

DETERMINATION OF Hg, As, Se AND Sb IN BIOLOGICAL REFERENCE MATERIALS  
BY RADIOCHEMICAL NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS

M.B.A. Vasconcellos, V.A. Maihara, D.I.T. Fávoro, M.J.A. Armelin  
Institute for Nuclear and Energy Research  
Caixa Postal 11049, CEP 05499, São Paulo-Brasil

E.C. Toro, R. Ogris  
Laboratory Seibersdorf, IAEA  
P.O.Box 100, A-1400 - Vienna, Austria

Neutron activation analysis is one of the most reliable methods that can be applied to the determination of toxic as well as of other trace elements in biological reference materials.

Due to the low concentrations found and to matrix interferences, radiochemical methods of analysis are generally applied.

In the present paper, the elements Hg, Se, As and Sb were determined in biological reference materials by using as separation methods ion exchange, retention in inorganic exchangers and solvent extraction.

For sample dissolution, teflon bombs were utilized, using conventional as well as microwave ovens, and  $\text{HNO}_3$  or  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$  as dissolution media.

In the first procedure developed, Hg and Sb were retained in a DOWEX-2X8 resin column in 6M HCl. After dilution of the effluent to 3M HCl, As and Se were adsorbed in a TDO column.

In a second procedure, Se was retained in a TDO column in 1M  $\text{HNO}_3$  medium and Hg was extracted from the effluent with  $\text{Ni}(\text{DDC})_2$  in chloroform.

The procedures developed were applied to the analysis of the reference materials Bowen's Kale, Citrus Leaves (NBS-SRM-1572), Rice Flour (NBS-SRM-1568), Copepod (IAEA-MA-A-1), Mussel Tissue (IAEA-MA-M-2) and Oyster Tissue (NBS-SRM-1566).

The results obtained were generally in reasonable agreement with literature values.

DETERMINAÇÃO DE Hg, As, Se E Sb EM MATERIAIS DE REFERÊNCIA BIOLÓGICOS  
POR ANÁLISE POR ATIVAÇÃO COM NÊUTRONS E SEPARAÇÃO RADIOQUÍMICA

M.B.A. VASCONCELLOS, V.A. MAIHARA, D.I.T. FÁVARO, M.J.A. ARMELIN

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares  
Comissão Nacional de Energia Nuclear  
Caixa Postal 11049, CEP 05499,  
São Paulo - Brasil

E. C. TORO, R. OGRIS

Laboratório Seibersdorf, AIEA  
P.O. Box 100, A-1400 - Vienna, Áustria

RESUMO

A análise por ativação com nêutrons é um dos métodos mais confiáveis que podem ser aplicados à determinação de elementos tóxicos e outros em materiais de referência biológicos.

Devido às baixas concentrações desses elementos e a interferências da matriz, geralmente é necessário aplicar separações radioquímicas para essas determinações.

No presente trabalho, os elementos Hg, Se, As e Sb foram determinados em materiais de referência biológicos, usando como métodos de separação a troca iônica, retenção em trocadores inorgânicos e extração com solventes.

Para dissolução das amostras, utilizaram-se bombas de teflon, em estufa convencional e também em forno de micro-ondas. Os meios de dissolução foram  $\text{HNO}_3$  e  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$ .

No primeiro procedimento utilizado, Hg e Sb foram retidos em uma coluna de resina aniônica DOWEX-2X8, em HCl 6M. Após diluição do efluente a 3M em HCl, o As e o Se foram adsorvidos em uma coluna de TDO, dióxido de estanho.

Em um segundo procedimento, o Se foi retido em uma coluna de TDO em meio  $\text{HNO}_3$  1M e o Hg foi extraído do efluente com  $\text{Ni}(\text{DDC})_2$  em clorofórmio.

Os procedimentos desenvolvidos foram aplicados à análise dos materiais de referência Bowen's Kale, Citrus Leaves (NBS-SRM-1572), Rice Flour (NBS-SRM-1568), Copepod (IAEA-MA-A-1), Mussel Tissue (IAEA-MA-M-2) e Oyster Tissue (NBS-SRM-1566).

Os resultados obtidos geralmente concordaram bem com os valores da literatura.