

Otimização da Solubilização Alcalina de Amostras Biológicas para a Determinação de Pb por GF AAS

Náira S. Campos^{1*} (PG), Marccone A. L. de Oliveira¹ (PQ), Rafael A. Sousa¹ (PQ)

¹ Universidade Federal de Juiz de Fora, Instituto de Ciências Exatas, Grupo de Química Analítica e Quimiometria, Rua José Lourenço Kelmer, s/n, Bairro São Pedro - CEP: 36036-900 - Juiz de Fora – MG.

*nairascampos@gmail.com

Palavras Chave: solubilização alcalina, amostras biológicas, chumbo.

Introdução

A solubilização alcalina empregando o hidróxido de tetrametilamônio (TMAH) é uma alternativa às digestões ácidas no preparo de amostras proteicas para a determinação do teor de metais por AAS. Este tipo de procedimento pode ser realizado em frasco único, envolvendo manipulação mínima da amostra e menor tempo, o que reduz perdas ou contaminação [1]. Como o Pb é tóxico e apresenta efeito cumulativo para humanos, o estudo da otimização da solubilização com TMAH em amostras biológicas visando a determinação de Pb em vísceras de frango (VDF) é importante.

$Pb = (51,31 \pm 4,54) + (2,83 \pm 2,55)V + (0,87 \pm 2,55)t + (3,59 \pm 2,01)V^2 + (6,19 \pm 2,01)t^2 + (4,81 \pm 4,42)Vt$, onde apenas o coeficiente da média foi significativo.

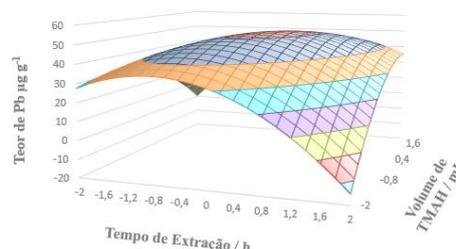


Figura 1. Gráfico de SR

Resultados e Discussão

Realizou-se um planejamento “estrela” do tipo 2² com triplicata no ponto central. Avaliou-se como fatores volume (V) de TMAH, mL: (-2): 0,75; (-1): 1,25; (0): 1,75; (+1): 2,25; (+2): 2,75; o tempo (t) de solubilização, horas: (-2): 4; (-1): 6; (0): 8; (+1): 10 12 e (+2): 12. As massas de fígados de ratos (FDR) que continham Pb foram fixadas em 250 mg.

Tabela 1- Matriz codificada do planejamento estrela 2² com triplicata no ponto central com as respostas em µg g⁻¹.

Ensaio	V (mL)	t (h)	Y (µg g ⁻¹)
1	-1	-1	39,391
2	1	-1	29,176
3	-1	1	30,259
4	1	1	39,288
5	0	0	51,289
6	0	0	66,169
7	0	0	50,437
8	-2	0	31,609
9	0	2	27,157
10	2	0	49,198
11	0	-2	32,884

Após o tempo pré-determinado, completou-se o volume com água deionizada até 25,00 mL. Os teores de Pb foram determinados por GF AAS em 217 nm, cujas condições operacionais otimizadas foram as temperaturas de pirólise (800°C) e atomização (2000°C), utilizando NH₄H₂PO₄ (1% v/v) como modificador químico. A Figura 1 apresenta a superfície de resposta (SR) obtida. A ANOVA não indicou falta de ajuste no intervalo de 95% de confiança (p-valor > 0,05) para o modelo

A SR indicou que o teor máximo de Pb em FDR é extraído com 1,75 mL de TMAH e 8 h de solubilização. A condição ótima foi aplicada em amostras de VDF, obtendo-se valores menores que 0,5 µg g⁻¹ de Pb. [2]. O LOD e LOQ foram de 0,099 e 0,33 µg g⁻¹, respectivamente; a massa característica de 12 µg. A faixa de recuperação (Rec) indicou boa exatidão para o nível de concentração estudado. [3]

Tabela 2. Teores de Pb em VDF e Rec (N=3)

VDF	Pb (µg g ⁻¹)	Recuperação**(%)
Moela	ND*	102
Fígado	ND*	95
Coração	0,42 ± 0,09	103

*ND=Não Detectado; **Fortificação: 3,0 µg g⁻¹ de Pb

Conclusões

O uso de TMAH se mostrou adequado para o preparo de amostras de VDF para a determinação de Pb em baixas concentrações, sendo detectado apenas na amostra de coração.

Agradecimentos

Capes, CNPq, Fapemig, UFJF.

¹Krug, F.J. Métodos de preparo de amostras, 1^ªed, Piracicaba, 2010.

²BRASIL, Resolução RDC N° 42, 29 de Agosto 2013.

³Brito, N. M.; Junior, O.P.A.; Polese, L.; Ribeiro, M.L., Pestic: R.Ecotox e Meio Amb., 2003,13,129.