

SALÃO DE
INICIAÇÃO CIENTÍFICA
XXIX SIC

UFRGS
PROPESQ



múltipla 
UNIVERSIDADE
inovadora  inspiradora

Evento	Salão UFRGS 2017: SIC - XXIX SALÃO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA UFRGS
Ano	2017
Local	Campus do Vale
Título	Desenvolvimento de método para a determinação de Se utilizando geração química de vapor acoplada à espectrometria de absorção atômica
Autor	CARLA FERNANDA GRASEL FROIS
Orientador	MARCIA MESSIAS DA SILVA

Desenvolvimento de método para a determinação de Se utilizando geração química de vapor acoplada à espectrometria de absorção atômica

Bolsista: Carla Fernanda Grasel Frois

Orientadora: Márcia Messias da Silva

Departamento de Química Inorgânica, Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, RS, Brasil.

Introdução

A determinação de selênio em quantidade de traços pode ser feita através de técnicas espectrométricas, como a absorção atômica. Devido à baixa concentração de analito geralmente encontrada é preferível o uso de técnicas mais sensíveis, como a espectrometria de absorção atômica com forno de grafite (GF AAS) e a geração química de vapor (CVG); ambas tem como vantagem a alta eficiência de transporte quando comparadas com outras técnicas como a espectrometria de absorção atômica com chama (F AAS), por exemplo. Porém na GF AAS, em alguns casos há problemas de interferência, uma vez que a matriz é introduzida no atomizador juntamente com o analito. Um exemplo é o das moléculas de NO e PO que absorvem na linha do Se. Alternativamente, a CVG que consiste na geração de hidretos voláteis do analito utilizando agentes redutores como NaBH_4 , permite a separação do analito da matriz previamente a sua introdução no atomizador, minimizando esse problema. O objetivo desse trabalho foi otimizar as condições de CVG de Se e empregá-las na determinação de Se em amostras de água de coco.

Metodologia

As determinações de Se foram realizadas utilizando um espectrômetro de absorção atômica com forno de grafite equipado com uma lâmpada de cátodo de Se. Os parâmetros otimizados foram: temperatura de coleta (Tc), temperatura de atomização (Ta), vazão do gás de arraste (argônio), e as concentrações de NaBH_4 e HCl. Para as otimizações foram utilizadas soluções padrões de Se de $1 \mu\text{g L}^{-1}$, proveniente da diluição sucessiva da solução estoque de 1 g L^{-1} . Utilizando as condições otimizadas foi construída a curva analítica de calibração. As amostras investigadas foram águas de coco

comercial, sendo empregada digestão ácida em forno micro-ondas seguida de uma etapa de pré redução com HCl, para o preparo das mesmas. A digestão é necessária para liberar o Se da forma orgânica (como selenometionina, por exemplo) para a inorgânica, Se (VI) e (IV), e a etapa de pré redução tem como objetivo reduzir o Se do estado de oxidação (VI) para o estado (IV), uma vez que a primeira espécie não gera hidretos.

Resultados

Como resultado das otimizações obteve-se 190 mL min^{-1} para vazão do Ar, 0,5% (m/v) para concentração de NaBH_4 , 6 mol L^{-1} para a concentração de HCl, 300°C para Tc e 2200°C para Ta. A partir da curva de calibração obteve-se os seguintes valores para os parâmetros de mérito: $\text{LOD} = 0,06 \mu\text{g L}^{-1}$, $\text{LOQ} = 0,20 \mu\text{g L}^{-1}$ e $m_0 = 0,044 \text{ ng}$, e sensibilidade de $0,09242 \text{ s/ng}$. Para avaliar a exatidão do método foram realizados testes de recuperação (Spike) e a análise de um material de referência certificado (CRM). Devido à falta de CRM de água de coco foi usado um CRM de leite em pó desnatado (no fat milk powered). A concentração de Se nas águas de coco comerciais variaram de 1,1 a 4 ppb e as recuperações variaram de 101 a 107 % para o Se (IV), de 96 a 111% para o Se (VI) e de 92 a 101% para a selenometionina. A concentração de Se encontrada para o CRM está de acordo com a certificada.

Conclusões Parciais

A determinação de selênio em água de coco por geração química de vapor acoplada a espectrometria de absorção atômica com forno de grafite (HG GF AAS) pôde ser feita após o desenvolvimento de um método sensível, obtendo resultados satisfatórios tanto para os testes de recuperação realizados como para o CRM avaliado.