

Avaliação da qualidade analítica e da sensibilidade na análise de amostras de cérebro por meio da irradiação curta com nêutrons do reator IEA-R1

Thais Silva Prado Neto e Mitiko Saiki
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN – CNEN/SP

INTRODUÇÃO

Diversos estudos têm mostrado que há uma correlação entre as concentrações de elementos químicos e o desenvolvimento de doenças. Também o sistema nervoso central indica ser sensível às variações das concentrações de elementos traço [1,2].

Para estudar a associação entre os elementos químicos e as doenças neurodegenerativas foram apresentadas no trabalho anterior [3] as concentrações de Cl, K, Mg e Na no tecido cerebral determinadas pela análise por ativação com nêutrons (NAA). Neste trabalho serão apresentados os valores de limites de detecção (LD) e de determinação (LQ) dos elementos para avaliar a sensibilidade pelos critérios da IUPAC (2002) e Currie (1968) bem como sobre os resultados do controle da qualidade dos resultados. [4,5]

Para avaliar a qualidade dos resultados foram calculados os parâmetros Z-score[4] e E-score[5] dos resultados das análises dos materiais de referência certificados (MRCs) NIST 1577b Bovine Liver e NIST 1566b Oyster Tissue.

OBJETIVO

O objetivo deste trabalho foi avaliar a qualidade analítica e a sensibilidade do método de NAA na determinação de Cl, Mg, Mn e Na em amostras de tecido cerebral

METODOLOGIA

As amostras de cérebro humano foram adquiridas do Banco de Encéfalos Humanos do Grupo de Estudos em Envelhecimento Cerebral da FMUSP. Para as amostras de cérebro foram submetidas à trituração,

liofilização e nova moagem. O método NAA consistiu em irradiar alíquotas das amostras juntamente com os padrões sintéticos de elementos, por um período de 30 s sob fluxo de nêutrons térmicos de $6,8 \times 10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ do reator nuclear IEA-R1. As medidas das atividades gama induzidas das amostras e padrões foram feitas usando um espectrômetro de raios gama ligado a um detector de HGe. A identificação dos radioisótopos foi feita pelas energias dos raios gama e meia vidas e as concentrações dos elementos foram calculadas pelo método comparativo.

RESULTADOS

Os valores dos limites de detecção LD e de quantificação LQ obtidos Cl, K, Mg, Mn e Na das Tabelas 1 e 2, mostram que estes limites são muito inferiores que as concentrações dos elementos dos materiais de referência e das amostras de cérebro. Isto indica que a NAA é adequada para determinação desses elementos nestes materiais devido a sua alta sensibilidade.

A Tabela 3 mostra os valores obtidos para Z-score e E-score para os resultados dos MRCs 1557b Bovine Liver e 1566b Oyster Tissue respectivamente. Os resultados das são satisfatórios quando $|Z\text{-score}| \leq 3$ e $|E\text{-score}| \leq 1$ [4,5]. A Tabela 3 mostra que valores de $|Z\text{-score}|$ variaram de 0,02 a 3,39 e os $|E\text{-score}|$ de 0,02 a 3,41. Isto é, os resultados das determinações Cl e Na não foram satisfatórios para ambos os MRCs e o E-score não satisfatório para Mn no MRC 1566b Oyster Tissue

Tabela 1. Limites de detecção (LD) e de quantificação (LQ) calculados pelo critério de Currie

Elementos	Energia (keV)	Bovine Liver		Oyster Tissue		Cérebro Bovino		Cérebro Humano	
		LD	LQ	LD	LQ	LD	LQ	LD	LQ
Cl ($\mu\text{g g}^{-1}$)	1642,7	72,9	243,6	110,0	361,3	44,2	141,3	83,1	181,9
K ($\mu\text{g g}^{-1}$)	1524,6	308	1007	388	1280	426	1399	657	1395
Mg ($\mu\text{g g}^{-1}$)	1014,4	118	370	470	578	258	812	283	423
Mn (ng g^{-1})	846,8	162	529	207	647	269	863	291	584
Na ($\mu\text{g g}^{-1}$)	1368,6	10,7	34,8	14,5	46,5	16,6	52,2	30,6	62,8

LD = Limite de detecção; LQ = Limite de quantificação.

Tabela 2. Limites de detecção (LD) e de quantificação (LQ) calculados segundo método de IUPAC

Elementos	Energia (keV)	Bovine Liver		Oyster Tissue		Cérebro Bovino		Cérebro Humano	
		LD	LQ	LD	LQ	LD	LQ	LD	LQ
Cl ($\mu\text{g g}^{-1}$)	1642,7	28,9	161,1	71,5	234,3	28,9	94,1	31,2	103,9
K ($\mu\text{g g}^{-1}$)	1524,6	195	663	226	754	671	687	250	833
Mg ($\mu\text{g g}^{-1}$)	1014,4	165	267	156	519	165	549	122	406
Mn (ng g^{-1})	846,8	172	341	134	444	172	575	121	405
Na ($\mu\text{g g}^{-1}$)	1368,6	12,8	23,6	8,6	28,5	12,8	34,2	11,1	35,8

LD = Limite de detecção; LQ = Limite de quantificação.

Tabela 3. Valores de Z-score e E-score obtidos para os resultados dos materiais de referência

Elementos	Material de Referência -1577b Bovine Liver				Material de Referência - 1566b Oyster Tissue			
	X \pm DP	Z _{score}	E _{score}	Valor certificado	X \pm DP	Z _{score}	E _{score}	Valor certificado
Cl	3236 \pm 372	3,4	3,4	2780 \pm 60	5848 \pm 266	3,1	3,2	5140 \pm 100
K	9746 \pm 1389	0,49	0,61	9940 \pm 20	6513 \pm 695	0,02	0,02	6520 \pm 0,2
Mg	637 \pm 105	0,98	0,42	601 \pm 28	1028 \pm 155	0,95	0,57	1085 \pm 23
Mn	10,1 \pm 0,8	0,37	0,13	10,5 \pm 1,7	17,3 \pm 2,0	0,64	2,0	18,5 \pm 0,2
Na	2241 \pm 231,5	1,5	1,1	2420 \pm 60	2956 \pm 296	2,2	1,7	3297 \pm 53

X \pm DP = Média aritmética e desvio padrão.

CONCLUSÕES

Pelos resultados obtidos concluiu-se que pelo método de NAA usando um tempo de irradiação curto é possível quantificar os elementos Cl, K, Mg, Mn e Na em amostras de cérebro humano e os resultados dos limites de detecção e de determinação indicaram a alta sensibilidade da técnica.. Os resultados de Z-score e E-score, em geral, indicaram boa exatidão com exceção dos resultados obtidos para Cl e Na

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] Hebbrecht, G.; Maenhaut, W; de Reuck, J., Instr. Meth. Phys. Res., v. 150, p. 208-213, 1999.

[2] Bélavári, C.S.; Andrásj, E.; Molnár, ZS.; Bertalan, É., Microchem. J., v.79, p. 367-373, 2005.

[3] Neto, T. S. P.; Saiki, M. Resumos do XIX Seminário Anual PIBIC/ CNPq, 2013.

[4] Thompson, M.; Ellison, S.L.R.; Wood R.; IUPAC Technical Report, v. 74, p.835-855, 2002.

[5] Currie L. Analytical Chemistry, v.40, p.586-593, 1968.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq e FAPESP.