

# Modificación y evaluación de un horno de microondas doméstico para la digestión en envases abiertos de muestras de orina y sangre

*Diego Alizo, José R. Domínguez V., Ivelin Morales-Fuentes y José Alvarado D.\**

*Laboratorio de Espectroscopia Atómica, Departamento de Química,  
Universidad Simón Bolívar, Caracas, Venezuela*

Recibido: 16-02-05 Aceptado: 26-06-06

## Resumen

El objetivo principal del presente trabajo es describir la evaluación de un horno de microondas doméstico, modificado, para ser usado en la digestión de muestras de orina y sangre. La evaluación se centró en cuatro aspectos principales: la eficiencia de la digestión ácida de muestras de orina y sangre usando el horno, la efectividad del sistema de refrigeración acoplado al mismo para evitar pérdida de los elementos volátiles durante la digestión, la vida útil del horno y la seguridad del sistema en cuanto a fugas de radiación. La eficiencia de la digestión se maximizó seleccionando las condiciones de potencia del horno más apropiadas para una digestión rápida y total de las muestras. La efectividad para evitar pérdidas de elementos volátiles se determinó mediante estudios de recuperación de los analitos, Hg y Pb, en determinaciones mediante absorción atómica en muestras dopadas de orina y sangre digeridas mediante calentamiento en el horno modificado. En lo que respecta a la vida útil del horno, la evaluación está en progreso. Se utilizó un detector de fugas de microondas para cerciorarse de la ausencia de radiación en los alrededores del sistema. Para la determinación de mercurio se usó el método de vapor frío y para determinación de plomo atomización con llama de aire-acetileno. La modificación hecha al horno consistió esencialmente en la apertura de cuatro perforaciones en la parte superior del mismo, de modo que fuese posible introducir por ellas cuatro tubos de vidrio con tope esmerilado para contener las muestras a ser digeridas. A cada uno de estos tubos se insertó la parte esmerilada de un condensador en espiral, a través del cual se hizo fluir agua, a aproximadamente 4°C, para condensar los vapores generados durante el calentamiento de la muestra en su digestión. Las perforaciones se realizaron en la parte superior de la cavidad del horno, localizadas de forma tal que los tubos que se insertaron en ellas quedasen ubicados directamente frente a la ventana de salida de la radiación dentro de la cavidad del horno. La longitud de los tubos se seleccionó de modo que la mayor parte de la radiación incidiera esencialmente sobre su parte inferior, lográndose así calentar casi exclusivamente la zona donde se contenía la muestra a ser digerida. Esto a su vez permitió crear un gradiente de temperatura entre ambos extremos del tubo que causase, junto con el efecto refrigerante de los condensadores, un efecto de reflujo tanto de los ácidos usados para la digestión como de los vapores generados durante la misma. Como resultado se obtuvo una digestión eficiente y rápida, aproximadamente 15 minutos y se recuperó un promedio de 96,90% y 97,50%, en diez determinaciones sucesivas, para Hg y Pb en muestras de orina y sangre, respectivamente.

**Palabras clave:** Absorción atómica; determinaciones Hg y Pb; digestión de muestras; envases abiertos; horno de microondas doméstico modificado.

\* Autor para la correspondencia. Telefax: 58 + 212 + 906-3981. E-mail: jalvar@usb.ve

# Modification and evaluation of a domestic microwave oven for open-vessel digestion of urine and blood samples

## Abstract

Modification and evaluation of a domestic microwave oven for acid digestion in open vessels of human blood and urine samples for their atomic absorption analysis, is described. Evaluation was centered on four main aspects: effectiveness of sample digestion, recovery of volatile analytes after digestion, useful life time of the oven and radiation leakage testing. To check effectiveness of digestion of urine and blood samples using the microwave oven, various tests were performed aimed at determining the best operational conditions for a total and rapid, approximately 15 minutes, digestion of the samples. The efficiency of the condensers to minimize possible losses of volatile elements during heating was assessed by recovery tests using blood and urine samples spiked with exactly known amounts of Hg and Lead, two of the most volatile analytes of interest, digested using the heating protocol described in this paper. Average values of 96.90% and 97.50% recovery for mercury and for lead were obtained in ten consecutive determinations. Useful life time of the oven is still in progress. Absence of radiation leakage was checked by means of a microwave leakage detector. Mercury determination was achieved by the cold vapour methodology and lead determination by means of flame atomization. The modification consisted in the opening of four perforations in the upper part of the oven cavity to introduce into the cavity four glass tubes to contain the samples to be digested. Each tube was externally coupled to a glass condenser trough which cold water was kept continuously flowing to refrigerate the upper part of the tube and condense the vapors formed during sample heating. The digestion tubes were positioned inside the cavity right in front of the wave's window, in such a way that radiation was mainly directed towards the lower end of the tube. This arrangement allowed for heating essentially that area of the tube containing the sample to be dissolved. This, in conjunction with the cooling effect of the condenser and the low heat transfer coefficient of glass, produced a temperature gradient along the tube. This temperature gradient promoted condensation of sample vapors coming from the bottom of the digestion tube and allowed for refluxing of the acid vapors, thus leading to a very effective dissolution process with minimal possibilities of losses of volatile components.

**Key words:** Atomic absorption; biological sample dissolution; Hg and Pb determination; modified microwave oven; open vessels.

## Introducción

El empleo de hornos de microondas analíticos, para la digestión de diferentes tipos de muestras, ha simplificado el trabajo práctico en el análisis químico (1-3). Una de las ventajas más importantes que ofrece el empleo de microondas es la disolución más rápida y completa de la muestra. Ello como consecuencia de un eficiente

aprovechamiento de la energía para el calentamiento, un control preciso de la temperatura, uso de los reactivos a condiciones de mayor temperatura y, en el caso de digestiones en envases cerrados, a un incremento sustancial de la presión a la cual se lleva a cabo la disolución. No obstante, en este último caso, la aplicación de esta alternativa se ve limitada ya que requiere el uso de recipientes diseñados específicamente para resistir altas

presiones, por lo cual el vidrio ha sido excluido de la fabricación de éstos. Comúnmente se utilizan varios tipos de politetrafluoroetileno, Teflón, en la fabricación de tales envases. Aunque este material puede resistir presiones relativamente altas, su resistencia térmica es limitada. Es posible evitar esta limitación usando recipientes de vidrio abiertos para aprovechar la eficiencia de la irradiación con microondas pero sacrificando el efecto benéfico de las altas presiones en el proceso de disolución de muestras difíciles. Tal alternativa la representan los sistemas de microondas focalizadas. En éstos se aprovecha la baja conducción térmica del vidrio utilizando un envase cilíndrico, o tubo de reacción, de paredes gruesas, suficientemente largo. De esta forma la zona expuesta a las microondas focalizadas es la parte inferior de los tubos de reacción, donde ocurre el calentamiento, la cual se encuentra suficientemente lejana del extremo abierto del tubo. En este extremo la temperatura se mantiene lo suficientemente baja mediante un flujo continuo de agua de enfriamiento, a fin de evitar o minimizar pérdidas de elementos volátiles de la muestra durante su calentamiento. El empleo de tubos de vidrio permite mayor flexibilidad en el uso de la temperatura y de los reactivos necesarios para la disolución además de reducir los gastos de operación, si se compara con los costos de los envases de Teflón. Los sistemas comerciales de microondas focalizadas, a pesar de ser generalmente más económicos que aquellos que operan a altas presiones, también pueden constituir una inversión no fácilmente alcanzable para algunos laboratorios.

Una alternativa similar, pero mucho más económica, se describe en este trabajo en el cual se presenta la modificación y evaluación de un horno de microondas comercial, para ser usado en la digestión de algunas muestras biológicas en las cuales es de interés la cuantificación de su contenido de elementos volátiles tales como plomo y mercurio. La modificación del horno se llevó a cabo tratando de simular las condiciones de trabajo de un horno analítico de microondas focalizadas. Se hizo especial hincapié en evitar la pérdida de analitos volátiles durante la digestión usando envases abiertos, mediante enfriamiento

de la parte superior de los mismos. Las bondades del sistema se evaluaron tomando en consideración su bajo costo, rapidez y facilidad de uso junto con la estimación de la exactitud y precisión de los resultados obtenidos en la determinación de plomo y mercurio en muestras de sangre y orina de donantes, dopadas éstas con cantidades exactamente conocidas de esos analitos y disueltas usando el horno de microondas propuesto en este trabajo.

## **Materiales y Métodos**

### **Recolección de las muestras**

Las muestras fueron recolectadas entre el personal de estaciones expendedoras de gasolina en el área de la Gran Caracas, Venezuela, que diariamente son transitadas por un gran número de vehículos automotores, en conformidad con los planes de muestreo establecidos en otro proyecto de investigación actualmente en progreso.

La toma de las muestras de sangre se realizó por punción venosa. Las mismas fueron almacenadas en tubos Vacutainer, estériles, conteniendo Heparina como anticoagulante, a aproximadamente 4°C, hasta el momento de su análisis. La mayoría de las muestras se recogió durante los fines de semana, días sábados y domingos y se analizó a lo largo de los días laborables siguientes. Generalmente el análisis nunca se realizó después de 6 días de la recolección. Para efectos de este estudio se tomaron al azar 20 muestras del total de muestras recolectadas, con un volumen aproximado de 4 mL cada una.

### **Digestión ácida de las Muestras**

La mayoría de los métodos empleados para la digestión de diferentes tipos de matrices biológicas esencialmente proponen el uso de ácidos minerales como HCl, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HF y sus combinaciones entre sí y con agua oxigenada. Tomando en consideración que el ácido nítrico es el más usado de este grupo de reactivos, el mismo y su combinación con agua oxigenada se seleccionó para desarrollar los procedimientos de digestión que se describen en este trabajo. Varios ensayos con volúmenes variables de sangre y de orina y diversas combinaciones del ácido con agua oxi-

genada se llevaron a cabo para seleccionar la mejor opción. El protocolo de digestión fue el siguiente:

En cada tubo de digestión se añadieron 2 mL de las muestras de sangre o 5 mL de las muestras de orina, se adicionaron 4 mL de ácido nítrico concentrado y 2 mL de agua oxigenada. Se colocaron los tubos de digestión en el horno de microondas doméstico modificado, a 75% de su potencia, por 15 minutos, tiempo suficiente para una digestión completa, como se detallará más adelante. Se minimizó el tiempo requerido para el enfriamiento de los envases después de la digestión, aproximadamente 3 minutos, mediante el uso de un ventilador apropiado y las soluciones obtenidas se trasvasaron cuantitativamente a balones volumétricos de 25 mL para su análisis.

#### **Determinación de Hg Mediante Vapor frío**

Para la determinación de mercurio se seleccionó la espectroscopia de absorción atómica mediante la generación de vapor frío (EAA-GVF). Esta técnica es comúnmente empleada para este analito (4-8) debido a su alta sensibilidad, pocas interferencias espectrales y matriciales y su relativo bajo costo de operación. El protocolo de análisis se describe a continuación.

Se tomaron 5 mL del estándar acuoso, o de la muestra digerida y se le añadieron 5 mL de ácido nítrico concentrado y unas gotas de permanganato de potasio. Se agitó la solución para homogeneizarla y permitir la oxidación del mercurio. Se añadieron 5 mL de borohidruro de sodio para generar los vapores de mercurio los cuales se hicieron llegar a la celda de medición mediante un flujo de nitrógeno para obtener las lecturas de absorbancia. Se prepararon blancos conteniendo los mismos reactivos en las mismas cantidades pero sin incluir estándar o muestra. A éstos se añadieron 5 mL de agua destilada-desionizada para alcanzar el mismo volumen que en las muestras.

#### **Determinación de Pb Mediante FAAS**

Para las determinaciones de Pb se escogió la técnica de absorción atómica mediante atomi-

zación con llama de aire-acetileno (FAAS). Esta escogencia estuvo basada en el hecho que los valores de absorbancia obtenidos mediante esta alternativa analítica generalmente se ven afectados por las propiedades físicas de las muestras que se analizan, particularmente por la viscosidad, la tensión superficial y su contenido de sólidos. Tomando esto en consideración la determinación del contenido de plomo de las muestras se llevó a cabo también mediante el método de adición de estándares. La efectividad de la digestión usando el horno modificado, en lo que atañe a la destrucción de la matriz de la muestra, se podría entonces evaluar al comparar los resultados logrados usando la curva de calibración obtenida con estándares acuosos con aquellos obtenidos mediante el método de adición de estándares.

#### **Condiciones Instrumentales de Análisis**

Dado que el objetivo fundamental de este trabajo es la evaluación del horno de microondas modificado para ser usado como herramienta para la digestión de muestras de sangre y orina y de ninguna manera se pretende desarrollar nuevas metodologías de análisis, las determinaciones de mercurio mediante generación de vapor frío y las determinaciones de plomo mediante FAAS, se realizaron bajo las condiciones instrumentales recomendadas como rutinarias en la literatura. En ningún momento se intentó optimizar condiciones instrumentales ni determinar figuras de mérito.

#### **Aparatos**

Para las digestiones, se empleó un horno de microondas doméstico, marca Welbilt, de 850 W de potencia y una frecuencia, o ciclo de trabajo, variable entre 10% y 100%. Al mismo le fueron perforados cuatro orificios en su parte superior, i.e. en el techo del horno, a través de los cuales se introdujeron tubos de vidrio de 28 cm de longitud por 4 cm de diámetro y paredes de 2 mm de espesor, con tope esmerilado. A cada tubo se acopló, mediante su parte esmerilada, un condensador en espiral, también esmerilado, de 30 cm de longitud y 4 cm de diámetro, tal como se esquematiza en la Figura 1. Los condensadores fueron alimentados con agua fría, proveniente de un re-

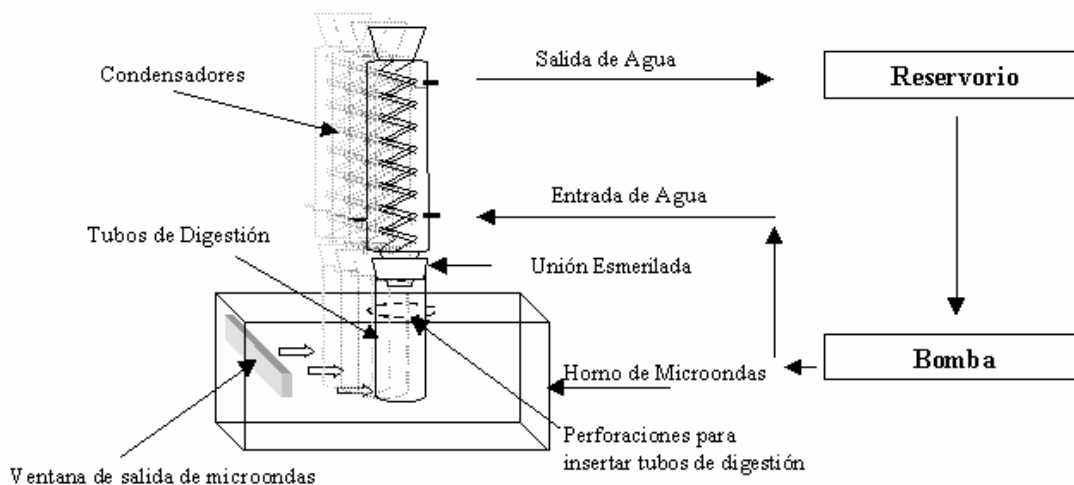


Figura 1. Esquema de un horno de microondas doméstico modificado, indicando la ubicación de los tubos de digestión frente a la ventana de salida de las ondas y los condensadores acoplados a cada tubo. Las flechas gruesas inferiores indican la zona de los tubos de digestión donde incide principalmente la radiación.

servorio con agua y hielo, mediante el uso de una bomba eléctrica marca General Electric, de  $\frac{1}{2}$  HP de potencia y las conexiones apropiadas representadas por flechas direccionales en la misma figura. Cabe destacar que para el sistema de enfriamiento de los condensadores, se utiliza un circuito cerrado que permite la utilización del mismo volumen de agua durante el proceso de digestión. Se utilizó un medidor de fugas de radiación de microondas marca UEI, modelo MW1AK de código de colores, con rango entre 0-1 (escala verde) y 1-2 (escala amarilla)  $\text{mW}/\text{cm}^2$ , para chequear fugas de radiación de microondas en las cercanías del sistema.

## Mediciones

### Porcentajes de recuperación de Pb y Hg

Para la determinación del porcentaje de recuperación de Pb y la determinación de este elemento en el estándar de referencia, se utilizó un espectrofotómetro de absorción atómica marca Perkin Elmer, modelo 503, equipado con una lámpara de cátodo hueco para Pb; operada a 8 mA y a una longitud de onda de 283,2 nm.

Para la determinación del porcentaje de recuperación de Hg se acoplaron al espectrofotómetro mencionado una lámpara de cátodo hueco para mercurio operada a 8 mA y a una longitud de onda de 253,7 nm, además de un sistema generador de hidruros marca Perkin Elmer modelo MHS-10. Los patrones acuosos para la determinación de Pb y Hg y los patrones para el método de adición de estándares para Pb, así como la solución de borohidruro de sodio, fueron preparados al momento de la determinación. Los primeros a partir de diluciones sucesivas de soluciones de 1000  $\text{mg L}^{-1}$  en Pb y Hg de laboratorios ARRO, y la segunda disolviendo borohidruro de sodio en una cantidad apropiada de agua destilada-desionizada, estabilizándola con una solución de hidróxido de sodio de tal modo que la concentración final de  $\text{NaBH}_4$  fuese del 3% m/v y la de NaOH 1% m/v.

## Resultados y Discusión

### Modificación del Horno de Microondas

Las perforaciones hechas al horno se dispusieron de forma tal que los tubos insertados en ellas fueran expuestos a la radiación de la manera

más homogénea posible. Inicialmente se estimó que una disposición circular, tomando como eje el centro de la parte superior de la cavidad del horno, sería la más adecuada. Sin embargo, con este arreglo se hizo evidente que los tubos más cercanos a la salida de la radiación se sobre calentaban dejando poca energía disponible para los tubos más lejanos. Ello implicaba un tiempo adicional de irradiación para lograr la digestión de las muestras contenidas en éstos. La mejor distribución de la radiación, aquella que produjo el calentamiento más uniforme de los tubos de reacción, se logró con la disposición esquematizada en la Figura 1, la cual se mantuvo para todos los ensayos que se describirán en este trabajo. La ubicación de las perforaciones y la longitud de los tubos de reacción permitió situarlos muy cercanos a la ventana de salida de las microondas de modo que sólo la parte inferior de éstos, conteniendo las muestras, fuese expuesta a la radiación. Es decir, la radiación fue prácticamente "focalizada" y dirigida hacia la zona de reacción, extremo inferior del tubo. La distancia existente entre dicha zona y la parte superior del tubo, aproximadamente 25 cm, la baja conductividad térmica del vidrio y el efecto de enfriamiento de la parte superior del tubo mediante el flujo de agua enfriada, causan un diferencial de temperatura entre ambos extremos que permite la recondensación de los vapores de la muestra y de la solución ácida, originándose así una acción de reflujo. Este reflujo permite que la acción de los ácidos sobre la muestra ocurra a temperaturas elevadas, sin necesidad de reposición de los mismos ya que no se escapan del tubo de reacción. Ello permite incrementar la eficiencia del proceso de digestión. La recondensación de los vapores minimiza las posibilidades de pérdidas de los componentes volátiles de la muestra que se digiere.

### **Digestión de Muestras**

Las muestras de sangre y de orina se llevaron a solución mediante el protocolo ya descrito. Se realizaron varios ensayos previos para la optimización del método. En algunos se trató de digerir sin la presencia de agua oxigenada obteniendo como resultado, tanto para las muestras de sangre como para las de orina, soluciones no cristalinas, con presencia de sólidos aún después

de 40 minutos de calentamiento. Estas soluciones desarrollaban al enfriarse una ligera capa de grasa sobrenadante. La adición de agua oxigenada al inicio del calentamiento, de acuerdo al protocolo descrito, resultó en un incremento sustancial de la eficiencia del proceso de digestión. Evidentemente la acción oxidante de este reactivo coadyuvaba en la destrucción de la matriz orgánica de este tipo de muestras, facilitando la obtención de soluciones cristalinas, sin sólidos o residuos de grasa, en tiempos realmente cortos comparando con el calentamiento convencional. Tomando esto en consideración se decidió agregar agua oxigenada al inicio de las digestiones. Siguiendo el protocolo descrito y agilizando el proceso de enfriamiento de las muestras mediante el uso de un ventilador apropiado, se pueden obtener 4 muestras ya aforadas, listas para su análisis, en un período de tiempo no mayor que 25 minutos. Durante el desarrollo de este procedimiento se detuvo el calentamiento cada 2 minutos, abriendo la puerta del horno, para seguir visualmente el progreso de la digestión. Ello se hizo a diferentes ciclos de trabajo del horno. Así se observó que a 75% de la potencia del horno las muestras de sangre se encontraban totalmente digeridas en un tiempo de 15 minutos. Algunas de las muestras de orina presentaron apariencia de digestión total entre la cuarta y la quinta inspección, 8 a 10 minutos de calentamiento. Sin embargo, en el mismo grupo, otras presentaban turbidez debido a la presencia de residuos no disueltos. Este comportamiento se observó de igual manera independientemente de la posición del tubo en el cual se trató de digerir estas muestras. Esto indicó que la eficiencia de la digestión no es directamente dependiente de la posición de los tubos de digestión con respecto a la ventana de salida de las ondas, confirmando así la conveniencia de este arreglo en cuanto a homogeneidad del calentamiento de los 4 tubos. Probablemente, el que algunas muestras de orina tiendan a digerirse más rápidamente que otras, tenga que ver con la dieta particular de cada donante y con la hora del día en que se tomó la muestra. Estos dos factores pueden afectar sustancialmente la composición de la orina y por ende dificultar o facilitar su digestión. Para obtener todas las muestras totalmente digeridas fue necesario irradiarlas un tiempo adicional a los 10

minutos. Un período de calentamiento de 15 minutos, al igual que para las muestras de sangre, fue suficiente para obtener todas las muestras de orina totalmente digeridas. Aunque la composición de la sangre es mucho más compleja que la de la orina, ella no depende sustancialmente de la dieta del individuo ni de la hora en la cual se extraiga para los propósitos de su digestión. Por tanto, la sangre presentó un comportamiento más regular en cuanto al tiempo necesario para llevarla a solución. En la adecuación del protocolo se varió, en intervalos de 25%, el ciclo de trabajo del horno de microondas a fin de seleccionar el mínimo porcentaje de la potencia total del magnetrón que permitiese lograr la digestión en el más corto tiempo. Un ciclo de trabajo de 75%, es decir, 75% del tiempo con el magnetrón encendido y 25% con el magnetrón apagado, fue suficiente para lograr las digestiones en 15 minutos. Valores inferiores al 75% de la potencia del horno implicaron tiempos considerablemente mayores. Un ciclo de trabajo de 50%, mitad del tiempo irradiando y mitad sin irradiar, requirió cerca de 40 minutos para lograr la digestión de las muestras de sangre. Utilizando un ciclo de 100% se obtuvo una ligera mejora en la rapidez de la digestión, lográndose la disolución de las 4 muestras en aproximadamente 12 minutos. Dado que con un ciclo de trabajo de 100% se opera el horno en condiciones extremas y el incremento en la eficiencia de la digestión no es sustancial, esta opción fue descartada para evitar posibles daños al mismo.

### Efectividad de la Digestión

La efectividad de la digestión, en lo que respecta a la extensión de la destrucción de la matriz de las muestras, se chequeó con muestras de sangre, la matriz de la cual es considerablemente más compleja que la de las muestras de orina. Esta efectividad fue inferida indirectamente por comparación de las pendientes de curvas de calibración obtenidas mediante estándares acuosos y mediante el método de adición de estándares para la determinación de plomo. Se obtuvieron curvas con estándares acuosos ( $Y = 0,0016X + 0,0005$ ;  $R^2 = 0,999$ ) y con adición de estándares ( $Y = 0,0014X + 0,0003$ ;  $R^2 = 0,998$ ) cuyas pendientes, como se observa en las correspondientes ecuaciones de las rectas, son prác-

ticamente paralelas en el intervalo de concentración entre 5 y 25 mg L<sup>-1</sup> y con altos coeficientes de correlación. Esto descarta interferencias matriciales químicas y físicas y puede ser interpretado como una indicación de destrucción eficiente de la matriz de las muestras. En lo que respecta a la determinación de Hg por vapor frío, la matriz de la sangre no influye significativamente ya que la técnica en sí minimiza los efectos de la matriz de la muestra al separar de ésta al analito en forma gaseosa. Las determinaciones de Pb y Hg en las muestras de orina tuvieron un comportamiento similar al descrito para plomo en sangre, es decir, no se observó diferencia entre las pendientes de las curvas de calibración con estándares acuosos y con adición de estándares. Esto era de esperarse dada la menor complejidad de la matriz de este tipo de muestra y la efectividad con que el procedimiento de digestión destruye la matriz de las muestras de sangre.

### Eficiencia de la Retención de Analitos Volátiles

Por razones similares a las expuestas en el aparte anterior, la eficiencia del sistema en lo que respecta a evitar pérdidas de elementos volátiles fue evaluada mediante ensayos de recuperación del contenido de plomo y mercurio, dos de los más volátiles de los elementos de interés, en muestras de sangre dopadas con cantidades exactamente conocidas de ambos analitos. A este propósito se escogieron alícuotas de muestras cuyo contenido de los metales de interés no fue detectable y se doparon con soluciones de Hg y Pb de modo que las concentraciones finales, después de digeridas y de llevar a volumen resultaran ser 0,50 g L<sup>-1</sup> para mercurio y 15 mg L<sup>-1</sup> para el plomo. Se recurrió a esta alternativa ya que no se dispone en el laboratorio de material certificado de referencia con matrices de sangre u orina. Las determinaciones produjeron porcentajes de recuperación promedio de 82% y 84% para Hg y Pb, respectivamente, cuando se hizo fluir agua a temperatura ambiente por los condensadores. Estos valores mejoraron a 96,90% y 97,50% para Hg y Pb, respectivamente, cuando se enfriaron los condensadores con agua proveniente de un reservorio con hielo (aprox. 4°C). Estos resultados indican que, en el peor de los casos, el tratamiento de las muestras tal como se propone en

este trabajo podría acarrear la pérdida de 3,10% del mercurio contenido en las mismas. Considerando que las matrices de estas muestras son altamente complejas, que la volatilidad de este elemento es una de las más altas y que se está trabajando a niveles de partes por millón, estos porcentajes de recuperación podrían considerarse aceptables. Los ensayos posteriores se llevaron a cabo usando agua enfriada con hielo como refrigerante.

### **Estimación de la vida útil del horno**

Hasta la fecha de redacción de este artículo, el horno descrito se ha utilizado por al menos un año, rutinariamente, sin ningún inconveniente, para la digestión de una gran cantidad de muestras de sangre y de orina de trabajadores de algunas empresas ensambladoras de automóviles en nuestro país, de trabajadores de un hospital capitalino, de estudiantes, personal administrativo, técnico y docente de nuestra Universidad y también de otras muestras de variadas matrices tales como pinturas de labios y plastilinas, para determinar su contenido de Hg y Pb.

### **Chequeo de fugas de radiación**

La posibilidad de fugas de radiación fue chequeada concienzudamente usando el detector de radiación de microondas durante la digestión de cuatro muestras de sangre. Las lecturas obtenidas estuvieron siempre en el rango verde del detector (0-1 mW/ cm<sup>2</sup>) aún acercando el sensor a menos de 5 cm de las perforaciones hechas al horno. El hecho de haber realizado las perforaciones en el horno con un diámetro 2 mm mayor, es decir prácticamente ajustado, al diámetro externo de los tubos de digestión, minimiza la posibilidad de fugas de radiación en el sistema. Con el propósito de comparar, se realizó el mismo tipo de mediciones en otro horno de microondas doméstico, no modificado, y se obtuvieron resultados similares. De acuerdo al manual del equipo detector de radiación, las fugas en un horno de microondas deben mantenerse por debajo de 2 mW/ cm<sup>2</sup> para que el mismo pueda ser considerado seguro.

## **Conclusiones**

Las modificaciones realizadas al horno de microondas doméstico permiten su uso con fines analíticos empleando envases abiertos, tal como se describe en este trabajo. El sistema permite digerir y tener lista para análisis, incluyendo la etapa de enfriado y enrasado de las muestras, doce muestras de sangre o de orina por hora, lo cual lo hace altamente eficiente. El sistema propuesto representa una alternativa práctica, segura en lo que respecta a posibilidad de fugas de radiación, durable y particularmente útil para laboratorios de bajo presupuesto.

Entre las principales desventajas se debe destacar que, con el sistema descrito en este artículo, no es posible registrar la temperatura a la cual ocurre la digestión, ni puede regularse la velocidad de calentamiento tal como es posible hacerlo en los hornos diseñados específicamente para propósitos analíticos. En el sistema descrito se digieren sólo cuatro muestras a la vez mientras que en el horno para uso analítico es posible tratar doce o más muestras simultáneamente. Sin embargo la modificación de un horno doméstico de mayor tamaño o el uso de tubos de digestión de menor diámetro externo, minimizaría esta última limitación. Estas alternativas se están ensayando en nuestro laboratorio.

## **Agradecimientos**

Los autores agradecen al Dr. Edwin Hernández por su aporte al desarrollo del método. Este trabajo se llevó a cabo gracias al financiamiento provisto por el Fondo Nacional de Ciencia, Innovación y Tecnología, FONACIT, de la República Bolivariana de Venezuela, a través del Proyecto S1-2000000558.

## **Referencias Bibliográficas**

1. ABU-SAMRA A., MORRIS J.S., KOIRTYO-HANN S.R. *Anal Chem* 47:1475-1479, 1975.
2. KINGSTON H.M., JASSIE L.B. *Anal Chem* 58: 2554- 2557, 1986.



3. VANDECASTELE C., DAMS R., GALLIGNANI M., BAHASAS H., BRUNETTO M.R., BURGUERA M. BURGUERA J.L., PETIT DE PEÑA Y. *Anal Chim Acta* 369: 57-67 1998.
4. TAHAN J., RODRIGUEZ M., SANCHEZ J., CUBILLAN H., GRANADILLO V., ROMERO R. *Ciencia* 3(2): 139-145, 1995.
5. TAHAN J., SANCHEZ J., CUBILLAN H., GRANADILLO V., ROMERO R. *Anal At Spectrom* 8: 1005-1010, 1993.
6. COLINA M., ROMERO R. *At Spectrosc* 5: 160-164, 1989.
7. BRANDÃO G.P., DE CAMPOS R.C., LUNA A.S. *Spectrochim Acta Part B* 60: 625-631, 2005.
8. KAERCHER L.E., GOLDSCHMIDT J.N.G., PANIZ E.M., DE MORAES F., DRESSLER V.L. *Spectrochim Acta Part B* 60:705-710, 2005.