

DETERMINAÇÃO DE SELÊNIO TOTAL EM AMOSTRA DE LEITE MATERNO POR VOLTAMETRIA DE REDISSOLUÇÃO CATÓDICA

Douglas A. Ramalho(PG), Ailton J. Terezo(PQ), Marilza Castilho(PQ)*

e-mail: mcterezo@ufmt.br

GENMAT - Grupo de Eletroquímica e Novos Materiais, Programa de Pós-Graduação em Química, UFMT - Universidade Federal de Mato Grosso - Av. Fernando Corrêa da Costa, 2367 - Cuiabá - MT - 78060-900

Palavras Chave: Selênio, Leite Materno, Voltametria de Redissolução Catódica.

Introdução

O selênio é um micronutriente essencial à saúde humana, sendo diretamente relacionado ao sistema imunológico e ao desenvolvimento do corpo¹. A necessidade de micronutrientes para um recém-nascido é maior do que em crianças e adultos devido ao rápido crescimento corporal, dentre outros aspectos². Dorea³ reportou que a concentração de Se total encontrada no leite materno está dentro de uma faixa de 3,0 a 94,8 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ou $\mu\text{g}\cdot\text{Kg}^{-1}$. As técnicas de ICP são as mais utilizadas para a quantificação de Se, entretanto, técnicas eletroanalíticas são indicadas na determinação de metais. Assim, no presente trabalho propõe-se a determinação de Se em amostras de leite materno, empregando a técnica de voltametria de redissolução catódica de pulso diferencial (VRCPD), utilizando eletrodo de mercúrio.

Resultados e Discussão

As amostras de leite materno estão sendo coletadas no Hospital Santa Helena em Cuiabá-MT, e armazenadas sob refrigeração. As amostras são liofilizadas e, posteriormente são digeridas. O processo de digestão da amostra por via úmida assistida por micro-ondas, foi investigado por meio de um planejamento fatorial 2^3 avaliando-se o efeito dos fatores: ciclo de digestão no micro-ondas (F1), concentração de HCl (F2) e razão $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$ (F3), conforme descritos na Tabela 1.

Tabela 1- Fatores e níveis para o planejamento fatorial 2^3

Fatores	Níveis	
	-	+
F1 (ciclos)	1	2
F2 (HCl)	6 mol L ⁻¹	12 mol L ⁻¹
F3 (HNO ₃ :H ₂ O ₂)	1:1	4:1

Utilizou-se como resposta a corrente de pico (μA) do voltamograma de redissolução catódica, registrado em eletrólito de suporte 0,1 mol L⁻¹ de HNO₃. Dentre os fatores investigados verificou-se que a utilização de dois ciclos e maior razão de HNO₃ favorecem a resposta eletroquímica, enquanto que o emprego de HCl concentrado provoca diminuição da resposta conforme Tabela 2. Dentre os fatores e níveis

investigados, a condição ótima da digestão adotada foi a razão entre HNO₃:H₂O₂ (4:1), dois ciclos de tratamento no micro-ondas, e a adição de HCl 6,0 mol L⁻¹ na solução digerida.

Tabela 2- Efeitos principais e interações entre as variáveis

Média		1,45 ± 0,03 ₅	
Efeitos principais		Interações	
F1	1,09 ± 0,07	12	-0,79 ± 0,07
F2	-0,44 ± 0,07	13	1,21 ± 0,07
F3	1,36 ± 0,07	23	-0,96 ± 0,07
		123	-0,18 ± 0,07

Na Figura 1(a), é mostrado o sinal de excitação para a determinação de Se por redissolução, e na Figura 1(b) a curva analítica e um voltamograma de pulso diferencial, com $E_{pc} = -0,57$ V para redução do Se. Os parâmetros otimizados da técnica voltamétrica, foram: potencial e tempo de deposição, -0,35V e 210 s, amplitude de pulso 175 mV e incremento de potencial de 3,0 mV.

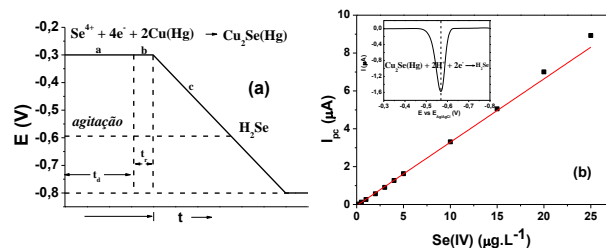


Figura 1. (a) Sinal de excitação para determinação de Se (b) Curva analítica para padrão de Se(IV) (insert voltamograma).

A faixa linear estabelecida para o método foi de 0,2 a 25,0 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ e, os limites de detecção e quantificação instrumental de 0,04 e 0,11 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$, valores estes adequados para a quantificação de Se em amostras reais, sendo a concentração encontrada de $3,68 \pm 0,16 \mu\text{g}\cdot\text{Kg}^{-1}$ de Se para uma amostra de leite materno maduro (23 dias).

Conclusões

A abertura da amostra foi eficiente e, o método de redissolução foi facilmente aplicado para análise de Se em amostra real, com alta sensibilidade.

Agradecimentos

À FAPEMAT (156587/2014), FINEP e CAPES

¹ Theodorolea, S. et. al. *E. Anal. Chim. Acta.*, **2005**, 547, 132-137.

² Morgano, M. A. et al. *Ciênc. Tecnol. Aliment.*, **2005**, 25, 819-824.

³ Dorea J.G. *British Journal Of Nutrition*, 2002, 88, 443-461.