



COMPARAÇÃO ENTRE DOIS PROTOCOLOS DE DIGESTÃO COM TERMORREATOR PARA ANÁLISE DE METAIS PESADOS EM TECIDO DE MOLUSCOS BIVALVES

Rafael da Conceição Simões¹; Rafael Ribeiro Teixeira¹; Jailson Machado Brandão¹; Wilson

Nascimento de Matos¹; Vanice Maria Silva Fontes¹ e Luzimar Gonzaga Fernandez^{1,2}

1 -Laboratório de Estudos em Meio Ambiente da Universidade Católica do Salvador - LEMA/UCSal.Avenida Prof. Pinto de Aguiar, 2589, Pituáçu-Salvador-Bahia.2 -Instituto de Ciências da Saúde da Universidade Federal da Bahia – UFBA;Av. Reitor Pinto de Aguiar, s/n, Vale do Canela, Salvador – Bahia.

INTRODUÇÃO

A ostra é considerada um alimento de grande valor nutricional, principalmente por ser uma rica fonte protéica e possuir um alto teor de micronutrientes. Logo, esta se torna um importante constituinte da dieta das populações litorâneas em todo o mundo, sendo seu consumo um hábito alimentar diário em muitas comunidades de pescadores (CAVALCANTE *et al.*, 2003). Estes organismos são cosmopolitas e facilmente coletáveis em áreas costeiras sem alteração significativa em suas populações. Estes também possuem a capacidade de concentrar em seus tecidos moles teores analisáveis de diversos poluentes, como metais pesados, que quando disponíveis na água do mar, podem estar em concentração de traços a nível de mg.kg^{-1} a ng.kg^{-1} . Por estas características, são comumente utilizados como biomonitores de ambientes impactados por metais pesados (GOLDBERG, 2000). Devido a complexidade das diversas matrizes existentes, a realização de algumas operações preliminares à quantificação dos elementos químicos, como o tratamento de amostras, costuma ser uma etapa limitante das determinações (JIN *et al.*, 1999). Os métodos de tratamento de amostras que utilizam o forno de microondas baseiam-se na decomposição do material através da radiação por ondas eletromagnéticas. A temperatura no interior do forno é controlada por um termopar, o qual regula a potência do magneto. Neste caso, materiais que são dificilmente dissolvidos por ácidos e oxidantes, podem ser facilmente dissolvidos nos fornos por microondas (COELHO & COELHO, 2002), porém este método possui como fator limitante o pequeno número de amostras por digestão e um longo processo de descontaminação ao qual passam os recipientes utilizados em cada ciclo, dificultando a sua utilização como método de digestão em trabalhos com grande quantidade de amostras. Apesar do processo de descontaminação dos recipientes serem os mesmos, os blocos digestores e termorretores possuem

capacidade de processar um maior número de amostras por digestão e seus recipientes são de menor custo, permitindo uma maior produtividade. Este trabalho objetivou estabelecer métodos de digestão de amostras de tecido de ostra utilizando termorreator, para determinação dos metais níquel (Ni), vanádio (V), cobre (Cu), manganês (Mn) e Ferro (Fe) por espectrometria de absorção atômica (EAA) em chama e forno de grafite.

MATERIAL E MÉTODOS

Como padrão para as análises dos elementos em estudo Ni, V, Cu, Mn e Fe foi utilizado material de referência de tecido de ostra *Crassostrea virginica*, SRM-1566b, certificado pelo NIST (National Institute of Standards and Technology). Para digestão das amostras, utilizou-se ácido nítrico 65% PA (HNO_3), Peróxido de Hidrogênio 30% PA (H_2O_2) da marca Merk e Ácido Clorídrico 37% PA (HCl) da marca J.T.Baker. Na metodologia 1 (M1) pesou-se 0,2g da amostra em tubo de reação, ao qual foi adicionado 2mL de HNO_3 + 0,2mL de H_2O_2 que reagiram a temperatura ambiente (25°C) durante 12h. Após esta fase adicionou-se 1mL de H_2O_2 à amostra que foi transferida para termorreator a 80°C por uma hora. Em seguida, acrescentou-se mais 1mL de H_2O_2 ao tubo de reação, que permaneceu em termorreator a 100°C por uma hora. Este material foi mantido por mais 2 horas em termorreator a 100°C com suas tampas abertas com a finalidade de concentrar o material sendo em seguida adicionado mais 2mL de HNO_3 ao mesmo, para um novo período de duas horas à 100°C. Após o resfriamento à temperatura ambiente (25°C), a amostra foi diluída com água ultrapura (Mili-Q - Milipore) em balão volumétrico de 25 mL para ensaio em EAA.

A metodologia 2 (M2) consistiu em pesar 0,2g da amostra em tubo de reação e adicionar 2mL de HNO_3 + 0,5 mL de HCl que reagiu a temperatura de 50°C durante 12h. Em seguida, foi adicionado 2mL de H_2O_2 ao tubo que foi posto a 120°C por 4

horas. Após este período adicionou-se mais 1mL de HNO₃ à 120°C no tubo de reação, o qual permaneceu por mais duas horas no termorreator. Após seu resfriamento em temperatura ambiente (25°C), a amostra foi diluída com água ultrapura (Mili-Q - Milipore) em balão volumétrico de 25 mL para ensaio em EAA.

A determinação dos elementos nas amostras preparadas segundo M1 e M2 foram realizadas por espectrometria de absorção atômica em chama (SpectrAA - 220FS - Varian) para os elementos Cu, Mn e Fe e em espectrometria de absorção atômica em forno de grafite (SpectrAA 220Z - Varian) para os elementos V e Ni. Para validação do método foi calculado o índice de recuperação das amostras certificadas que é dado pelo quociente do valor determinado nas análises sobre o valor certificado. Os valores determinados e certificados para cada elemento foram expressos em mg.g⁻¹. Neste estudo, considerou-se eficiente os valores de recuperação superiores a 80%.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A metodologia 1 mostrou-se eficiente para determinação dos metais Ni, V, Cu, Mn e Fe com índices de recuperação de 120,58%, 87,39%, 97,20%, 92,77% e 95,78% respectivamente. Já a metodologia 2 foi eficiente para os metais Ni, V, Cu e Mn com índices de recuperação de 106,85%, 85,20%, 103,45% e 83,52% respectivamente. O índice determinado para o metal Fe foi de 72,84%, não se mostrando eficiente conforme os valores mínimos estabelecidos para este trabalho. A utilização de agente oxidante como o peróxido de hidrogênio auxilia na decomposição do tecido e parece não influenciar na análise dos elementos.

CONCLUSÃO

Ambas metodologias demonstraram eficiência para digestão com termorreator e análise dos elementos Ni, V, Cu e Mn entretanto, a metodologia 2 deve ser aprimorada, no que se refere a digestão de amostras de moluscos bivalves para análise do elemento Fe. As metodologias de digestão com termorreator sugeridas neste trabalho podem ser utilizadas para avaliação dos metais em estudo nos tecidos de moluscos bivalves do gênero *Crassostrea* ou outros que possuam composição semelhante.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- CAVALCANTI, André Dias. Monitoring of trace elements in oysters marketed in Recife, Pernambuco, Brazil. **Cad. Saúde Pública.**, Rio de Janeiro, v. 19, n. 5, 2003. Disponível em: . Acesso em: 01 May 2007. Pré-publicação.
- GOLDBERG, E. D; BERTINE, K.K. Beyond the Mussel Watch - new directions for monitoring marine pollution. **The Science of the Total Environment**, 247 pp 165-174. 2000.
- - JIN, Q.; LIANG, F.; ZHANG., H.; ZHAO,L.; HUAN, Y.; SONG, D., Application of microwave techniques in analytical chemistry, **Trends Anal. Chem.**, v. 18, n. 7, p 479-484, 1999.
- COELHO, L.M e COELHO, N.M.M. DIGESTÃO EM MICROONDAS: UMA NOVA PROPOSTA PARA O TRATAMENTO DE AMOSTRAS, **Revista Eletrônica da UFU**, Ed 2002.
- NIST - Certificate of Anlalysys, Standard reference material® 1566b Oyster Tissue. **National Institute of Standards and Technology**, 2001