

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

Ridvan N. Fernandes<sup>1\*</sup> (PQ), Boaventura F. Reis<sup>2</sup>, Ángel Morales-Rubio<sup>3</sup>, Miguel de la Guardia<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Departamento de Química da Universidade Federal do Maranhão, Campus do Bacanga, Av dos Portugueses s/n, 65 500.. <sup>\*</sup>ridvan@ufma.br

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

<sup>3</sup>Department 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 fotodiodo RS 10530 DAL e cela com 10 cm de passo óptico.

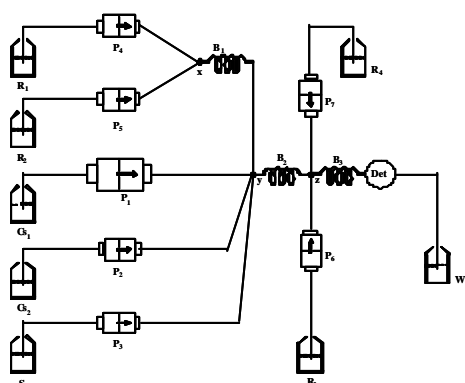


Figura 1. Diagrama de fluxo.

30ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

### Resultados e Discussão

Pelo diagrama de fluxo apresentado a mistura do iodeto de potássio 2% (R<sub>1</sub>) e ácido clorídrico, 2,5 molL<sup>-1</sup> (R<sub>2</sub>), ocorre no reator B<sub>1</sub>. Esta, por sua vez, reage com o Se(IV) no reator B<sub>2</sub> (140 cm). A inserção das soluções nesta etapa foi feita em 18 ciclos, onde cada ciclo foi composto de quatro pulsos P<sub>2</sub> um pulso P<sub>4</sub> e um pulso de P<sub>5</sub>. A avaliação cinética desta reação determinou a necessidade de uma parada no fluxo de 45s, antes do transporte a B<sub>3</sub>, objetivando a melhoria na sensibilidade da reação global. Na segunda reação, que ocorre em B<sub>3</sub>, a acidez do meio foi elevada para 4,5 com a inserção de molibdato de amônio 1molL<sup>-1</sup> (R<sub>3</sub>), e o reagente VB 0,05% (R<sub>4</sub>), inserido para reagir com I<sub>2</sub> produzido B<sub>2</sub>. Esta etapa foi processada em 10 ciclos com oito pulsos P<sub>3</sub> e de P<sub>6</sub> e com dois pulsos de P<sub>7</sub>. A performance analítica do sistema proposto apresenta uma faixa de linearidade de 0,01-0,5 µg mL<sup>-1</sup> (R=0,998), limite de detecção de 5 µg L<sup>-1</sup> (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

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