

Preconcentración y determinación de selenio por espectrometría de absorción atómica en muestras biológicas

Valiente, L.; Piccinna, M.; Iribarren, L.; Romero Ale, E.

Centro de Investigación y Desarrollo en Química y Petroquímica (CEQUIPE)

El selenio es a la vez un elemento esencial y tóxico para el ser humano, dependiendo de la concentración en que se encuentre. Como elemento esencial, su actividad biológica más importante es al parecer a través de la enzima glutatión peroxidasa la que junto con la vitamina E y otros agentes antioxidantes son capaces de reducir los efectos destructivos de la peroxidación. La deficiencia de selenio produce una sintomatología clínica muy variada, necrosis hepática, fibrosis pancreática, baja motilidad y malformación de los espermatozoides lo que disminuye su efectividad en la fertilización. La posibilidad que el selenio pueda reducir el riesgo de padecer ciertos tipos de cánceres ha sido propuesta luego de estudios en animales y de estudios epidemiológicos en poblaciones humanas. Estos últimos han sugerido que el selenio puede prevenir ciertos tipos de cánceres, pero todavía no se ha obtenido evidencia concluyente al respecto.

En este trabajo se optimizan los parámetros para la preconcentración de selenio inorgánico en soluciones acuosas y nítricas. Para este propósito una microcolumna rellena con alúmina activada en su forma ácida se acopla a un sistema de inyección en flujo. El selenio es medido en forma secuencial usando espectrometría de absorción atómica con horno de grafito (GF AAS) con corrección de fondo por efecto Zeeman.

El Factor de Enriquecimiento (EF) se calcula como la relación entre las curvas de calibración con y sin preconcentración.

Esta técnica es empleada para estudiar la posibilidad de preconcentrar selenio en próstata y testículo de ratas. Estos tejidos son digeridos en un sistema asistido por microondas con vaso cerrado y empleando ácido nítrico.

Un Material de Referencia Certificado (CRM), DORM-2 (músculo de cazón), proveniente del National Research Council of Canada (NRCC), se usó para estudiar la performance del método.

MATERIALES Y MÉTODOS

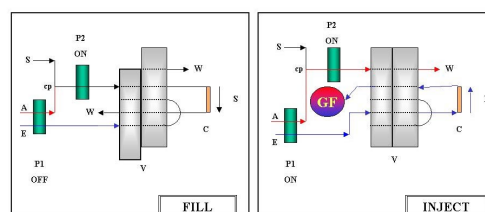
Instrumentación

- Espectrómetro de Absorción Atómica Perkin Elmer, Modelo 5100 ZL equipado con horno de grafito con corrección de fondo por efecto Zeeman y con sistema de inyección automática en flujo, modelo FIAS-400.
- Sistema de Digestión Asistida por Microondas con vaso cerrado CEM, modelo MDS-2000.

Metodología

Preconcentración

En la *Figura 1* se esquematiza el proceso de preconcentración de selenio.



Referencias:

- | | |
|---------------------------------|-------------------------------|
| A: 0.1 %HNO ₃ | W: drenaje |
| E: Eluyente: 2M NH ₃ | C: microcolumna |
| S: muestra | P1 y P2: bombas peristálticas |
| cp: punto de confluencia | V: válvula multifunción |

Fig. 1: Esquema del proceso de preconcentración con elución a contracorriente.

El diseño del sistema con elución a contracorriente es usado para mejorar la estabilidad del flujo y la precisión analítica.

Se optimizan las variables para la preconcentración: elección y concentración del eluyente, tiempo de elución, tamaño de la microcolumna.

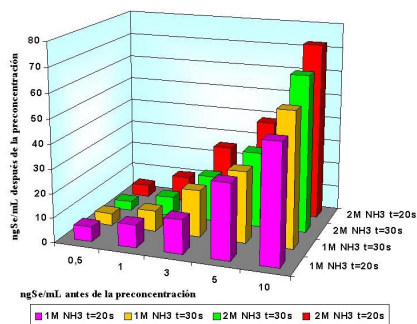


Fig. 2: Influencia de la concentración de amoníaco y del tiempo de elución.

En la Figura 2 se muestra la influencia de la concentración del eluyente (amoníaco) y del tiempo de elución.

Muestras Analizadas

- Muestras de agua fortificadas, preparadas en 0,1%(v/v) HNO₃.
- Próstata de rata: consiste en tres lóbulos, dorsal, ventral y lateral; todos ellos son analizados.
- Testículo entero de ratas.
- CRM: DORM-2 (músculo de cazón), del NRCC.

Tratamiento de las muestras

- La materia orgánica es destruida usando un sistema asistido por microondas con vaso cerrado. Se emplea ácido nítrico concentrado o 50%(v/v).
- Alícuotas de 5 ó 10 mL, dependiendo de la concentración de selenio en la muestra, se llevan a pH = 1,5 – 2 en matraz de 25 mL.

RESULTADOS

En la Tabla I se dan los resultados y los parámetros analíticos.

Tabla I: Resultados y parámetros analíticos

	PRÓSTATA			TESTÍCULO	DORM-2
	Dorsal	Lateral	Ventral		
EF	8,5			2	8
%RSD (n=5)	7			6	9
µgSe/g	0,43±0,03	0,10±0,01	0,18±0,01	0,71±0,04	1,4±0,1
Valor Certificado (µgSe/g)	---	---	---	---	1,40±0,09
% Rec.	---			---	100%
Adición de Analito antes y después de precon.	NO	NO	NO	SI	NO

Antes de la preconcentración: LD(3xσblanco) = 0,9µg/L y LC(10xσblanco) = 3µg/L

CONCLUSIONES

- El Factor de Enriquecimiento (EF) para soluciones acuosas en 0,1%(v/v) HNO₃ es 7 – 8,5.
- El EF para próstata y DORM-2 es también 7 – 8,5. No es necesario para estas muestras usar la técnica de Adición de Analito. La preconcentración del selenio en próstata es importante porque los contenidos de este elemento en este órgano son muy bajos, inferiores al Límite de Cuantificación (LC) sin preconcentración.
- El EF para testículo es aproximadamente 2. Es necesario aplicar la técnica de Adición de Analito antes y después de la preconcentración. La preconcentración no mejora los resultados ni la simplicidad del método, buenos resultados se observan sin preconcentración.
- Antes de la preconcentración las muestras se llevan a pH con amoníaco, y muestran una fuerte disminución de la señal. Probablemente debido a interferencias de matriz y pérdida de selenio debido al amoníaco. Las muestras de tejidos biológicos tienen grandes cantidades de Cl⁻ y PO₄³⁻, lo que produce altas señales de background (fondo). Luego de la preconcentración las señales de background son similares a las de las soluciones acuosas, probablemente porque la columna retiene estos aniones.

Para mayor información contactarse con:

Liliana Valiente – valiente@inti.gov.ar

[Volver a página principal](#)