

DETERMINAÇÃO DE VANÁDIO EM SUSPENSÕES DE CABELO POR ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA COM ATOMIZAÇÃO ELETROTÉRMICA EM FORNO DE GRAFITE

Kelly G. Fernandes^{1*}(PG), Ana Rita A. Nogueira^{1,2}(PQ)

José A. Gomes Neto³(PQ), Joaquim A. Nóbrega¹(PQ)

¹ Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Departamento de Química,

Universidade Federal de São Carlos, Caixa Postal 676, 13560-970, São Carlos-SP

² Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos-SP

³ Departamento de Química Analítica, Instituto de Química,

Universidade Estadual Paulista, Araraquara- SP

(*e-mail: kdgfernandes@terra.com.br)

No Brasil, atualmente, a análise de cabelo é solicitada principalmente por médicos da área da medicina ortomolecular para avaliar o estado nutricional e as possíveis contaminações por metais pesados. Entre os vários elementos de interesse tem-se o vanádio, elemento essencial ao organismo. No entanto, se estiver presente em excesso pode provocar várias doenças ou até mesmo a morte.¹ Entre as técnicas analíticas usadas para determinação de metais em amostras sólidas e suspensões, a espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica (ETAAS) tem proporcionado desenvolvimentos e aplicações relevantes por apresentar vantagens marcantes no que se refere à introdução da amostra e outros parâmetros analíticos, tais como: redução do tempo de preparo da amostra, diminuição da chance de perdas de analitos por volatilização, diminuição da possibilidade de contaminação, aumento de sensibilidade e diminuição do uso de ácidos concentrados.² A maioria dos métodos propostos na literatura empregando outras técnicas analíticas para determinação de vanádio envolve a decomposição da amostra com ácidos concentrados. No entanto, esses procedimentos são morosos, além de haver a possibilidade de contaminação da amostra. Este trabalho descreve um procedimento analítico para determinação de vanádio em suspensões de cabelo em meio de aminas terciárias (CFA-C) empregando espectrometria de absorção atômica em forno de grafite (GF AAS) e espectrometria de absorção atômica multielementar simultânea (SIMAAS). As medidas foram efetuadas usando dois diferentes equipamentos de absorção atômica: Varian (Modelo 800) equipado com amostrador automático (modelo GTA 100), com corretor de fundo por efeito Zeeman transversal, tubo de grafite HGA e Perkin-Elmer (Modelo SIMAA 6000), equipado com corretor de fundo por efeito Zeeman longitudinal, amostrador automático Perkin-Elmer (modelo AS-72), agitador ultrassônico Perkin-Elmer (modelo USS-100) e tubo de grafite THGA. As amostras foram pulverizadas em moinho criogênico e os tamanhos de partículas obtidos foram inferiores a 95 µm. Curvas de pirólise e atomização foram obtidas em meio 0,14 mol l⁻¹ HNO₃, 0,1% (v/v) Triton X-100 e 0,1% (v/v) CFA-C (pH = 8). Os programas de aquecimento otimizados para os diferentes equipamentos foram para o GF AAS (V = 15 µl): secagem 1(130 °C, 10 s, 30 s), secagem 2 (300 °C, 5 s, 10 s), pirólise (900 °C, 5 s, 10 s), atomização (2800 °C, 1 s, 5 s) e limpeza (2800 °C, 1 s, 3 s) e para SIMAAS (V = 30 µl): secagem 1(110 °C, 5 s, 20 s), secagem 2 (300 °C, 10 s, 20 s), pirólise (1700 °C, 5 s, 20 s), atomização (2600 °C, 0 s, 5 s) e limpeza (2600 °C, 1 s, 3 s). As massas de cabelo para o preparo das suspensões variaram entre 10 e 50 mg para cada amostra, sendo depois diluídas para 10 ml em três diferentes meios: 0,14 mol l⁻¹ HNO₃, 0,1% (v/v) Triton X-100 e 0,1% (v/v) CFA-C. O melhor meio para a estabilização da suspensão contendo 20 mg de cabelo foi 0,1% (v/v) CFA-C. Em ambos instrumentos foram obtidas curvas analíticas na faixa de 10,0 a 30,0 µg l⁻¹ empregando soluções de referência preparadas em meio 0,1% (v/v) CFA-C. Os limites de detecção (LOD), quantificação (LOQ) e massas características obtidos foram 0,28 µg l⁻¹, 0,95 µg l⁻¹ e 35,0 pg, e 0,34 µg l⁻¹, 1,13 µg l⁻¹ e 75,3 pg, respectivamente, para o GFAAS e para o SIMAAS. A exatidão do procedimento proposto foi confirmada pelo teste-*t*, sendo os resultados analíticos obtidos pelo procedimento proposto aplicado em ambos equipamentos e por digestão ácida convencional das amostras de cabelo concordantes no intervalo de 95% de confiança.

1. D. Pozebon, V. L. Dressler, A. J. Curtius; *Quím. Nova*, 22 (1999) 838-846.

2. Y. Hirano, K. Yamamura, K. Oguma, K. Harada; *Anal. Sci.*, 17 (2001) 1351-1353.