

Tratamento de amostras com alto teor de gordura para a determinação de alumínio por GF AAS.

Stefanny Febraio¹ (IC), Greice T. Macarovscha¹ (PG), Andrea Oliveira¹ (PQ), Rafael A. de Sousa¹ (PG) e Solange Cadore¹ (PQ). - stefanny_febrαιο@hotmail.com

¹Departamento de Química Analítica – Instituto de Química, UNICAMP, CP 6154, CEP 13084-971

Palavras Chave: tecido biológico, digestão ácida, TMAH, alumínio, GF AAS.

Introdução

Muitas doenças podem estar associadas a espécies metálicas, seja pela sua ausência ou presença, dependendo do mecanismo pelo qual estes elementos atuam. Entretanto, analisar amostras biológicas de tecidos humanos apresenta dificuldades, pois a quantidade de material é, em geral, reduzida, apresentam certa complexidade e os métodos precisam ser de fácil execução e apresentar eficiência analítica, principalmente quando são empregados em análises de rotina.

Neste trabalho comparou-se a digestão ácida assistida por microondas e a solubilização parcial da amostra com hidróxido de tetrametilamônio (TMAH), visando a determinação de alumínio, em tecido humano de alto e variável teor de gordura, por GF AAS.

Resultados e Discussão

As amostras de interesse apresentam um teor de gordura que varia entre 25 e 75% e um alto valor de umidade. Assim, estudou-se um procedimento que utilizasse um único frasco, para o tratamento e a medida, para evitar contaminação e perda de Al.

Para a digestão ácida assistida por microondas utilizou-se um forno de microondas com capacidade de 42 frascos de baixa pressão. O procedimento, após a otimização do método, foi obtido secando as amostras dentro dos frascos (50 a 100 mg em massa úmida), tratando-as com 2 mL de HNO₃ e 1 mL de H₂O₂ 30% usando um programa de aquecimento de 15 minutos até alcançar 180°C, permanecendo nesta temperatura por mais 10 minutos.

A otimização do procedimento de solubilização alcalina mostrou resultados adequados quando as amostras foram secas em tubos Falcon de 50 mL e tratadas com uma solução aquosa de TMAH 25% (v/v), na proporção de 1 mL de solução:250 mg de amostra (massa úmida), mantidos em repouso por 12 horas. O volume final da suspensão obtida foi completado com uma solução aquosa 0,35% (v/v) de Triton X-100.

Para a quantificação de Al por GF AAS, o uso de modificador químico foi avaliado e os resultados obtidos mostraram que somente para a solubilização alcalina é necessário usar um modificador, no caso

o (Mg(NO₃)₂). O programa de aquecimento do forno de grafite encontra-se descrito na Tabela 1.

Tabela 1. Condições instrumentais otimizadas para o ciclo de aquecimento no GF AAS.

Etapa	T / °C *	T / °C **	Rampa, patamar / s	Fluxo de gás / mL min ⁻¹
Secagem	110	110	1, 30	250
Secagem	130	130	15, 30	250
Pirólise	1450	1500	10, 20	250
Atomização	2350	2350	0, 5	0
Limpeza	2450	2450	1, 3	250

* Amostra mineralizada ** Amostra solubilizada com TMAH

Considerando o problema da pressão nos frascos do microondas na presença de amostras com alto teor de gordura e a possibilidade de um grande número de amostras a ser analisado, a solubilização alcalina mostrou-se a opção mais viável para este estudo. Experimentos de adição e recuperação do analito foram feitos, com recuperações de Al entre 96 e 111%. Os limites de detecção e de quantificação foram 0,74 e 2,2 µg/kg, respectivamente

Conclusões

Os resultados obtidos permitem concluir que a solubilização com TMAH é mais eficiente quando comparada à mineralização, para o tratamento de amostras de tecidos biológicos com alto teor de gordura. Assim, o uso do reagente alcalino com a adição de um dispersante resulta em um método de fácil execução, facilitando a rotina de análise dessas amostras.

As condições estabelecidas para o tratamento de amostras de tecidos humanos é adequada para a determinação de alumínio por GF AAS.

Agradecimentos

Ao CNPq, Fapesp e INCTAA.

¹ Nóbrega, J. A.; Santos, M. C.; de Sousa, R. A.; Cadore, S.; Barnes, R. M.; Tatro, M.; *Sample preparation in alkaline media*, Spectrochimica Acta Part B 61 (2006) 465-495.

² Matos, W. A.; Menezes, E. A.; Gonzalez, M. H.; Costa, L. M.; Trevisan, L. C.; Nogueira, R. A. R.; *Partial microwave-assisted wet digestion of animal tissue using a baby-bottle sterilizer for anlyte determination by inductively coupled plasma optical emission spectrometry*, Acta Part B 64 (2009) 615-618.