

# ESPECTROFLUORIMETRIA APLICADA À ESPECIAÇÃO DE SELÊNIO

Carlos E. N. Teixeira, M. Aparecida Faustino Pires;  
Denise Fungaro, Casimiro Sepulveda Munita  
Divisão de Diagnóstico Ambiental

## OBJETIVO

O objetivo deste trabalho é desenvolver metodologia para especiação de selênio em amostras ambientais utilizando sistema de troca aniônica, detecção espectroscópica e traçadores radioativos.

## METODOLOGIA

A especiação química pode ser definida como a identificação e quantificação individual das diferentes formas físico-químicas de um elemento particular as quais, juntas formam a concentração total na amostra. Com o objetivo de desenvolver metodologia para a especiação de selênio inicialmente estudou-se a determinação de selênio total utilizando-se a espectrofotometria[1]. Em seguida, utilizou-se da espectrofluorimetria associada à técnica de extração com solventes. Uma amostra de água (50-200 mL) é acidificada com ácido nítrico (2,5 mL/L - para preservação) e em seguida evaporada em chapa elétrica em meio HNO<sub>3</sub>/HCl (2/1 V/V). Depois de reduzida em meio HCl e complexada com 2,3-diaminonaftaleno (DAN), o complexo fluorescente é extraído com ciclohexano (pH 1,5 -2,0) e sua fluorescência medida ( $\lambda$ : emissão 518 nm, excitação 376 nm)[2,3]. Utilizou-se um espectrofluorímetro Hitachi F-4500. Estudou-se também a estabilidade do complexo.

Nos estudos de especiação, selenito e selenato foram separados utilizando-se uma coluna de troca iônica com a resina

Dowex AG2-X8. <sup>75</sup>Se foi utilizado como traçador radioativo para acompanhar os estudos de retenção e eluição das espécies.

Observou-se que as espécies selenito e selenato são quantitativamente retidas na coluna (R-Cl) em pH neutro. O Se(IV) é rapidamente eluído em meio ácido fórmico 1M, enquanto que o selênio (VI) só é quantitativamente eluído da resina em meio clorídrico 3M.

Observou-se também que o pH da amostra exerce grande influência na retenção das espécies no sistema de troca iônica. A separação das espécies utilizando a troca iônica deverá ser realizada no intervalo de pH entre 5 e 7. Amostras com pH abaixo de 3,0 não são quantitativamente retidas na coluna.

Espécies aniônicas como NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>-</sup>, F<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, em concentrações de até 1mg/mL, não interferem na retenção e na eluição das espécies de Se IV e VI. Observou-se também ao longo do estudo que um volume de 40mL de solução eluente é o necessário para eluir as espécies de Se IV e VI. A quantidade de resina previamente tratada foi também estudada. Cerca de 1,5mL suficientes para os estudos com traçadores radioativos.

Os estudos de reprodutibilidade foram completados indicando que as duas espécies IV e VI são quantitativamente retidas e eluídas da coluna de troca iônica.

## RESULTADOS

A Figura 1 apresenta os resultados dos estudos de retenção e eluição do Se VI.

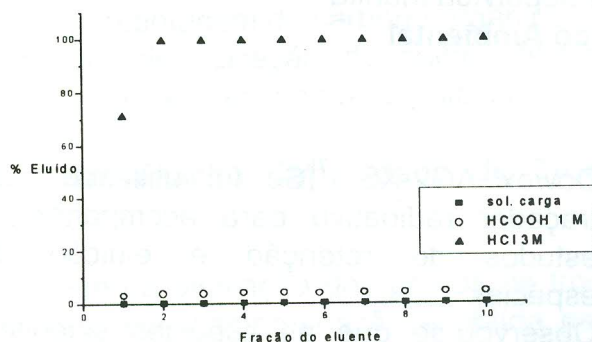


Figura 1. Estudos de retenção e eluição do Se (VI)

Comparando-se os resultados obtidos no decorrer do trabalho pode-se observar que as espécies selenito e selenato são quantitativamente retidas nas condições estudadas. Constatou-se também que o Se (VI) é fortemente retido na resina, mesmo quando em meio ácido fórmico. O Se(IV) é rapidamente eluído em meio fórmico, enquanto o Se (VI) é quantitativamente eluído da resina em meio clorídrico 3M. A eluição do Se (IV) é de 97% e do Se (VI) é de 99%, demonstrando a viabilidade da especiação. Os íons Se(IV) e (VI) não são retidos em meio clorídrico acima de 4M. As espécies também não são adsorvidas em meio fortemente nítrico, fosfórico ou sulfúrico porém, são fortemente retidas em meio alcalino ou neutro. Se(IV) não é retido em soluções com pH 3,0, enquanto que a espécie hexavalente é fortemente retida mesmo em pH 1,2. Metais, como o Ferro, que poderiam causar interferência na determinação espectrofluorimétrica, não são retidos na coluna. Ânions comuns, se presentes, não interferem na reprodutibilidade de separação e eluição das espécies. Sulfatos e polionatos são

facilmente adsorvidos em trocadores aniônicos fortes.

## CONCLUSÕES

O limite de detecção obtido utilizando-se a espectrofluorimetria e meio orgânico ( $\lambda$  emissão: 518 nm e excitação 376nm) foi de 10  $\mu\text{g/L}$ . Os resultados obtidos no estudo da reprodutibilidade de retenção e eluição do Se IV, apresentaram uma porcentagem média de 95 % de eluição ( resultado de seis separações) em todos os ensaios, podendo o método ser aplicado na especiação de selênio em amostras de águas naturais e potável.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Pyrynska, K. *Analyst*, **121**, 77R-83R, 1996.
- [2]. Wang, D, Alfthan, G, Aro, A, *Environment Science Technology*, **28**, 383-387, 1994.
- [3] Ramachandran, K.N, Kaveeshwar, R, Gupta, V.K., *Talanta*, **40**, 781-784, 1993.

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq, FAPESP