

DETERMINAÇÃO DE ENXOFRE EM PELO CANINO POR HR-CS GF MAS E SUA COMPARAÇÃO COM AMOSTRAS DE CABELO HUMANO

Vitor C. P. Marrocos^a (PG), Tatiana D. Saint’Pierre (PQ)^a, Fábio G. Lepri^b (PQ)

^a Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Química, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 22451-900

^b Universidade Federal Fluminense, Departamento de Química, Niterói, RJ, Brasil, 24020-150

*e-mail: vitor.cornaqui@gmail.com

O pelo canino, assim como o cabelo humano, é um importante biomarcador e é capaz de ilustrar as condições físicas do animal, bem como o seu meio de criação. De acordo com a concentração de alguns elementos, tais como o enxofre, pode-se determinar possíveis disfunções ou doenças no animal devido à grande afinidade do enxofre em se ligar a metais.¹ A determinação multielementar comumente é realizada por técnicas espectrométricas com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES e ICP-MS), no entanto, a determinação de enxofre por ICP-OES ou AAS é dificultada devido ao fato de suas linhas de ressonância situarem-se na região de UV de vácuo (180,671 nm)³ e, na determinação por ICP-MS, existe a interferência do dímero $^{16}\text{O}_2^+$ sobre o isótopo mais abundante do enxofre (^{32}S). Portanto, a determinação de S via espectrometria de absorção molecular de alta resolução com fonte contínua e vaporização em forno de grafite (HR-CS GF MAS) torna-se uma alternativa interessante, pois apresenta grande liberdade de interferências.³ No presente trabalho, é proposto um método para determinação de enxofre em amostras de pelo canino por HR-CS GF MAS e os valores encontrados foram comparados com os obtidos em amostras de cabelo humano, a fim de estudar a similaridade entre as composições de ambas matrizes, além de estudar a viabilidade da utilização de material de referência certificado (CRM) de cabelo humano para avaliar os resultados, uma vez que não há CRM para pelo canino. Foram estudados dois métodos de tratamento de amostra: no primeiro, utilizando hidróxido de tetrametilamônio (TMAH) 25% com aquecimento e, no segundo, cerca de 0,2 g de amostra foi decomposta com 2 mL de HNO_3 e 0,8 mL de H_2O_2 sob aquecimento a 110 °C por 4 h, em seguida, diluída para 200 mL utilizando água ultrapura. O programa de temperatura do forno de grafite foi estudado monitorando-se, simultaneamente, os comprimentos de onda de 257,961 nm e 258,033 nm usando um padrão aquoso preparado a partir de tioureia ou L-cisteína, para a amostra de pelo canino e CRM de cabelo humano. Foram avaliados como modificadores químicos W (1 mg) sob a forma permanente com ou sem uso de Pd (20 µg) como modificador em solução, a fim de prevenir a perda do analito durante a etapa de pirólise, devido formação de CS_2 .^{2,3} O método de decomposição com TMAH apresentou algumas dificuldades que exigem estudos aprofundados, o resultado encontrado usando a decomposição ácida foi concordante com o valor do CRM (95% de confiança) obtido com temperatura de pirólise e vaporização de 300 °C e 2400 °C, respectivamente. Os resultados obtidos (% m/m) para as amostras de pelo canino e para o CRM NCS DC73347a foram, respectivamente, $5,97 \pm 0,84\%$ e $4,40 \pm 0,21\%$, em $\lambda = 257,961$ nm, e $5,98 \pm 1,01\%$ e $4,43 \pm 0,20\%$ em $\lambda = 258,033$ nm. Os valores de LD e LQ encontrados para a calibração realizada com padrão de tioureia e adição de analito, com $R^2 = 0,9964$, foram $4,00 \mu\text{g g}^{-1}$ e $12,01 \mu\text{g g}^{-1}$, respectivamente, para $\lambda = 257,961$ nm, e $8,20 \mu\text{g g}^{-1}$ e $24,60 \mu\text{g g}^{-1}$, respectivamente, para $\lambda = 258,033$ nm, com $R^2 = 0,9849$. O método proposto mostrou-se rápido, eficiente, sensível e exato para a determinação de S em amostras de pelo canino e cabelo humano.

¹Ozbek N, Baysal A, Trends in Analytical Chemistry, 88, 2017, 62.

²Ferreira H S, Lepri F G, Welz B, Carasek E, Huang M D, Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 25, 2010, 1039.

³Welz B, Becker-Ross H, Florek S, Heitmann U, High-Resolution Continuum Source AAS, Wiley-VCH, 1^a ed, 2005, Brasil.