

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

## INTRODUÇÃO

Selênio

- ✓ Micronutriente essencial
- ✓ Propriedades antioxidantes e anticancerígenas
- ✓ Tóxico em concentrações elevadas (> 400 µg)



Interferência molecular  
NO e PO

Análise direta de líquidos - GF AAS

Geração de hidretos – HG GF AAS

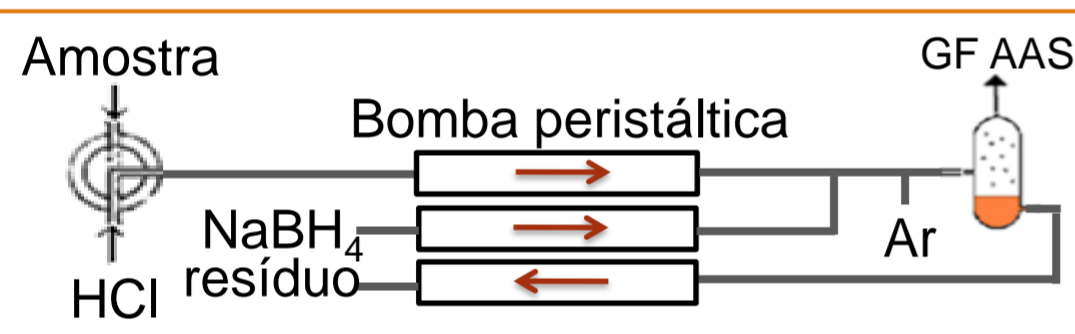
↳ Separação prévia do analito da matriz  
SeH<sub>2</sub> - volátil

## OBJETIVO

Desenvolver um método analítico para a determinação de selênio em água de coco por HG GF AAS

## EXPERIMENTAL

### Instrumentação



Sistema de injeção em fluxo (FIA)



Espectrômetro de absorção atômica Analytik Jena, modelo AAS 5 EA

Forno de grafite com plataforma integrada recoberta com Ir



### Programa de aquecimento

Etapa	Temperatura, °C	Rampa, °C s <sup>-1</sup>	Tempo, s	Fluxo Ar, L min <sup>-1</sup>
Pré-aquecimento	100	20	5	1,0
Coleta	300	50	95	0
Atomização	2200	1000	7	0
Limpeza	2200	0	3	2,0

### Preparo de amostras



### Digestão em micro-ondas

1 mL amostra + 2 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> + 3 mL HNO<sub>3</sub>

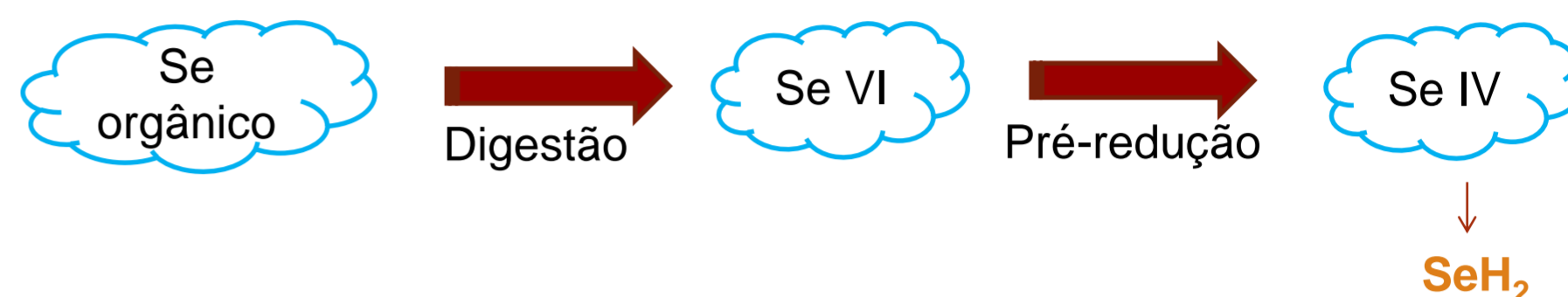
### Programa de temperatura

Temperatura, °C	Rampa, °C min <sup>-1</sup>	Tempo, min
100	10	10
180	8	10
Resfriamento	-	30 (aprox.)

### Pré-redução

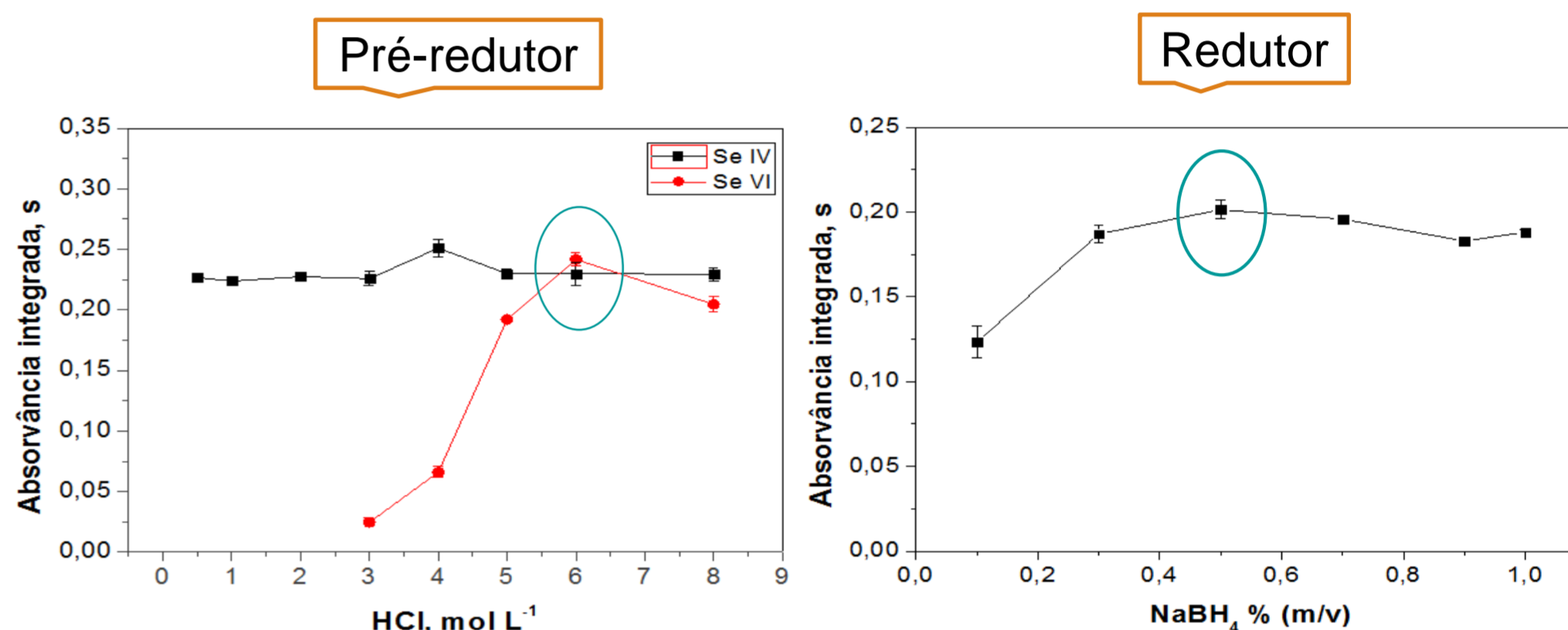
Redução do Se (VI) para Se (IV):

aquecimento, a 90 °C, por 30 min em meio de HCl 6 mol L<sup>-1</sup>



## RESULTADOS

### Otimização das concentrações de HCl e NaBH<sub>4</sub>



### Parâmetros de mérito

Regressão linear	R	LOD, µg L <sup>-1</sup>	LOQ, µg L <sup>-1</sup>	m <sub>0</sub> , pg
$A_{int} = 0,0156 + 0,0924m(ng)$	0,9976	0,060	0,20	44

### Avaliação da exatidão do método

#### CRM

Non-fat milk powder (NIST 1549)	Certificado, µg g <sup>-1</sup>	Determinado*, µg g <sup>-1</sup>
	0,11 ± 0,01	0,10 ± 0,01

\* Média ± desvio padrão (n=3)

#### Spike - 2 µg L<sup>-1</sup>

Recuperações, %	Se IV	Se VI	Selenometionina
	101-107	96-111	92-101

### Determinação de Se em amostras de água de coco

Amostra	1	2	3	4
Se*, µg L <sup>-1</sup>	4,0 ± 0,040	1,1 ± 0,050	3,0 ± 0,010	< LOQ

\* Média ± desvio padrão (n=3)

## CONCLUSÕES

A determinação de Se em água de coco por HG GF AAS pode ser feita após o desenvolvimento de um método sensível, obtendo resultados satisfatórios tanto para os testes de recuperação realizados como para o CRM avaliado.

### Agradecimentos