

**Título: Validação de um método para determinação de mercúrio total em pescado por espectrometria de absorção atômica por vapor frio (CVAAS)**

**Autor(es)** Adriana Namiko da Silva Kikuchi; Antonio Pinheiro do Nascimento Neto; Diana Mônica da Silva Furtado; Lilian Cristina da Silva Magalhães costa; Márcio Cleber Cunha de Melo

**E-mail para contato:** diana.furtado@estacio.br

**IES:** LANAGRO PA

**Palavra(s) Chave(s):** validação, método, mercúrio, alimentos, Lanagro PA

#### **RESUMO**

O aumento da atividade industrial tem como consequência a elevação dos níveis de metais tóxicos, como mercúrio (Hg) no ambiente. Estes metais se acumulam nos tecidos dos animais e eventualmente, através da cadeia alimentar, são bioacumulados pelo homem, principalmente pelo consumo de peixes e frutos do mar, os quais geralmente contêm maiores concentrações de Hg quando comparados a outros gêneros alimentícios. A preocupação com a poluição ambiental por Hg tem intensificado a busca por métodos de detecção deste metal com boa sensibilidade analítica e resultados de análise livres de contaminantes. O problema da perda de Hg por volatilização durante a digestão da amostra em alta temperatura limita o uso de procedimentos de fusão e queima seca. Para evitar perdas, procedimentos de digestão através de micro-ondas utilizando várias combinações de misturas de ácidos HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e HClO<sub>4</sub>, têm sido amplamente utilizados. As principais vantagens da digestão por micro-ondas são o tempo de digestão reduzido, baixa contaminação e perdas mínimas por volatilização. Devido a essas vantagens, a digestão micro-ondas está se tornando mais amplamente utilizada nos laboratórios modernos de análise. Das várias técnicas analíticas disponíveis, a mais comumente utilizada para detecção de Hg é a espectrometria de absorção atômica por vapor frio (CV-AAS), devido a sua facilidade de operação, alta sensibilidade, e baixo custo operacional. No presente trabalho, foi desenvolvido um método analítico aplicando a digestão assistida por micro-ondas usando uma combinação de HNO<sub>3</sub> e H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> para a determinação de Hg em tecidos biológicos marinhos antes da detecção através de CV-AAS. O método desenvolvido foi validado pelo LANAGRO Pará, de acordo com a Decisão 2002/657/CE da Comissão, o Regulamento (CE) Nº333/2007 e considerando os limites máximos de Hg estabelecidos pelo PNCRC do Brasil, os quais são estabelecidos pela Coordenação de Controle de Resíduos e Contaminantes do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, baseado nos valores descritos no Regulamento (CE) n.º1881/2006. Validar os métodos analíticos constitui um pré-requisito básico dos laboratórios oficiais de controle de alimentos, pois é através da aplicação de métodos validados de acordo com procedimentos e critérios comuns de desempenho que a qualidade e a comparabilidade dos resultados analíticos podem ser asseguradas. A validação do método desenvolvido neste trabalho foi feita usando o músculo de peixe como matriz. A linearidade e seletividade do método foram avaliadas através de curvas de solventes e de matriz de correspondência. Os dados foram ajustados através do método dos mínimos quadrados ordinários. A distribuição dos resíduos foi avaliada através de testes de normalidade e foi observada a distribuição homocedástica. Testes F e t de Student foram realizados para verificar o efeito da matriz sobre a curva analítica. A linearidade foi demonstrada e os efeitos da matriz não foram observados entre a faixa de concentração 0,2 a 20,0 µgHg/L. A seletividade, exatidão, precisão, limite de decisão, capacidade de detecção e limite de quantificação do método foram estabelecidos por ensaios com adição de padrão a amostras brancas da matriz em estudo. A exatidão média obtida foi de 99,83 a 99,99% e os valores foram confirmados pela quantificação, de 3,30mgHg/Kg (99,97%), no material de referência DOLT 3 (NRC/Canadá), cujo valor certificado é de 3,37± 0,14mgHg/Kg. A recuperação do analito adicionado foi de 109,0% para a concentração de 500µg/kg e 107,0% para a concentração de 1000µg/kg. A precisão foi definida pelo coeficiente de variação observado, estimado em condições de repetibilidade (5,7% a 8,6%) e em condições de reprodutibilidade (5,5 a 7,4%). O limite de quantificação experimental foi 10 µg/Kg. o limite de decisão e a capacidade de detecção obtidos foram 561,30 e 622,60µg/kg, respectivamente. O procedimento de validação confirmou a adequação do método empregado.