Otimização das condições experimentais e estudo de possíveis interferentes na pré-concentração em ponto nuvem visando a determinação de vanádio em amostra de medicamento

Amanda M. D. de Jesus (PG), Edenir R. Pereira Filho* (PQ)
***e-mail: erpf@ufscar.br**

Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos - SP

Palavras Chave: *Vanádio, Ponto Nuvem, FAAS*

Introdução

Os efeitos fisiológicos do vanádio são bastante diversificados. Uma dieta animal pobre nesse elemento pode refletir em várias deficiências, como má formação óssea e crescimento retardado. Atualmente, a ingestão diária recomendada de V é estimada de 10 a 60 mg.[1] Embora o V tenha aplicação em procedimentos terapêuticos, esse elemento vem sendo reconhecido, atualmente, como um potencial poluente da mesma classe do As, Hg e Pb. Essa dualidade na função biológica torna muito importante a determinação de V em amostras de medicamentos. O método de extração e pré-concentração por Ponto Nuvem, pode auxiliar técnicas que apresentam baixos limites de detecção e quantificação, como é o caso da espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS) para determinação do V. Neste contexto, o objetivo desse trabalho foi a otimização e estudo de interferentes no método de pré-concentração em ponto nuvem para a determinação de vanádio em amostra de medicamento.

Resultados e Discussão

Dois planejamentos fatorial 2^4 foram utilizados com o intuito de otimizar variáveis como o tipo de agente complexante (8-HQ, 8-Hidroquinolina e PAN, 1 - (2-piridilazo) - 2-naftol), a concentração e o volume das soluções de complexantes além do volume do agente surfactante (Triton X-114). A Tabela 1 apresenta as condições finais empregadas na pré-concentração por ponto nuvem.

Tabela 1. Melhores condições para a pré-concentração em Ponto Nuvem

Variáveis	
Volume (Vol.) de amostra	10 mL
Vol. de solução tampão acetato	1 mL
Vol. de solução de PAN [0,1%]	0,5 mL
Tempo de complexação	10 min
Vol. de Triton X-114 [5%]	0,5 mL
Tempo de aquecimento	20 min a 45°C
Centrifugação	10 min a 3500 rpm
Diluição com metanol	400 µL

A Tabela 2 mostra os parâmetros de desempenho do método proposto e através da razão entre os valores de inclinação das duas curvas analíticas de calibração, sem e com ponto nuvem, foi possível determinar o fator de enriquecimento (F.E.) como sendo cerca de 10 vezes.

Tabela 2. Parâmetros de desempenho do Ponto Nuvem para o V

Parâmetro	Valor
LOD (mg L^{-1})	0,080
LOQ (mg L^{-1})	0,269
Sensibilidade (L mg^{-1})s	0,112
R^2	0,989

A Tabela 3 mostra o estudo da interferência do Mo e Fe no procedimento do ponto nuvem em amostra de medicamento contendo 10,0 mg L^{-1}. Os valores de recuperação foram calculados tendo como referência uma solução padrão (Controle) contendo 10,0 ± 0,6 mg L^{-1} de V.

Tabela 3. Estudo da interferência de Mo e Fe em amostra de medicamento

Experimentos	Recuperação (%)	SD
Amostra	96,2	11
V (controle) + Mo (1:1)	108	7
V (controle) e Mo (1:1) + Amostra	107	5
V (controle) e Fe (1:1)	100	6
V (controle) e Fe (1:10)	42	6
V (controle) e Fe (1:100)	8	3

Podemos observar que a presença de Mo não promove nenhuma interferência no procedimento de pré-concentração do V, já o Fe na proporção a partir de 1:10 (V:Fe) provoca uma redução de 60% no sinal do analito.

Conclusões

Com a utilização do método de ponto nuvem foi possível à obtenção de baixos LOD e LOQ. O estudo dos interferentes comprovou o quanto é difícil à determinação do V na presença de Fe pelo procedimento do ponto nuvem e estratégias de mascaramento devem ser efetuadas.

Agradecimentos

CAPES, CNPq e FAPESP

[1]Khan, S., T.G. et al., *Journal of Hazardous Materials*, Vol. 182, 371-376, **2010**.