

3

Parte experimental

Material e métodos

3.1

Equipamentos

O equipamento utilizado no presente estudo foi um espectrômetro de absorção atômica fabricado pela Perkin Elmer Instruments (Shelton, USA) modelo AA800 equipado com corretor de fundo por efeito Zeeman, equipado com amostrador automático AS92. Como fonte de radiação, foi utilizada uma lâmpada de catodo oco de vanádio, da Perkin Elmer Instruments, operada no comprimento de onda de 318,4 nm, a uma largura de fenda de 0,7nm e corrente de 40 mA. O gás de purga foi o argônio 99,9%, distribuído pela Linde Gás (Rio de Janeiro, Brasil).

Foram utilizados tubos de grafite com aquecimento transversal, revestidos piroliticamente, e com plataforma L'vov integrada, fornecidos pela Perkin Elmer Instruments.

Todas as leituras foram em área do pico (absorbância integrada)

3.2

Reagentes

Os seguintes reagentes de alta pureza (no mínimo com grau analítico, P.A.), foram utilizadas para o preparo das soluções, após sua devida diluição: HNO₃ 65% m/v (Merck, Darmstadt, Alemanha), Pd(NO₃)₂ (10000 mg L⁻¹) e Mg(NO₃)₂ (10000 mg L⁻¹), ambos Perkin Elmer.

A solução padrão de V na concentração de 1000 µg mL⁻¹ utilizada foi da Perkin Elmer com rastreabilidade ao padrão do National Institute of Standards and Technology (NIST) SRM3165. Na preparação das

soluções de diferentes concentrações (soluções intermediárias e soluções de calibração) foi utilizado HNO_3 0,2% (v/v) para diluição.

A água ultrapura utilizada na preparação das soluções e nos procedimentos em geral foi produzida por um sistema Milli Q (Millipore, Bedford, MA, USA).

3.3

Software

O software STATISTICA 7.0 da Statsoft foi utilizado para o desenvolvimento do planejamento experimental multifatorial e posterior análise dos resultados.

Nos experimentos preliminares, foi também utilizado um recurso do equipamento para o desenvolvimento de métodos. Este programa fixa inicialmente a temperatura de atomização e varia a temperatura de pirólise, a fim de encontrar o seu valor ótimo; depois, fixando a temperatura de pirólise no valor ótimo encontrado, varia a temperatura de atomização, encontrando então o seu valor ótimo, sempre seguindo os intervalos definidos pelo usuário.

3.4

Descontaminação do material

Toda a vidraria e utensílios utilizados foram imersos em uma solução de Extran (Merck, Darmstadt, Alemanha) 5% (v/v), por 24 horas. Após este tempo, o material foi bem enxaguado em água corrente e imerso em uma solução de ácido nítrico 10% (v/v) para descontaminação por 24 horas. Após este tempo, o material foi enxaguado em água ultrapura por várias vezes e seco em estufa a 30°C.

3.5

Amostragem e armazenamento das amostras

As amostras utilizadas no estudo foram coletadas com os cuidados necessários para evitar a sua contaminação. A coleta do sangue foi feita em tubo específico para dosagem de traços de metal, isento de aditivos, com tampa azul marinho (Becton & Dickinson, Franklin Lakes, EUA). Após repouso de 30-60 minutos, para completa coagulação do material, o tubo foi centrifugado (na velocidade de 2500 rpm por 15 minutos) e o soro transferido para um tubo de polipropileno com tampa de rosca de 7 mL (Sarstead). As amostras foram preservadas congeladas (-18 a -20°C) até a análise^{18,37}.