

MODIFICACIÓN DE LA MATRIZ PARA DETERMINACIÓN DE PLOMO EN ORINA POR ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON HORNO DE GRAFITO

Nelly de Palacios

Rubén Sánchez A.

Gloria Patricia Gómez

Departamento de Química

Universidad del Valle

Resumen

Se describe un método para determinación directa de plomo en orina usando la técnica de absorción atómica con horno de grafito. Se implementa un tratamiento previo de la muestra con dos sustancias para modificar la matriz, lo cual permite el uso de altas temperaturas para eliminar interferencias sin pérdida del metal. Este método modificado es rápido, preciso y exacto.

Abstract

A direct method for the determination of lead content in urine using atomic absorption graphite furnace technique is described. The sample is pretreated with two substances to modify the matrix allowing the use of high temperatures to eliminate interferences with no metal losses. This modified method is quick, precise and accurate.

Introducción

El plomo se encuentra en diferentes productos de uso corriente [1] como papel impreso, baterías, pinturas industriales, pigmentos para pintura artística, alfarería, soldadura, aleaciones, en la gasolina (antidetonaante), etc.

Es un metal cuya toxicidad fue reconocida desde épocas muy remotas, Hipócrates describió los síntomas de envenenamiento por plomo en el año 370 antes de Jesucristo [1].

La contaminación por plomo se presenta en aire, agua, suelo y alimentos. Llega al organismo por inhalación, ingestión y por vía sucutánea depositándose principalmente en los huesos, de donde puede ser liberado y llegar a los riñones, el hígado, los pulmones y el cerebro. Produce daños graves en los sistemas nervioso, cardiovascular y escretor [1], [2]. En envenenamiento agudo, los casos patológicos incluyen además inflamación de la mucosa gastrointestinal y degeneración de los túbulo renales [2].

Por estos efectos tan adversos del plomo, se ha centrado la atención en buscar métodos analíticos que permitan determinar pequeñas concentraciones en muestras biológicas.

En el método que se presenta se hace tratamiento con modificadores para lograr transformaciones de la matriz y eliminar su interferencia sin que se produzca pérdida del metal, con un programa de temperatura adecuado para su determinación en horno de grafito.

Los modificadores son sustancias que se adicionan a la muestra para hacer más fácil la volatilización de la matriz o conseguir que el analito forme con estas sustancias compuestos más estables que permitan elevar la temperatura de atomización sin pérdida del elemento [3], [4].

Materiales y método

Instrumentos

Se usó un espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer 2380 equipado con horno de grafito HGA 300, corrector de fondo de deuterio, auto-muestreador AS 40, lámpara de cátodo hueco para plomo y tubo de grafito recubierto con grafito pirolítico.

Condiciones de operación del instrumento:

Corriente de la lámpara 11 mA, línea espectral 283,3 nm, rendija 0.7 nm.

Reactivos

Solución estándar de plomo de $1000 \mu\text{g mL}^{-1}$, sulfato de potasio y de sodio, Merck, (solución al 25%)

Fosfato diácido de amonio, Merck, (solución al 10%, p/v)

Nitrato de amonio, Merck, (solución al 1.3%).

Procedimiento

Todo el material de vidrio utilizado se lavó previamente con ácido nítrico diluido y se chequeó para controlar la contaminación por plomo.

Se hicieron cinco ensayos cambiando los modificadores de acuerdo con los siguientes procedimientos para encontrar la mejor exactitud.

1. Se trató una alícuota de 25 mL de orina con 2 mL de sulfato de potasio al 25% (p/v) y 5 mL de ácido nítrico concentrado, se llevó a sequedad a temperatura entre 400-450°C hasta obtener cenizas blancas. Luego se disolvió con ácido nítrico diluido y se hicieron lecturas por duplicado con el método de curva de calibración por adición de estándar para que la mezcla muestra-estándar tuviera la misma matriz [4].
2. En este caso se procedió de igual manera como se describió anteriormente pero cambiando el sulfato de potasio por sulfato de sodio de igual concentración.
3. Como modificador se utilizó fosfato diácido de amonio al 10% (p/v) y el resto del proceso fue igual a los anteriores.
4. El procedimiento consistió en utilizar una solución de nitrato de amonio, al 1.3%, p/v, en lugar del fosfato diácido de amonio. Las lecturas se hicieron aplicando el programa de temperatura 1 que aparece en las Tablas 1 a 4.
5. A una alícuota de orina de 25 mL se adicionaron 1 mL de sulfato de potasio al 50% (p/v) y 5 mL de ácido nítrico concentrado, se llevó a sequedad hasta obtener cenizas blancas, se disolvió con ácido nítrico diluido y se agregó 0,5 mL de nitrato de amonio al 1,3% (p/v).

Con el procedimiento 5. se leyeron tres programas diferentes de temperatura del horno, enumerados 1, 2 y 3 los cuales aparecen en las tablas 1 a 4.

Programas de temperatura**Tabla 1**

Programa 1		Programa 2		Programa 3	
Etapa	Temp. °C	Etapa	Temp. °C	Etapa	Temp. °C
Secado	120	Secado	120	Secado	120
Cenizas	500	Cenizas	300	Cenizas	700
Atomización	2.300	Atomización	2.000	Atomización	2.500

Resultados**Tabla 2**

Procedimiento 1		Programa de Temperatura 1	
Muestra	µg Adicionados	µg Recuperados	% Recuperación
1	20.0	17.0	85.0
2	20.0	12.9	65.5
3	30.0	28.6	95.3
4	20.0	23.8	119.0
5	30.0	38.7	129.0
6	30.0	40.4	134.7

Tabla 3

Programa de Temperatura 1			
Procedimiento	µg Adicionados	µg Recuperados	% Recuperación
2	30	44.6	148.7
2	30	54.2	180.7
3	20	28.9	144.5
3	30	40.2	134.0
4	10	12.0	120.0
4	10	11.7	117.0

Tabla 4

Procedimiento 5			
Programa Temp.	μg Adicionados	μg Recuperados	% Recuperación
1	5.00	5.21	104.1
1	5.00	5.52	110.4
1	5.00	4.39	82.8
1	5.00	5.23	104.6
2	5.00	6.85	136.9
2	5.00	6.42	128.3
3	5.00	5.28	105.6
3	5.00	4.88	97.6
3	5.00	4.92	98.4
3	5.00	5.38	107.6
Programa	μ Recuperación Promedio	% Recuperación Promedio	Coefficiente de Variación
1	5.09	100.48	9.55
2	6.64	132.60	5.97
3	5.12	102.30	4.93

Tabla 5

Precisión		
Concentración	Desviación estándar	Coefficiente de variación
0.008	0.001	12.5
0.020	0.002	10.0
0.040	0.004	10.0

Conclusiones

En la Tabla 2 aparecen los porcentajes de recuperación de 20 o 30 μg de plomo adicionados a muestras de orina a las cuales se les aplicó el procedimiento 1 y el programa de temperatura 1. Estos resultados son inconsistentes y no permiten sacar conclusiones sobre la acción de las sustancias adicionadas para eliminar interferencias de la matriz.

Las altas recuperaciones consignadas en la Tabla 3, que se obtuvieron aplicando los procedimientos 2, 3 y 4 y el programa de temperatura 1, se pueden atribuir a interferencias por absorción no específica o dispersión de la radiación por partículas relativamente grandes que abundan en la orina y que no se eliminaron completamente en la etapa de conversión a cenizas.

Con relación a los resultados de la Tabla 4, provenientes del tratamiento de la muestra con el procedimiento 5 y tres programas de temperatura del horno diferentes, se concluyó lo siguiente:

1. Con el programa de temperatura 1 los resultados son buenos con un promedio de porcentajes de recuperación de 100.48, coeficiente de variación de 9.55.
2. La aplicación del programa de temperatura 2 dió porcentajes de recuperación altos, 132,60 en promedio, y coeficiente de variación de 5.97. De acuerdo con estos resultados se pudo concluir que en esta de terminación las bajas temperaturas de carbonización y atomización no eliminaron completamente la matriz.
3. Con el programa de temperatura 3 se obtuvieron los mejores resultados, todos los datos de porcentajes de recuperación estuvieron cerca de 100, en promedio 102.3, coeficiente de variación de 4.93. Esto demuestra que los modificadores actuaron positivamente permitiendo un aumento considerable de la temperatura que elimina completamente las interferencias de matriz sin pérdida del metal.

La Tabla 5 resume los valores de desviación estándar y coeficiente de variación para concentración de 0.008 a 0.04 ppm de plomo en orina aplicando la metodología descrita.

Bibliografía

- [1] Dreisbach, R., *"Manual de Toxicología clínica"*, Ed. El Manual Moderno S.A. de C.V., México, 1983.
- [2] Sander, C., *"Toxicological Aspects of Energy Production"*, Collier MacMillan, Canadá, Ind., N.Y., 1986.
- [3] Verner Cagesson and Ludmila Andrasko, *"Direct determination of lead and cadmium in blood and urine by flameless atomic absorption spectrophotometry"*, Clin Chem, 1979, 25,11, 1948-1953.
- [4] Kulka, Elzbieta, *"Modification of the urine mineralization procedure for the determination of lead in studies of environmental"*, Bromatol Chem., Toksykol, 13(3), 333-357, Chem. Abst. 1980, 94: 77777g.