

Combustão iniciada por microondas e determinação em linha de Cd e Pb em sangue por FF-AAS.

Lucélia Hoehne (PG)¹, Fabiane R. Bartz (PG)¹, Juliano S. Barin (PQ)², Matheus A. G. Nunes (IC)¹, Valderi L. Dressler (PQ)¹, José N. G. Paniz (PQ)¹, Érico M. M. Flores (PQ)^{1*}. flores@quimica.ufsm.br

1. Departamento de Química – Universidade Federal de Santa Maria, 97105-900, Santa Maria - RS

2. Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, Frederico Westphalen - RS

Palavras Chave: F AAS, combustão, MW, metais, sangue.

Introdução

Tubos metálicos têm sido empregados com sucesso para melhorar a sensibilidade e os limites de detecção em espectrometria de absorção atômica com chama (FF-AAS). Entretanto, somente amostras líquidas podem ser introduzidas e, no caso de sólidos, etapas de solubilização e/ou decomposição ainda são necessárias. Neste trabalho, um sistema de combustão iniciada por microondas (MIC) foi acoplado a um espectrômetro de absorção atômica com tubo na chama para análise de amostras sólidas por FF-AAS. Como exemplo de aplicação foram determinados Cd e Pb em sangue liofilizado e avaliada a possibilidade de calibração com soluções de referência.

Resultados e Discussão

Amostras de sangue foram homogeneizadas e liofilizadas e, posteriormente, prensadas com grafite na forma de comprimidos com 5 mm de diâmetro. Os comprimidos foram envolvidos em papel de filtro, contendo solução de NH_4NO_3 50%, e colocados num suporte de quartzo. O conjunto foi introduzido em uma câmara de vidro posicionada no interior de um forno de microondas (Figura 1). Oxigênio foi utilizado como auxiliar de combustão e para o transporte dos produtos até o sistema de atomização.

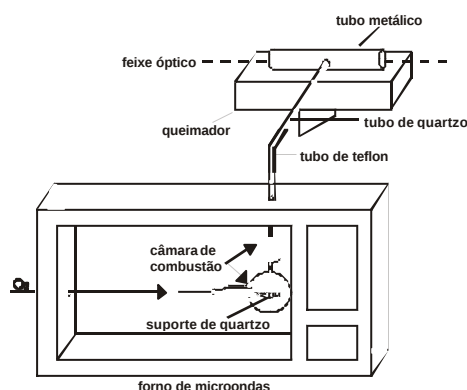


Figura 1. Sistema MIC-FF-AAS

A calibração foi feita com soluções de referência adicionadas a comprimidos de grafite e os resultados foram comparados com os obtidos por espectrometria de massa com plasma

indutivamente acoplado (ICP-MS). Após a avaliação das condições operacionais os seguintes parâmetros foram escolhidos: 40 μl de NH_4NO_3 50%, 1 l min^{-1} como vazão de O_2 , 30 mg de grafite, massa de sangue liofilizado de 3 a 50 mg, vazão de ar e acetileno de 16 e 2 l min^{-1} , respectivamente, uso de tubo metálico sem modificações para Cd e com 12 furos na base para Pb. A massa característica foi de 0,05 para Cd e 4,5 ng para Pb e o limite de detecção (LD) foi de 6 ng g^{-1} para Cd e 648 ng g^{-1} para Pb. Os resultados obtidos para amostras de referência certificadas e sangue (amostras com *spikes*) estão mostrados na Tabela 1.

Tabela 1. Resultados para Cd e Pb ($\mu\text{g g}^{-1}$)

Analito	Amostra	Valor de referência	Valor por MIC-FF-AAS
Cd	sangue A	$0,67 \pm 0,04^*$	$0,62 \pm 0,03$
	DOLT-2	$20,8 \pm 0,5$	$20,6 \pm 0,2$
	fígado de frango	$7,15 \pm 0,25^*$	$7,29 \pm 0,41$
Pb	sangue A	$20,2 \pm 1,5^*$	$19,0 \pm 0,3$
	sangue B	$0,18 \pm 0,02^*$	$< 0,65$

* ICP-MS, após decomposição ácida em sistema pressurizado.

Conclusões

O sistema proposto por MIC-FF-AAS permitiu a determinação de Cd e Pb em sangue com mínima manipulação da amostra, reduzindo, assim, os erros sistemáticos associados a esta etapa. O sistema é facilmente adaptável a qualquer espectrômetro de absorção atômica com chama e melhora a sensibilidade e LD, em relação à FAAS convencional. Entre as principais vantagens, pode-se destacar a possibilidade de calibração com solução de referência adsorvida em comprimidos de grafite. Quando comparados com sistemas similares que determinaram Cd e Pb em amostras biológicas, este permitiu a introdução de maior massa de amostra e, conseqüentemente, melhorou os LDs.

Agradecimentos

UFSM, CAPES, CNPq, FAPERGS.