

Determinação de Se(IV) empregando multicomutação em fuxo, mini-bombas e espectrofotometria.

Ridvan N. Fernandes^{1,*} (PQ), Boaventura F. Reis², Ángel Morales-Rubio³, Miguel de la Guardia³

¹Departamento de Química da Universidade Federal do Maranhão, Campus do Bacanga, Av dos Portugueses s/n, 65500.. *ridvan@ufma.br

²Departamento de Química Analítica (CENA/USP), Av. Centenário 303, C.P. 96, 13400-970, Piracicaba, SP, Brasil.

³Department of Analytical Chemistry, Faculty of Chemistry, University of Valencia, 50 Dr. Moliner St., 46100 Burjassot, Valencia, Spain

Palavras Chave: Selênio, multicomutação, espectrometria, mini-bombas, análise por injeção em fluxo.

Introdução

A determinação de selênio torna-se interessante devido aos seus contrastantes efeitos biológicos. Ele, em níveis de traço, é considerado essencial para os sistemas vivos, em contra partida pode ser considerado altamente tóxico em concentrações elevadas. Várias técnicas analíticas, as quais incluem a espectrofluorimetria, espectrometria de absorção atômica eletrotérmica, a análise por ativação neutrônica e voltametria, são reportados. Muito pouco, no entanto, encontra-se as que envolvem a determinação espectrofotométrica. Neste trabalho, foi desenvolvido um sistema de análises em fluxo baseada no conceito de multicomutação e detecção espectrofotométrica para a determinação de selênio em água.

O método é baseado na reação do selênio com o iodeto de potássio em meio ácido com liberação do iodo. Este por sua vez reage com o Varamine Blue (VB) com absorção em torno de 540 nm[1]. O diagrama de fluxo do sistema, baseado no conceito de multicomutação e no emprego de mini-bombas, é apresentado na Fig. 1. Um software em Quick Basic 4.5 foi desenvolvido para acionamento das bombas e aquisição de dados. O sistema de detecção foi construído tendo como fonte de radiação um LED com comprimento de onda de 530 nm, como detector um fotodíodo RS 10530 DAL e cela com 10 cm de passo óptico.

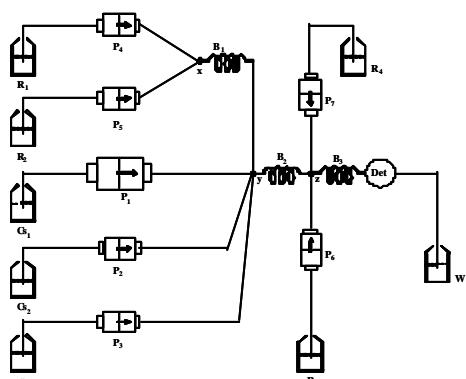


Figura 1. Diagrama de fluxo.

30th Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Resultados e Discussão

Pelo diagrama de fluxo apresentado a mistura do iodeto de potássio 2% (R₁) e ácido clorídrico, 2,5 molL⁻¹ (R₂), ocorre no reator B₁. Esta, por sua vez, reage com o Se(IV) no reator B₂ (140 cm). A inserção das soluções nesta etapa foi feita em 18 ciclos, onde cada ciclo foi composto de quatro pulsos P₂ um pulso P₄ e um pulso de P₅. A avaliação cinética desta reação determinou a necessidade de uma parada no fluxo de 45s, antes do transporte a B₃, objetivando a melhoria na sensibilidade da reação global. Na segunda reação, que ocorre em B₃, a acidez do meio foi elevada para 4,5 com a inserção de molibdato de amônio 1molL⁻¹ (R₃), e o reagente VB 0,05% (R₄), inserido para reagir com I₂ produzido B₂. Esta etapa foi processada em 10 ciclos com oito pulsos P₃ e de P₆ e com dois pulsos de P₇. A performance analítica do sistema proposto apresenta uma faixa de linearidade de 0,01-0,5 µgML⁻¹ (R=0,998), limite de detecção de 5 µgL⁻¹ (n=5), desvio padrão relativo variando de 1,1-2,5% e frequência de análise de 20 determinações por hora. Testes de interferências para ânions e para cátions, estes últimos na presença de EDTA, indicaram não interferência nos níveis avaliados. A aplicação em meio real foi feita em algumas amostras de água de rio e comparada com Fluorescência Atômica, não sendo detectado a presença de Se(IV) por ambas as técnicas. Testes de recuperação foram realizados com valores iguais e próximos a 100%.

Conclui-se ser satisfatório o desempenho analítico sistema proposto, quando comparados aos procedimentos espectrofotométricos para a determinação de selênio em águas.

Agradecimentos

Ministerio de Educación, Cultura y Deporte (Spain)
ref. PHB2002-0054-PC, CAPES/MECD, CNPq

¹ Revanasiddappa H.D. and Kumar, T.N.K *Analytical Sciences* 2001 17: 1309-1312