

Uso de planejamento fatorial fracionário e Doehlert no desenvolvimento de método para determinação de vanádio em soro por GF AAS

Henrique José Ferraz Fabrino (PG), Carlos Henrique de Souza (IC), Waldomiro Borges Neto (PQ), José Bento Borba da Silva (PQ). bentobjb@terra.com.br

¹Departamento de Química, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 31270-901, Belo Horizonte, MG. Palavras Chave: soro humano, vanádio, espectrometria de absorção atômica em forno de grafite, otimização multivariada. .

Introdução

A essencialidade do vanádio foi provada para os frangos, que, sem ele, apresentam distúrbios de crescimento das penas e, também, nos ratos, nos quais melhoram as funções reprodutoras e o crescimento, quando é administrado em sua ração. Para o homem a essencialidade é provável, mas não está ainda estabelecida. Seu papel específico parece ser o de regulador da bomba de sódio. É também um cofator para certas enzimas como a adenilciclase e as transaminases. Seu metabolismo é provavelmente ligado a certas funções endócrinas. A toxicidade normalmente ocorre como o resultado de exposição industrial de altos níveis de vanádio transportado pelo ar. O vanádio sérico pode ser um bom indicador de elevada ingestão de vanádio na dieta. Os valores de vanádio séricos acima de 1,0 ng/mg provavelmente indicam exposição excessiva. Enquanto existem formulações registradas a base de sulfato de vanádio para aumento de massa muscular de atletas que sugerem o uso de 30 mg por dia, outros trabalhos afirmam que uma ingestão diária de 10 mg de vanádio produz sinais de toxicidade patente de vanádio em humanos. Quantidades muito menores de vanádio (10 a 100 vezes a quantidade normalmente presente na dieta) tiveram efeitos farmacológicos sobre animais e humanos. O nível limiar de toxicidade pode ser bem inferior a 10 mg de vanádio/dia. O objetivo deste estudo foi desenvolver método para determinação de V em soro (sem digestão prévia da amostra) empregando modificação permanente do tubo de grafite e otimizações multivariadas (fatorial fracionário e doehlert) por GF AAS (Absorção atômica em forno de grafite).

Resultados e Discussão

Inicialmente, empregando o programa de forno do fabricante foram selecionados os dois melhores modificadores (entre Ir, Rh, Ru, Zr, W e não uso de modificador). Os melhores resultados foram obtidos sem modificador e com Rh permanente (500µg). Empregando um fatorial fracionário 2^{4-1} , foram otimizadas as temperaturas de pirólise e atomização, fator de diluição e tipo de modificador. De acordo com os resultados obtidos, as variáveis temperatura de

atomização, fator de diluição e uso do modificador apresentaram efeito significativo sobre a resposta de interesse (absorvância integrada), para um limite de confiança de 95%. Um planejamento Doehlert foi construído utilizando as variáveis TA e diluição para confecção da superfície de resposta, mantendo constantes as variáveis uso de modificador (Rh) e TP de 1000°C. O resultado final foi TA de 2700° e diluição 1+4 (com HNO₃ 1% e 0,1 % de triton X-100), respectivamente, ródio como modificador permanente e TP de 1000°C. Os limites de detecção e quantificação para amostras de soro foram respectivamente de 0,011 e 0,037 µg L⁻¹ (3s e 10s, respectivamente). A curva de calibração por ajuste de matriz foi linear até 50 µg L⁻¹. Recuperação de amostras artificialmente contaminadas em 20 diferentes níveis entre 2 e 40 µg L⁻¹, apresentaram uma recuperação média de 100,1 ± 5,1 % com RSD (n=3) inferior a 10 %. Estudo intra-ensaio efetuado com 7 curvas de calibração por ajuste de matriz (0 – 30 µg L⁻¹), mostraram uma média de 4,35 ± 1,76, enquanto que estudos inter-ensaio efetuados durante três dias consecutivos (preparados da mesma forma que o estudo anterior), mostrou uma média de 5,53 ± 1,78.

Conclusões

Através do emprego das otimizações fatorial fracionário e Doehlert foi possível otimizar as condições ótimas para determinação de V em soro por GF AAS. Figuras como LOD, LOQ, exatidão, precisão intra e inter-ensaio mostraram bons resultados.

Agradecimentos

Ao CNPq pelo apoio financeiro e bolsas. Ao professor Alfredo de Miranda Góes (ICB-UFMG) pela concessão das amostras.

¹ Descotes, J. *Imuno-toxicology of drugs and chemicals*, Elsevier, Amsterdam, 1988.

² Moreno, T.; Artacho, R.; Navarro, M.; Perez, A.; Ruiz-Lopez, M. D. Serum copper concentration in HIV-infection patients and relationships with other biochemical indices. *Sci. Total Environ.* **1998**, *217*, 21.