

Decomposição de amostras de fumo utilizando sistema de refluxo para posterior análise por ICP OES

CAMILA CORRÊA PEREIRA¹; ALEXANDER OSSANES DE SOUZA², ELIÉZER QUADRO ORESTE², MIRLA JANAINA AUGUSTA CIDADE³, SOLANGE CADORE³, ANDERSON SCHWINGEL⁴

¹Universidade Federal de Pelotas, PPGQ/CCQFA – *camila.cpereira@hotmail.com*

²Universidade Federal de Pelotas, PPGQ/CCQFA.

³Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP.

⁴Universidade Federal de Pelotas, PPGQ/CCQFA – *andersonsch@hotmail.com*

1. INTRODUÇÃO

O consumo de produtos para queima feitos de fumos apresentam diversos componentes químicos, tanto orgânicos como inorgânicos, que podem causar diversas doenças como cânceres em diversos órgãos, principalmente no pulmão, boca e faringe, devido a inalação dos produtos gerados da queima do fumo (KHILIF; 2010 e PAPPAS; 2006).

A presença de metais presentes no fumo é devido ao solo ou a adição de defensivos agrícolas e fertilizantes, assim ocorre a absorção desses elementos pelas plantas. Dessa forma pode ocorrer o acúmulo de metais potencialmente tóxicos em níveis elevados, como cádmio, chumbo, cromo e níquel, os quais apresentam extrema facilidade de acumulação nos tecidos (KHILIF; 2010 e PAPPAS; 2006).

Dessa forma é necessário o desenvolvimento de novos métodos de preparo de amostra, que sejam mais econômicos e que permitam a determinação de metais voláteis com a mesma, ou melhor, eficiência que os métodos já descritos na literatura de copo fechado. No qual pode-se destacar o sistema de irradiação por micro-ondas, que é aplicável para diversas matrizes e adequado para a inúmeros elementos, mas devido seu elevado custo e de sua difícil operação, não está disponível na maioria dos laboratórios de pesquisa e/ou rotina. Dessa forma, uma alternativa para essa etapa é a utilização de um sistema de refluxo que é acoplado aos tubos do bloco digestores convencionais, que permite a utilização de elevadas temperaturas sem que haja perda de ácidos e de elementos voláteis (KRUG, 2010 e Oreste, 2013).

O objetivo do presente trabalho é avaliar a concentração elementar em amostras de fumo, proveniente de cigarros industrializados, para verificar o risco que o indivíduo pode sofrer ao queimar essas amostras. Para esse estudo, foi utilizado um sistema de refluxo, a qual foi desenvolvido pelo nosso grupo de pesquisa, para a etapa de preparo das amostras e a posterior determinação elementar utilizado a técnica de ICP OES.

2. METODOLOGIA

2.1 Instrumentação

As determinações foram realizadas utilizando a técnica de Espectrometria de emissão atômica por plasma acoplado (ICP OES).

2.2 Preparo da Amostra

Foram selecionadas cinco amostras de fumo, provenientes de diversas marcas de cigarro, os quais foram adquiridos em comércio local. Foram descartados o revestimento externo do cigarro (papel) e o fumo foi então

separado e triturado com o auxílio de um processador comercial a fim de garantir uma maior homogeneidade das amostras.

2.2.2 Digestão Ácida

Pesaram-se aproximadamente 500 mg de amostra em um tubo de digestão e adicionaram-se 5 mL de HNO₃ bidestilado. Em seguida, os tubos com o sistema de refluxo foram submetidos a uma temperatura do bloco digestor de 250 °C por um período de 3 h, posteriormente deixou-se esfriar a 100 °C e adicionou-se 1 mL de H₂O₂ por mais 1 h. Após o resfriamento dos tubos de digestão, transferiu-se o líquido resultante para frascos volumétricos de 50 mL e aferiu-se com água desionizada.

2.2.3 Forno Micro-ondas

Pesaram-se cerca de 500 mg das amostras, as quais foram transferidas para tubos de digestão do forno de micro-ondas. Subsequentemente, foi adicionado 1,0 mL de H₂O₂, posteriormente, 5,0 mL de HNO₃ bidestilado e 4 mL de H₂O. A programação do forno de micro-ondas (Anton Paar Modelo Multiwave 3000) foi de 20 minutos para digestão a uma temperatura de 170 °C em uma potência de 1200 W com pressão interna de 16,5 bar. Após o resfriamento dos tubos de digestão, transferiu-se o líquido resultante para frascos volumétricos de 50 mL e aferiu-se com água desionizada.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados de concentração dos analitos encontrados nas amostras decompostas no sistema de refluxo estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Resultados em concentração de Cd, Pb, Cr e Ni encontrados para 5 diferentes tipos de amostras de fumo (n=3).

Amostra	Concentração $\bar{x} \pm sd$, mg kg ⁻¹ (RSD, %)			
	Cd	Pb	Ni	Cr
A	1,69 ± 0,07 (4,1)	< LD	3,17 ± 0,10 (3,3)	3,31 ± 0,20 (5,9)
B	0,53 ± 0,09 (17,5)	< LD	1,76 ± 0,19 (10,5)	1,49 ± 0,06 (4,0)
C	0,86 ± 0,15 (16,9)	< LD	4,04 ± 0,62 (15,4)	3,67 ± 0,07 (1,86)
D	2,07 ± 0,12 (5,6)	< LD	3,11 ± 0,84 (26,7)	2,55 ± 0,32 (12,5)
E	1,39 ± 0,07 (5,32)	< LD	3,48 ± 0,13 (3,9)	2,38 ± 0,06 (2,5)

* $\bar{x} \pm sd$ (média ± desvio padrão); RSD (desvio padrão relativo); LD (limite de detecção).

Os resultados de concentração dos analitos encontrados nas amostras decompostas no micro-ondas estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 – Resultados em concentração de Cd, Pb, Cr e Ni encontrados para 5 diferentes tipos de amostras de fumo (n=3).

Amostra	Concentração $\bar{x} \pm sd$, mg kg ⁻¹ (RSD, %)			
	Cd	Pb	Ni	Cr
A	0,66 ± 0,03 (3,8)	< LD	1,60,75 ± 0,04 (2,8)	1,08 ± 0,50 (4,6)
B	< LD	< LD	0,63 ± 0,04 (6,5)	0,98 ± 0,05 (5,4)
C	< LD	< LD	1,61 ± 0,10 (6,44)	2,08 ± 0,16 (7,5)
D	0,67 ± 0,04 (5,2)	< LD	1,05 ± 0,01 (0,8)	0,72 ± 0,11 (14,9)
E	0,67 ± 0,04 (5,7)	< LD	1,51 ± 0,17 (11,3)	1,18 ± 0,04 (3,8)

* $\bar{x} \pm sd$ (média ± desvio padrão); RSD (desvio padrão relativo); LD (limite de detecção).

Pode-se observar nas tabelas acima que os valores entre o sistema de refluxo e o micro-ondas não são concordantes entre si, onde os valores do micro-ondas são em média a metade dos valores do sistema de refluxo, essa diferença talvez ocorra devido a problemas na calibração do equipamento ou as soluções resultantes apresentaram efeito de matriz, refletindo nos resultados diferentes. Sendo assim, faz-se necessário a realização de estudos complementares, como o emprego de materiais de referência e/ou uso da técnica de adição do analito para verificar quais dos métodos estudados apresentam a melhor exatidão.

4. CONCLUSÕES

O presente trabalho ainda está em fase inicial de estudo, conforme foram apresentando pelos resultados obtidos. Sendo assim, ainda será avaliado esses métodos de preparo de amostras citados com as suas devidas otimizações complementares, a fim de obter uma melhor exatidão, assegurando a confiabilidade da nova metodologia. Também deve ser avaliada a forma de leitura instrumental, como por exemplo, a forma de calibração do equipamento, no intuito de eliminar eventuais problemas por efeito da matriz.

Apesar disso, o que pode-se concluir é que em amostras de fumo há uma concentração esperada para esses elementos tóxicos (exceto para Pb), pois foi possível obter elevados sinais analíticos para elementos investigados.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

KHLIFI, R; Hamza-Chaffai, A. Head and neck cancer due to heavy metal exposure via tobacco smoking and professional exposure: A review. **Toxicology and Applied Pharmacology**, 248, 71–88, 2010.

PAPPAS, R.S.; POLZIN, G.M.; ZHANG, L.; WATSON, C.H.; PASCHAL, D.C.; ASHLEY, D.L. Cadmium, lead, and thallium in mainstream tobacco smoke particulate. **Food and Chemical Toxicology**, 44, 714–723, 2006.

KRUG, F. J. **Métodos de preparo de amostras: fundamentos sobre preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar**. Piracicaba-SP, 2010.

ORESTE, E. Q.; JESUS, A.; OLIVEIRA, R. M.; SILVA, M. M.; VIEIRA, M. A.; RIBEIRO, A. S. New design of cold finger for sample preparation in open system: Determination of Hg in biological samples by CV-AAS. **Microchemical Journal**, 109, 5-9, 2013.