

Optimización de parámetros para la determinación de mercurio total en pescado, usando MW-CV-FI-AAS

Valiente, L.; Iribarren, L.; Piccinna, M.; Romero Ale, E.

Centro de Investigación y Desarrollo en Química y Petroquímica (CEQUIPE)

Los peces y mariscos constituyen un grupo muy importante dentro de los alimentos consumidos por los seres humanos. Los casos de intoxicación por el consumo de estos alimentos son muy comunes en todo el mundo. Las tres principales causas de intoxicación son: acción bacteriana, enfermedades de los peces y presencia de mercurio.

Los factores más importantes que influyen en la acumulación de mercurio en organismos de agua dulce y salada, incluyen: 1) el tamaño y la edad de los organismos, 2) la concentración de mercurio y su especiación en aguas y alimentos, 3) la forma en que el mercurio se transfiere del agua a los sedimentos y al alimento, y 4) factores medioambientales específicos como la temperatura, pH, concentración de materia orgánica disuelta y turbidez.

En el presente trabajo se determina la concentración total de mercurio en músculo de seis diferentes especies de pescado: tres provenientes de río y tres de mar.

La materia orgánica es destruida empleando la digestión con ácido nítrico asistida por microondas (MW) en un sistema de vaso cerrado. La determinación de mercurio es llevada a cabo con Espectrometría de Absorción Atómica con Vapor Frío e Inyección Automática en Flujo (CV-FI-AAS).

La optimización del método se hace estudiando diversos parámetros que afectan la señal de mercurio, por ejemplo: concentración final de ácido nítrico, concentración de agente reductor, diseño de la inyección en flujo (FI), y la necesidad o no de usar agentes oxidantes y pre-reductores, y la técnica de Adición de Analito.

El método es validado usando un Material de Referencia Certificado para trazas de metales en músculo de cazón, DORM-2, proveniente del National Research Council of Canada (NRCC).

MATERIALES Y MÉTODOS

Instrumentación

- Sistema para la determinación de mercurio con inyección en flujo, Perkin Elmer, Modelo FIMS-400.
- Sistema de digestión asistida por microondas acoplado en línea al FIMS-400, ProLabo, Modelo Maxidigest.
- Sistema de digestión asistida por microondas con vaso cerrado, CEM, Modelo MDS-2000.

Metodología

Muestras analizadas

- Pescados de río: Atherinidae (pejerrey), Characinidae-Prochilodus platensis (sábalo), Pimelodidae-Luciopimelodus pati (patí).
- Pescados de mar: Gadidae-Merluccius merluccius hubbsi (merluza), Mullidae-Mullus argentinae (trilla), Percophidae-Percophis brasiliensis (pez palo).
- Material de Referencia Certificado: DORM-2 (músculo de cazón), del NRCC.

Preparación de las muestras

La materia orgánica se destruye usando un sistema asistido por microondas con vaso cerrado. Se emplea para esta finalidad 70%(p/p) HNO₃.

Medición

En la *Figura 1* se muestra el esquema del equipo de medición.

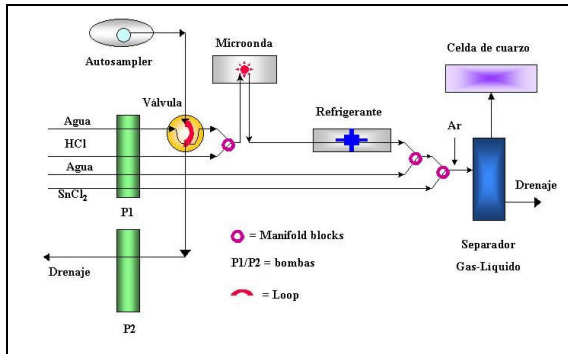


Fig. 1: Diagrama esquemático del sistema FIMS con microonda en línea.

Tabla I: Resultados y Parámetros Analíticos

Muestra	Valor encontrado ($\mu\text{gHg/g}$)	Valor Certificado ($\mu\text{gHg/g}$)
Merluza	0.06-0.09-0.05	-----
Patí	0.27-0.29-0.42	-----
Pejerrey	0.10-0.09-0.11	-----
Pez Palo	0.06-0.06-0.07	-----
Sábalo	0.09-0.07-0.08	-----
Trilla	0.06-0.07-0.07	-----
DORM-2	4.78-4.69-4.78	4.64 \pm 0.26

Parámetros Analíticos, n = 10

LD (3xoblanco)	LC (10xoblanco)	%RSD (20ppb)
0.09 $\mu\text{gHg/L}$	0.3 $\mu\text{gHg/L}$	1.1-1.7

RESULTADOS

En la Figura 2 se muestra la influencia en la señal de Hg de las concentraciones de SnCl_2 y HNO_3 , como % Recuperación hallado para soluciones control.

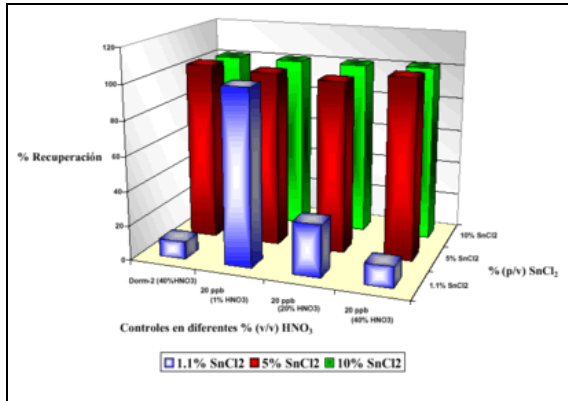


Fig. 2: Influencia de las concentraciones de SnCl_2 y HNO_3 .

En la Tabla I se dan los resultados obtenidos para las seis especies de pescado analizadas y para el Material de Referencia Certificado, así como también los parámetros analíticos del método desarrollado.

CONCLUSIONES

- El uso de una concentración de agente reductor al 5% (p/v) SnCl_2 , hace innecesario el empleo de la técnica de Adición de Análito. La Curva de Calibración se prepara en 1% (v/v) HNO_3 .
- El microonda en línea da mejores resultados para el Material de Referencia Certificado. Valores algo inferiores se obtienen cuando no se usa este diseño (%Rec. = 84%). Esto puede ser atribuido a una descomposición incompleta de la materia orgánica en el microonda de vaso cerrado.
- El uso del bromato/bromuro como agente oxidante extra, disminuye el % Recuperación. Tampoco es necesario el empleo de hidroxilamina como pre-reductor.
- Las mejores condiciones de medición resultan ser: 5% SnCl_2 , 3% (v/v) HCl, Curva de Calibración en 1% (v/v) HNO_3 , sistema FIMS-400 con microonda en línea.
- Las cantidades de mercurio encontradas en las especies estudiadas no exceden los valores recomendados por el Código Alimentario Argentino.

Para mayor información contactarse con:

Liliana Valiente – valiente@inti.gov.ar

[Volver a página principal](#)