

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

Henrique José Ferraz Fabrino (PG)¹, Josianne Nicácio Silveira (PQ)², Carlos Henrique de Souza (IC)¹, Waldomiro Borges Neto (PQ)¹, José Bento Borba da Silva (PQ)¹. bentojb@terra.com.br

¹Departamento de Química, ²Departamento de Análises Clínicas e Toxicológicas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 31270-901, Belo Horizonte, MG.

Palavras Chave: sangue humano, chumbo, espectrometria de absorção atômica em forno de grafite, otimização multivariada.

Introdução

A exposição humana ao chumbo pode ocorrer através da alimentação, água e ar contaminados, além dos medicamentos, cosméticos e utensílios domésticos. Estudos mostram que no sangue, o tempo de meia vida ($t_{1/2}$) do Pb é em torno de 35 dias. Cerca de 95% do que é absorvido se deposita nos ossos e dentes, e os 5% restantes em tecidos moles e sangue. O $t_{1/2}$ do chumbo nos tecidos moles é em torno de 40 dias e nos ossos varia de 2 a 10 anos. O chumbo pode causar vários danos a saúde pela interferência na biossíntese do heme, da globina, de proteínas, por ser nefrotóxico, neurotóxico, cardiotoxico, dentre outras ações. A toxicidade do chumbo é mais susceptível em crianças e os idosos. Devido a toxicidade do Pb surge a preocupação em quantificar esse metal em pacientes portadores de doenças debilitantes como aids, diabetes e câncer e correlacionar com pacientes normais. A WHO, o CDC, e a ACGIH concordam que uma concentração de chumbo no sangue abaixo de $10 \mu\text{g dL}^{-1}$ é aceitável [1]. A ingestão semanal considerada aceitável é de $25 \mu\text{g kg}^{-1}$. O objetivo deste estudo foi desenvolver método para determinação de Pb em sangue, sem digestão prévia da amostra, empregando modificação permanente do tubo de grafite e otimizações multivariadas (fatorial fracionário e Doehlert) por GF AAS. O método será empregado para determinar Pb em amostras de sangue de pacientes com aids, diabetes e câncer de mama num estudo comparativo com grupo controle.

Resultados e Discussão

Inicialmente, empregando o programa de temperatura do forno recomendado pelo fabricante, foram selecionados os dois melhores modificadores permanentes entre o Ir, o Rh, o Ru, o Zr, o W e não uso de modificador. Os melhores resultados foram obtidos para W e Ir ($520 \mu\text{g}$). Empregando um fatorial fracionário 2^{4-1} , foram otimizadas as temperaturas de pirólise e atomização, tempo de pirólise e tipo de modificador. De acordo com os resultados obtidos, as variáveis temperatura de atomização (TA), temperatura de pirólise (TP) e uso do modificador

apresentaram efeito significativo sobre a resposta de interesse (absorvância), para um limite de confiança de 95%. Um planejamento Doehlert foi construído utilizando as variáveis TA e TP para confecção da superfície de resposta, mantendo constantes as variáveis uso de modificador (W) e tempo de pirólise de 50 segundos. As respostas por absorvância obtidas no planejamento Doehlert não apresentaram variação significativa. Então foi gerada uma superfície de resposta com os valores de absorvância de fundo e calculado o ponto mínimo da curva. O resultado final foi TA de 2300°C e TP de 720°C , tungstênio como modificador permanente e tempo de pirólise de 50 segundos. Para o cálculo do limite de detecção e quantificação foram feitos 10 brancos (diluente mais matriz) e lidos em triplicata. Os limites de detecção e quantificação obtidos foram de $0,003$ e $0,01 \mu\text{g L}^{-1}$, respectivamente. A curva de calibração por ajuste de matriz foi linear até $60 \mu\text{g L}^{-1}$, apresentando R^2 de $0,9964$ e equação da reta $y = 0,0027 + 0,0033 (n=7)$. A faixa de recuperação das amostras contaminadas em 3 diferentes níveis ($15, 35$ e $55 \mu\text{g L}^{-1}$) foi de $99,99 \pm 1,48 \%$ ($n=3$). No estudo da precisão o coeficiente de variação (CV) médio intra-ensaio, $n=7$, (para $20, 40$ e $60 \mu\text{g L}^{-1}$) foi de $7,03 \pm 3,31$ e o inter-ensaio (efetuado durante três dias consecutivos para as mesmas concentrações) foi de $3,78 \pm 2,04 \%$.

Conclusões

Através do emprego das otimizações fatorial fracionário e Doehlert foi possível otimizar as condições ótimas para determinação de Pb em sangue por GF AAS. Figuras como LOD, LOQ, linearidade, exatidão, precisão intra e inter-ensaio mostraram resultados adequados. Como segunda etapa iremos determinar o Pb em amostras de sangue de pacientes com aids, diabetes e câncer.

Agradecimentos

Ao CNPq pelo apoio financeiro e bolsas. Ao Laboratório de Toxicologia Ocupacional da Faculdade de Farmácia pela disponibilidade do equipamento de absorção atômica no qual estão sendo realizadas as análises.

¹ Andrada, D.; Pinto, F. G.; Magalhães, C. G.; Nunes, B. R.; Franco, M. B.; Silva, J. B. B. *J. Bras. Chem. Soc.* **2005**, *17*, 328.