n=3).

Conclusões

Através dos resultados obtidos, pode-se concluir que o método MW-UV-AD (HNO₃ 2 mol l⁻¹) foi eficiente para a decomposição de macroalgas para a posterior determinação de As e Cd por ICP-MS. Assim, o uso do sistema proposto possibilitou a redução do consumo de reagentes, conforme preconizado pela química verde.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, PROANTAR, LAQIA/UFSM, UFPel.

¹Bargagli, R. *Sci. Total Environ.* **2008**, *400*, 212.

²Brito, G.B. et al. *Mar. Pollut. Bull.* **2012**, *64*, 2238.

³Florian, D.; Knapp, G. *Anal. Chem.* **2001**, *73*, 1515.