APLICAÇÃO DA "FLOW INJECTION ANALYSIS" - PARTE IV - DETERMINAÇÃO DE CLORETO EM UNHAS DE CRIANÇAS E DE ADULTOS
Delmo Santiago Valteuma, Vera Lucia Rodrigues de Matos, Zéilla Thereseina Custódio Leite, Enielle Pereira Valtzama, Lilian Igreias da Silva, Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, UFRJ e Alceu Tavares França, Departamento de Imunologia, Hospital Universitário Clementino Fraga Filho, UFRJ

ABSTRACT

APPLICATION OF FLOW INJECTION ANALYSIS - PARTE IV - DETERMINATION OF CHLORIDE IN NAILS OF CHILDREN AND ADULTS: We proposed a procedure for the determination of chloride in nails using the flow injection analysis associated to molecular spectrophotometry, to contribute to the diagnosis of mucoviscidosis.

1 - INTRODUÇÃO

A mucoviscidose ou fibrose cística1,2,3 é uma doença genética de transmissão autosômica recessiva, sistêmica, crônica e progressiva, fatal na infância e no início da idade adulta, cujo diagnóstico laboratorial, acompanhado de análise do quadro clínico, é baseado, comumente, no chamado "teste do suor".

Este teste consiste na determinação dos teores de cloreto no suor por titulação volumétrica com nitrato mercuríreo usando-se difenilcarbazona como indicador2. O suor é recolhido, em gaseosa no ilheto de cloreto, por suorose induzida pela pilocarpina4. Devido a baixa concentração de cloreto no extrato aquoso final das auras de unhas, o método volumétrico com nitrato mercuríreo, mesmo na presença do indicador misto difenilcarbazona-sulfo de bromofenol, não se mostrou adequado. Portanto, para a eliminação experimental, optou-se pela injeção em fluxo contínuo.

A determinação do cloreto em auras de unhas, pelo sistema FIA, baseou-se na formação do complexo colorido de tio clorato férreo5, cuja absorvância foi medida em 480 nm.

As reações que ocorrem são as seguintes:

\[
\begin{align*}
2 \text{Cl}^- + \text{Hg(II)} \rightarrow \text{HgCl}_2 + 2 \text{SO}_4^{2-} \\
3 \text{SCN}^- + \text{Fe}^{3+} \rightarrow \text{Fe(SCN)}_3 \\
\end{align*}
\]

2 - PARTE EXPERIMENTAL

2.1 - APARELHAGEM/REAGENTES
- Sistema FIA - Micronal
- Éter sulfúrico, PA
- NACL, PA - solução atóxica de 1000 ppm em cloreto
- Reagente misto. Juntar em balão volumétrico de 1 l troco, 150 ml da solução A (Hg(SCN)2, 0,06% em etanol) com 500 ml da solução B (Fe(NO3)3.9H2O, 0,06% em HNO3, 0,4 M). Completar o volume com água destilada.

2.2 - CURVA DE CARGAÇÃO

A curva de calibração no intervalo de 0 a 20 ppm em cloreto foi elaborada utilizando-se velocidades de 3,82, 4,53 e 2,2 ml/minuto para a amostra, carregador e reagente respectivamente6,7.

O traçado das curvas foi realizado empregando-se o programa editor de gráficos Chartpak 128 para o computador Commodore 128 com regressão linear.

2.3 - PROCEDIMENTO

Pesar exatamente, no mínimo, 5,0 mg de auras de unhas de ambas as mãos, previamente limpas com água e com álcool etílico, diretamente, em tubo de ensaio. Lavar 2 vezes com porções de 1 ml de álcool etílico, abandonando o reagente orgânico. Em seguida, juntar 3 ml de água destilada e aquecer em banho-maria, a temperatura de 100°C, durante 15 minutos. Retirar o tratamento por mais duas vezes, reunindo os extratos aquosos em balão volumétrico de 10 ml. Completar o volume com água destilada.

Transferir 5,0 ml dessa solução para balão volumétrico de 10 ml, adicionando 1,0 ml da solução padrão de 100 ppm em cloreto e completar o volume com água destilada. Efetuar as medições no sistema FIA.

3 - RESULTADOS

As quantidades de cloreto, indicadas na Tab. I expressas em mg/kg de unhas de crianças e de adultos, com idades variando de 0 até 60 anos, foram calculadas empregando-se a expressão:

\[
\text{mgCl}^-/\text{Kg} = \frac{C \cdot D \cdot L}{n_h \cdot \Delta L}
\]

onde, \(C\) = concentração do padrão, \(n_h\) = massa da amostra, \(L\) = absorvância do padrão, \(\Delta L\) = diferença entre a absorvância da amostra contendo o padrão interno e a absorvância do padrão, \(10^{-3} \text{Cl}^-\) = equivalente-grama do cloreto e o fator 20 inclui o volume do extrato aquoso e a diluição final.

Tab. I - Teores de cloreto em auras de unhas.

<table>
<thead>
<tr>
<th>FAIXA ETÁRIA</th>
<th>NÚMERO DE AMOSTRAS</th>
<th>mgCl^-/Kg</th>
</tr>
</thead>
<tbody>
<tr>
<td>0 - 2</td>
<td>21</td>
<td>102,34</td>
</tr>
<tr>
<td>2 - 4</td>
<td>26</td>
<td>95,99</td>
</tr>
<tr>
<td>4 - 6</td>
<td>11</td>
<td>92,23</td>
</tr>
<tr>
<td>6 - 8</td>
<td>32</td>
<td>77,02</td>
</tr>
<tr>
<td>8 - 10</td>
<td>28</td>
<td>72,14</td>
</tr>
<tr>
<td>10 - 12</td>
<td>16</td>
<td>70,95</td>
</tr>
<tr>
<td>12 - 20</td>
<td>6</td>
<td>59,82</td>
</tr>
<tr>
<td>20 - 40</td>
<td>3</td>
<td>46,47</td>
</tr>
<tr>
<td>40 - 60</td>
<td>4</td>
<td>30,06</td>
</tr>
</tbody>
</table>

4 - CONCLUSÕES

1 - Foram comparados os métodos volumétricos do nitrato mercuríreo com indicador misto e do injeção em fluxo contínuo com tioclorato mercuríreo. Devido ao erro referencial do método volumétrico ter sido muito superior ao permitido em volumetria, e considerando-se que as características técnicas como rapidez e reprodutibilidade, justifica-se plenamente, a aplicação do sistema FIA na análise de rotina de cloreto em unhas.

2 - Os resultados obtidos da análise de auras de unhas por injeção em fluxo evidenciam a variação dos teores de cloreto conforme a faixa etária.

5 - AGRADECIMENTOS

CNPq, FAPERJ, UFRJ

6 - BIBLIOGRAFIA

5 - Denis, A.T., "Comunicação pessoal"
6 - Zacchetti, S.A.O. "et alii", "Manual de Análises de Flaga
tas e Águas Empregando Sistemas de Injeção em Fluxo", USP-CENA, Piracicaba, SP (1981), pp 25-26