87

EXTRACCIÓN AUTOMÁTICA DE CADMIO EN MUESTRAS DE TABACO CON DETERMINACIÓN POR ICP-MS

Rogelio Rodríguez-Maese [a,b], Laura Ferrer [b], Víctor Cerdà [b] y Luz O. Leal [a]

[a] *Departamento de Medio Ambiente y Energía, Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMAV) S.C., Chihuahua, 31136, Mexico*

[b] *Departamento de Química, Universidad de las Islas Baleares, Palma E-07122, España*

***Correo electrónico: rogelio.rodriguez@cimav.edu.mx**

El cadmio es un elemento altamente tóxico que se acumula dentro del organismo humano, con un periodo de residencia de 15 a 20 años [1]. Sus fuentes más importantes de exposición son los alimentos y el humo del cigarro. El cadmio es fácilmente absorbido desde el suelo a través de las plantas del tabaco, que lo acumulan principalmente en las hojas [2]. Para su determinación, se utilizó el plasma de acoplamiento inductivo con espectrometría de masas (ICP-MS), ya que es una técnica sensible que presenta diversas ventajas analíticas [3].

La retención del cadmio se llevó a cabo a través de una extracción en fase sólida (SPE), utilizando la resina Dowex 50W-X8 [4]. Con el fin de reducir y facilitar los pasos involucrados en la SPE, se implementaron las técnicas de análisis en flujo lab-on-valve (LOV) y análisis por inyección en flujo multijeringa (MSFIA). A través de estas técnicas se logró la automatización del pre-tratamiento de muestra, como etapa previa a la determinación del analito de interés [5]. La técnica LOV, que ofrece flexibilidad en la manipulación de sólidos y fluidos, permite conformar eficientes columnas de extracción a base de perlas cromatográficas [6]. La técnica MSFIA presenta un alto rendimiento de inyección, robustez y versatilidad [7].

En el presente trabajo se ha desarrollado un método automático LOV-MSFIA que por SPE permite extraer cadmio en diversas muestras de tabaco, seguido de su detección por ICP-MS.

MATERIALES Y MÉTODOS: PROCEDIMIENTO ANALITICO

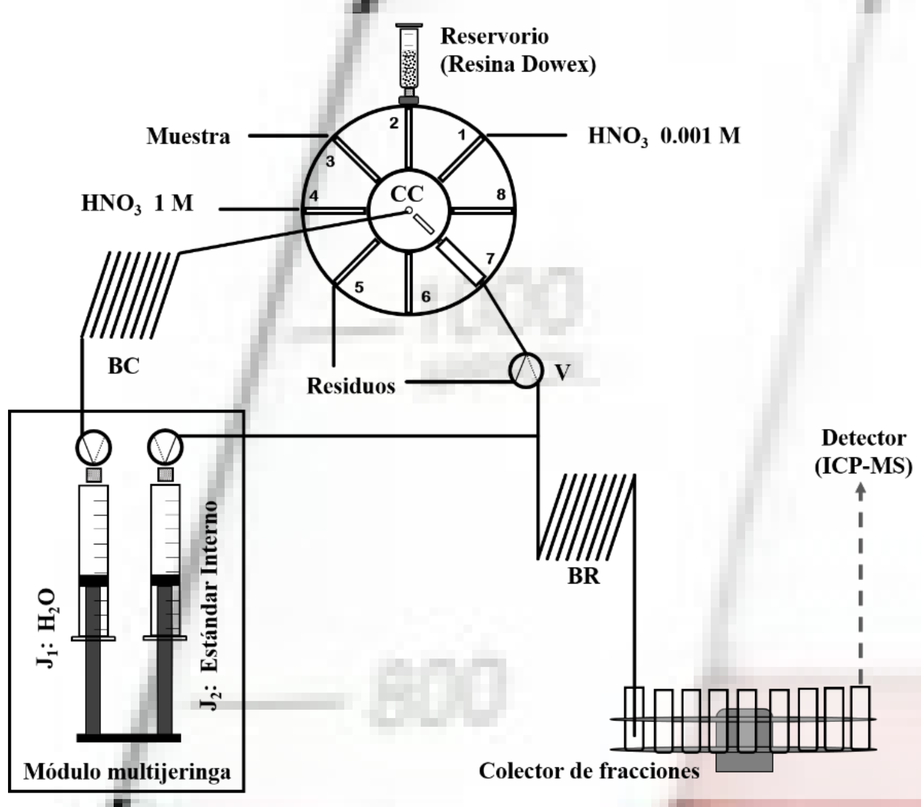

Figura 1. Sistema LOV-MSFIA para la extracción y preconcentración de cadmio. Conducto central (CC), válvula solenoide externa (V), bucle de carga (BC), bucle de reacción (BR), jeringas (J_1, J_2).

Acondicionamiento (0.001 M, HNO_3)

↓

Carga de muestra

↓

Elución del cadmio (1 M, HNO_3)

↓

Adición del estándar interno

↓

Detección por ICP-MS

Parámetros Analíticos

Límite de detección (ng)	0.05
Límite de cuantificación (ng)	0.2
Repetibilidad (%) (n=10)	2.4
Reproducibilidad (%) (n=5)	3.2
Volumen de muestra (mL)	1-50
Durabilidad de la resina (Inyecciones)	130
Volumen de preconcentración (mL)	50
Factor de preconcentración	8.3
Sensibilidad (^{114}Cd, CPS ng^{-1})	256.1
Rango lineal de trabajo (ng)	0.2-100
Coeficiente de determinación (R^2)	0.9993
Frecuencia de extracción[a] (h^{-1})	1.6-9 h^{-1}

[a] Depende del volumen de muestra a preconcentrar

ANÁLISIS DE MUESTRAS

Muestra*	Cd añadido (ng)	Detectado (ng)	Recuperación (%)
Pueblo	0	31.2±0.4	
	26	58.0±1.0	103
Camel	0	37±0.1	
	21	56±0.8	90.5
Philip Morris	0	31.2±2.7	
	25	54.0±1.2	91.2
Gold Copot	0	27.4±0.9	
	25	51.0±0.4	94.4
Marlboro	0	29.4±0.8	
	25	52.9±0.1	94
Planta de tabaco	0	8.70±0.2	
	25	35.5±0.3	107

Muestra*	Valor certificado (mg kg^{-1})	Detectado (mg kg^{-1})**
CRM (DORM-2, NRC)	0.043 ± 0.008 mg kg^{-1}	0.0480 ± 0.0005 mg kg^{-1}

*Los resultados están expresados como promedio ± desv. std. (n=3).
**La prueba t (t-test) de comparación indicó que no existen diferencias significativas a un nivel de confianza del 95%.

CONCLUSIONES

La presente metodología analítica se aplicó con éxito a la determinación de cadmio a niveles traza en diferentes muestras comerciales de tabaco. Este método presenta las siguientes ventajas: la automatización completa del pre-tratamiento de la muestra, incluida la sustitución automática de la resina; un bajo límite de detección a niveles de ultra-traza y alta precisión en el manejo de volúmenes de muestra y reactivos utilizados. Además, con el sistema propuesto se superan las limitaciones que el ICP-MS puede presentar al analizar el Cd, mejorando su selectividad y sensibilidad.

[1] Pappas, R. S., Fresquez, M. R., Watson, C. H. Cigarette smoke cadmium breakthrough from traditional filters: implications for exposure. J. Anal. Toxicol. 2015, 39(1): 45-51.
[2] Gratao, P. L., Pompeu, G. B., Capaldi, F. R., Vitorello, V. A., Lea, P. J., Azevedo, R. A. Antioxidant response of Nicotiana tabacum cv. Bright Yellow 2 cells to cadmium and nickel stress. Plant Cell Tissue Org., 2008; 94(1): 73.
[3] Ammann, A. A. Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP MS): a versatile tool. J. Mass Spectrom. 2007; 42(4): 419-427.
[4] Augusto, F., Hantao, L. W., Mogollon, N. G., Braga, S. C. New materials and trends in sorbents for solid-phase extraction. Trends Anal. Chem. 2013; 43: 14-23.
[5] Ruzicka, J., Hansen, E. H. Retro-review of flow-injection analysis. Trends Anal. Chem. 2008; 27(5): 390-393.
[6] Avivar, J., Ferrer, L., Casas, M., Cerda, V. Fully automated lab-on-valve-multisyringe flow injection analysis-ICP-MS system: an effective tool for fast, sensitive and selective determination of thorium and uranium at environmental levels exploiting solid phase extraction. extraction, J. Anal. At. Spectrom. 2012; 27(2): 327-334.
[7] Cerda, V., Ferrer, L., Avivar, J., & Cerda, A. *Flow analysis: a practical guide*. Newnes. The Netherlands, Elsevier Science Ltd. 2014.