

Uso de Planejamento Fatorial para Otimizar o Sinal de Fundo em ET – AAS: Determinação de Níquel em Urina

Juliana Souza Ribeiro (IC), Giovanna de Fátima Moreno Aguiar (IC), César Ricardo Teixeira Tarley (PQ), Pedro Orival Luccas (PQ)*.

Universidade Federal de Alfenas (UNIFAL – MG), Departamento de Ciências Exatas, Rua Gabriel Monteiro da Silva, 714, CEP 37130-000, Alfenas – MG. *pedro@unifal-mg.edu.br

Palavras Chave: planejamento fatorial, sinal de fundo, níquel.

Introdução

O níquel está presente em compostos facilmente absorvidos pelo organismo e é amplamente usado em diversos materiais, principalmente na forma de ligas. Alguns materiais contendo Ni podem produzir múltiplas alergias cutâneas (sensibilizações por contato). O $Ni(CO)_4$ líquido volátil tóxico pode provocar envenenamentos agudos, originar cânceres dos brônquios e atuar sobre o sistema nervoso. A concentração de Ni no plasma e na urina são os indicadores biológicos da exposição a esse metal ⁽¹⁾. As vantagens das amostras de urina são: a coleta é um processo não invasivo e as concentrações são maiores que no plasma. Porém, a determinação direto de Ni em urina por ET AAS apresenta um elevado sinal de fundo. Desta forma o presente trabalho relata a aplicação de planejamento fatorial completo para reduzir o sinal de fundo. Para a otimização dessa interferência utilizou-se planejamento fatorial simples ⁽²⁾.

Resultados e Discussão

Fez-se um estudo para avaliar a influência das variáveis tempo e temperatura de pirólise, com o objetivo de reduzir o sinal de fundo. Para essa otimização foi utilizado planejamento fatorial 2^2 . Primeiramente foram feitos ensaios com temperaturas de 900 e 1000°C e tempos de 20 e 40s. Através da comparação do valor do erro multiplicado por “t” de student com 95% de confiança e grau de liberdade 4 com os módulos dos valores da estimativa dos efeitos, a temperatura foi significativa e o tempo não. Sendo assim, variou-se a temperatura para 1100 e 1200°C e o tempo permaneceu o mesmo. Através da comparação dos valores nada foi significativo. Porém, para a otimização do ET-AAS tem-se que levar em consideração o desgaste do tubo de grafite. Diante disso fez-se outro planejamento fatorial na tentativa de diminuir um pouco mais a temperatura e tempo de pirólise. Foram utilizados então temperaturas de 1150 e 1200°C e tempos de 10 e 20s. Nesse caso o tempo foi significativo, optou-se então pelo menor tempo e menor temperatura, sendo, respectivamente de 1150°C e

20s. Os gráficos da figura 1 apresentam os sinais de absorção atômica e sinal de fundo, nas amostras de urina, antes com o programa de aquecimento sugerido no manual do equipamento (Zeiss, AAS 5) e após a otimização (tabela 1).

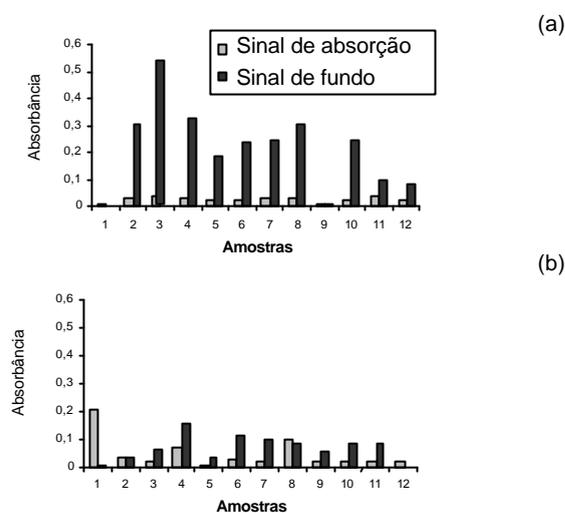


Figura 1. Determinação de Ni em urina (a) antes da otimização e (b) após a otimização.

Tabela 1. Programa de aquecimento otimizado.

Etapa	Temperatura (°C)	Tempo (s)
Secagem 1	90	5
Secagem 2	105	30
Secagem 3	120	10
Pirólise	1150	20
Atomização	2000	5
Limpeza	2550	4

Conclusões

O uso de planejamento fatorial para otimizar o programa de aquecimento resultou em diminuição do sinal de fundo em aproximadamente 66%.

Agradecimentos

À FAPEMIG, pelas bolsas concedidas, à FINEP e à UNIFAL – MG.

¹ Alvarez-Leite, E. M. et al. *Guia Prático de Monitorização Biológica*. Belo Horizonte, ed. Ergo, 1992.

² Tarley, C. R. T.; Ferreira, S. L. C. e Arruda, M. A. Z. *Microchemical Journal*, 2004, 77, 163.