

AVALIAÇÃO DE UM SISTEMA PARA PREPARO DE AMOSTRAS BIOLÓGICAS EM MICROESCALA PARA DETERMINAÇÃO DE METAIS POR TÉCNICAS DE ESPECTROMETRIA ATÔMICA.

CAMILA MIZETTE OLIZ¹; CAMILA CORRÊA PEREIRA¹; ALEXANDER OSSANES SOUZA¹; RICHARD MACEDO DE OLIVEIRA¹; ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO²; ADRIANE MEDEIROS NUNES².

^{1,2} *Laboratório de Metrologia Química; Programa de Pós-Graduação em Química; Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e Alimentos; Universidade Federal de Pelotas, RS/Brasil.*

^{*1} *camilaoliz@yahoo.com.br*

^{*2} *adriane.mn@hotmail.com*

1. INTRODUÇÃO

A busca por métodos alternativos de preparo de amostras vem sendo o foco de muitos trabalhos, os quais têm como principal objetivo a minimização de possíveis inconvenientes relacionados a esta etapa (OLIVEIRA, 2003).

Isto é devido principalmente, ao fato de que os métodos convencionais de análise são em sua maioria morosos, e mais propensos a contaminações, bem como carecem de quantidades relativamente elevadas de amostras e reagentes, o que acaba influenciando diretamente nos custos de análise. Deste modo, se torna necessário o desenvolvimento de métodos simples, rápidos, menos propensos a perdas de analitos e contaminações, assegurando uma análise eficiente com resultados exatos e precisos como é reportado por KORN et. al (2008).

Alguns procedimentos em frascos fechados utilizando pequenas massas de amostras com adição de volumes reduzidos de reagentes são relatados na literatura, como citado por MORTARI et. al. (2004); CAMPOS et. al. (2009) e OLIZ et. al. (2013).

Sendo assim, este trabalho descreve resultados preliminares de um estudo utilizando micro quantidades de amostras e reagentes, baseado em procedimentos de microdigestões realizadas em micro frascos aliada a incidência de radiação micro-ondas para posterior determinação de metais por técnicas espectrométricas.

2. METODOLOGIA

Os micro frascos utilizados para as micro digestões foram produzidos com material inerte a base de Teflon (PTFE), os quais são resistentes a ação de reagentes oxidantes fortes. Massas de amostras (10 a 20 mg) de CRMs (DOLT-4 para quantificação K, Na e Mg; e NIST 2976 para quantificação de Cd) foram pesadas diretamente nos frascos e volumes entre 150 a 300 μ L de HNO₃ bidestilado foram adicionados. Após a completa digestão das amostras e a temperatura ambiente, estas foram transferidas de forma quantitativa para frascos eppendorf e foram aferidas a 2 mL com água deionizada.

Foi realizado um estudo prévio para estabelecer as condições necessárias (potência e tempo de irradiação das amostras), a fim de constatar a melhor potência e o menor tempo para obter resultados confiáveis através do processo de micro

digestão. Dessa maneira, as condições escolhidas e fixadas para todas as digestões foram: a potência média (347 W) por um tempo de irradiação das amostras de 5 minutos.

Posteriormente, as amostras preparadas dos CRMs utilizados foram levadas a análise e as determinações se procederam da seguinte maneira: Na e K foi realizada por F AES (Espectrometria de Emissão Atômica com Chama), Mg por F AAS (Espectrometria de Absorção Atômica com Chama) e Cd por GF AAS (Espectrometria de Absorção Atômica com Forno de Grafite).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Avaliando-se os parâmetros de mérito obtidos, apresentados na Tabela 1, pode-se observar boa linearidade das curvas de calibração ($R \geq 0,99$), bem como valores elevados de "a", mostrando a sensibilidade do método proposto. Os LDs alcançados pela metodologia se apresentaram adequados à proposta do trabalho para a determinação de todos os analitos em estudo.

Tabela 1. Parâmetros de Mérito para K, Na, Mg e Cd.

Analito	a ($L^{-1} mg$)	LD ($\mu g g^{-1}$)	R
K	0,1680	26,2	0,9988
Na	0,1671	10,6	0,9982
Mg	1,2747	7,48	0,9963
Cd	0,0750	0,01	0,9955

a: coeficiente angular da curva; LD: limite de detecção;

R: coeficiente da curva de calibração.

Pode-se também verificar a exatidão dos resultados alcançados pelo método proposto, já que foram analisadas amostras certificadas de peixe. Segundo os resultados apresentados na Tabela 2, foi possível verificar uma boa concordância entre os resultados obtidos e os valores certificados para os analitos em estudo, o que comprova a exatidão dos resultados. Além disso, a aplicação do teste-t de Student mostrou para um nível de 90% de confiança, que os resultados encontrados não apresentaram diferenças significativas em relação aos valores certificados informados.

Tabela 2. Valores obtidos e valores certificados dos CRMs (média \pm desvio para $n=3$).

Analito	VC ($mg kg^{-1}$)	VE ($mg kg^{-1}$)	RSD (%)
K	9.800,0*	9.786,5 \pm 78,9	0,81
Na	6.800,0*	6.811,0 \pm 93,5	1,37
Mg	1.500,0*	1.443,0 \pm 69,4	4,81
Cd	0,82 \pm 0,16	0,80 \pm 0,10	12,50

VC= Valor Certificado (*informado sem desvio); VE= Valor Encontrado; RSD= Desvio Padrão Relativo.

4. CONCLUSÕES

O método proposto se apresentou como um procedimento simples, rápido e seguro requerendo micro quantidades de amostra e reagentes, sendo adequado ao

preparo de amostras biológicas para posterior determinação dos respectivos elementos por técnicas de espectrometria atômica.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

OLIVEIRA, E. Sample preparation for atomic spectroscopy: evolution and future trends, **J. Braz. Chem. Soc.**, 14, 174–182, 2003.

KORN, M. G. A.; BOA MORTE, E. S.; SANTOS, D. C. M. B.; CASTRO, J. T.; BARBOSA, J. T. P.; TEIXEIRA, A. P.; FERNANDES, A. P.; WELZ, B.; SANTOS, W. P. C.; SANTOS, E. B. G. N.; Sample Preparation for the determination of metals in food samples using spectroanalytical methods- A Review; **App. Spectrosc.**, Rev. 43, 67, 2008.

MORTARI, S.; SAIDELLES, A. P. F.; BARIN, J. S.; FLORES, É. M. M.; MARTINS, A. F. A simple procedure for decomposition of human hair using polypropylene vials for selenium determination by hydride generation atomic absorption spectrometry. **Microchim. Acta**, v. 148, p. 157-162, 2004.

CAMPOS, R.C.; VERGUERIA, S. F. J; GONÇALVES, R. A.; WAGENER, A. L. R.; A Microdigestion Procedure Directly Performed in the Autosampler Cups for the Determination of Trace Elements in Biological Samples by GF AAS, **J. Braz. Chem. Soc.**, vol. 20 n°10, 1925-1930, 2009.

OLIZ, C. M.; PEREIRA, C. C.; VIEIRA, M. A.; RIBEIRO, A. S.; NUNES, A. M.; Avaliação de Tratamentos da Amostra em Microescala para a determinação de K, Mg, Na e Zn em Carnes por Técnicas de Espectrometria Atômica. **Química Nova (Impresso)**, v. 36, p. 972-977, 2013.