

Validação de procedimento visando à determinação direta de Cd, Cu e Pb em organismos marinhos por SS-GF AAS.

Rodrigo Chelegão¹ (PG)*, Juliana Naozuka² (PQ), Pedro V. Oliveira² (PQ), Cassiana S. Nomura¹ (PQ) *e-mail: rodrigo.chelegao@ufabc.edu.br

¹ Centro de Ciências Naturais e Humanas, Universidade Federal do ABC, CEP 09210-170, Santo André, SP, Brasil

² Instituto de Química, Universidade de São Paulo, C.P. 26077, CEP 05513-970, São Paulo, SP, Brasil

Palavras Chave: Análise direta, Absorção Atômica, Organismos Marinhos.

Introdução

Elementos como Cd, Cu e Pb, em organismos marinhos, são utilizados como biomarcadores, fornecendo importantes informações na avaliação do risco à saúde humana. Uma maneira de realizar análises nesse tipo de matriz é por meio da análise direta que apresenta algumas vantagens frente aos procedimentos que requerem digestão da amostra: minimização dos riscos de contaminação, perda do analito e geração de resíduos, maior detectabilidade e frequência analítica, além da possibilidade de realizar a microanálise ($m < 1$ mg). Entretanto, a calibração, a microhomogeneidade e a falta de materiais de referência certificados (CRM) para microanálise são algumas das dificuldades que precisam ser vencidas. Assim, objetivo do presente trabalho é desenvolver e validar procedimentos para microanálise direta de organismos marinhos na determinação de Cd, Cu e Pb, por espectrometria de absorção atômica com forno de grafite e amostragem direta de sólidos (SS-GF AAS).

Resultados e Discussão

Para o desenvolvimento do procedimento foi utilizado um espectrômetro de absorção atômica com forno de grafite e amostrador manual de sólidos (AnalytikJena, Jena, Alemanha). Os parâmetros instrumentais utilizados foram: $I = 4,0$ mA, resolução espectral = $0,8$ nm e $\lambda = 228,8$ (Cd); $324,8$ (Cu) e $217,0$ (Pb). Comportamento térmico do Cd, Cu e Pb em soluções aquosas e na amostra de hepatopâncreas de lagosta certificado (TORT-1) foi avaliado por meio da construção das curvas de temperatura de pirólise (T_P) e atomização (T_A) utilizando $20 \mu\text{l}$ da solução aquosa e da suspensão de TORT-1 ($5 \text{ mg TORT-1} / 5 \text{ ml H}_2\text{O}$). Modificador químico de Pd+Mg em diferentes massas foram avaliadas: $5 \mu\text{g Pd} + 3 \mu\text{g Mg}$, $10 \mu\text{g Pd} + 6 \mu\text{g Mg}$ e $20 \mu\text{g Pd} + 10 \mu\text{g Mg}$. As melhores condições de T_P e T_A , e de modificador químico que possibilitou a determinação direta de Cd, Cu e Pb em organismos marinhos, empregando calibração aquosa estão apresentadas na Tabela 1. Os valores de limite de detecção, massa característica e intervalo linear para cada um dos elementos determinados: Cd ($0,34 \mu\text{g g}^{-1}$, 2 pg , $5\text{-}100 \text{ pg}$), Cu ($0,34 \mu\text{g g}^{-1}$, 13 pg , $50\text{-}500 \text{ pg}$), Pb ($0,05 \mu\text{g g}^{-1}$, 15 pg , $0,15\text{-}1,2 \text{ ng}$).

32ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Tabela 1: Programa de aquecimento para a determinação direta de Cd, Cu e Pb

Etapa	Temperatura (°C)	Rampa (°C s ⁻¹)	Patamar (s)
Secagem	130	10	15
Pirólise	650^{Cd} , 900^{Cu} , 800^{Pb}	100	40
Atomização	1800^{Cd} , $2500^{\text{Cu, Pb}}$	2600	5
Limpeza	2600	1200	2

*Cd e Pb: $5 \mu\text{g Pd} + 3 \mu\text{g Mg}$; Cu: sem modificador químico

A acurácia do procedimento foi avaliada pela análise de CRMs de organismos marinhos, cujo resultado está apresentado na tabela 2. Massas de amostras analisadas variaram de 40 a $450 \mu\text{g}$. Os valores encontrados concordaram em 95% no nível de confiança (*test-t student*), indicando que o procedimento proposto pode ser empregado na microanálise direta de organismos marinhos.

Tabela 2: Concentrações de Cd, Cu e Pb em organismos marinhos, utilizando calibração aquosa

	CRM	Valor Certificado (mg kg^{-1})	Valor Encontrado* (mg kg^{-1})
Cd	SRM 1577b	$0,5 \pm 0,03$	$0,5 \pm 0,03$
	SRM 8414	$0,013 \pm 0,011$	$0,015 \pm 0,02$
	SRM 1566b	$2,48 \pm 0,1$	$2,44 \pm 0,3$
Cu	SRM 8414	$2,84 \pm 0,45$	$3,09 \pm 0,36$
	SRM 2976	$4,02 \pm 0,33$	$4,15 \pm 0,24$
Pb	SRM 8414	$0,38 \pm 0,24$	$0,18 \pm 0,05$
	SRM 2976	$1,35 \pm 0,13$	$1,35 \pm 0,13$

* $n=5$; SRM1577b = fígado bovino; SRM8414 = músculo bovino; SRM 1566b = ostra; SRM2976 = molusco

Conclusões

O procedimento possibilita a análise rápida e simples de pequenas massas de amostra ($< 1 \text{ mg}$). A otimização do programa de aquecimento aliada ao uso de modificadores químicos apropriados tornou possível a determinação direta de Cd, Cu e Pb em organismos marinhos por SS-GFAAS.

Agradecimentos

UFABC, FAPESP, CNPq, CAPES

¹ Nomura, C. S.; Soares, C. S.; Oliveira, P. V. Quím. Nova **2008**, 31, 104.