

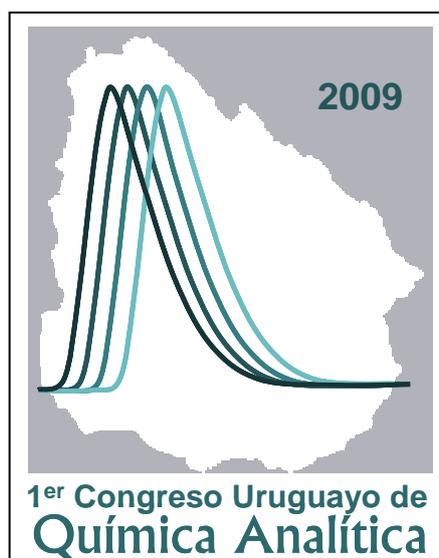


**cuqa**  
**'09**

1<sup>er</sup> Congreso Uruguayo de Química Analítica



# *Resúmenes*



Montevideo, Uruguay

9 y 10 de setiembre de 2009

## AUSPICIANTES ORO



RACAL



## AUSPICIANTES PLATA



## AUSPICIANTES BRONCE



## OTROS AUSPICIANTES

ELECO SA



LABIMED SA



FUNDAQUIM

DINAMA

# ÍNDICE

<b>CONFERENCIAS INVITADOS EXTRANJEROS</b> .....	<b>7</b>
TÉCNICAS BASADAS EN EL USO DE PLASMAS APLICADAS A MONITOREAR METALES Y METALOIDES EN PARTÍCULAS ATMOSFÉRICAS COLECTADAS EN ARGENTINA.....	7
USO DA COMBUSTÃO INICIADA POR MICROONDAS PARA DECOMPOSIÇÃO DE AMOSTRAS E POSTERIOR DETERMINAÇÃO DE METAIS E NÃO METAIS.....	7
VALORACIÓN EN LÍNEA DE ELEMENTOS TRAZA BASADA EN EXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA ACOPLADA A ATOMIZADORES ELECTROTÉRMICOS.....	7
<b>CONFERENCIAS INVITADOS NACIONALES</b> .....	<b>7</b>
ANÁLISIS DE PRODUCTOS NATURALES PARA USO FARMACÉUTICO: HPLC-MS Y MS/MS.....	7
EL FUTURO DE LA QUÍMICA VERDE.....	7
ASEGURAMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD EN EL MUESTREO AMBIENTAL.....	7
TRAZABILIDAD EN LAS MEDICIONES QUÍMICAS.....	7
ANÁLISIS EN FLUJO CONTINUO - UNA EXPERIENCIA URUGUAYA.....	7
<b>CONFERENCIAS EMPRESARIALES</b> .....	<b>8</b>
DETECTORES CROMATOGRÁFICOS EN EL ANÁLISIS DE CONTAMINACIÓN AMBIENTAL DE COMPUESTOS ORGÁNICOS. DETECTORES A UTILIZAR EN GC Y LC.....	8
SELECCIÓN DE COLUMNAS CROMATOGRÁFICAS (GC Y HPLC).....	8
SOLUCIONES A PROBLEMAS ACTUALES EN MEDICIÓN DE pH Y TITULACIÓN AUTOMÁTICA.....	8
<b>PRESENTACIONES ORALES</b> .....	<b>9</b>
CARACTERIZACIÓN QUIMIOMÉTRICA DE LAS UVAS DE LAS PRINCIPALES VARIEDADES TINTAS DE <i>VITIS VINIFERA</i> IMPLANTADAS EN URUGUAY.....	10
MÉTODO AUTOMATIZADO PARA LA DETERMINACIÓN DE ARSÉNICO Y SELENIO TOTALES EN MUESTRAS DE AGUA PARA CONSUMO HUMANO MEDIANTE HG-AAS.....	11
DESARROLLO DE UNA TÉCNICA FOTOCATALÍTICA PARA LA DETERMINACIÓN SEMICUANTITATIVA DE CARBONO ORGÁNICO EN AGUA.....	12
DETERMINAÇÃO DE Cr, Ni, Mo, Pb E Co EM FERTILIZANTES FOSFATADOS EMPREGANDO AMOSTRAGEM DE SUSPENSÃO E ICP OES.....	13
DIVERSIDAD MICROBIANA EN RELLENOS SANITARIOS.....	14
LA NORMALIZACIÓN TÉCNICA COMO HERRAMIENTA PARA LA CONSOLIDACIÓN DE LOS AVANCES EN QUÍMICA ANALÍTICA PARA BIOCOMBUSTIBLES Y SU TRANSFERENCIA HACIA EL MERCADO PRODUCTIVO.....	15
ESTUDIO COMPARATIVO PARA LA DETERMINACIÓN DE SELENIO POR HG-AAS (BATCH) Y SIA-HG-AAS.....	16
DETERMINAÇÃO DE IODO EM ALIMENTOS APÓS DECOMPOSIÇÃO POR COMBUSTÃO INICIADA POR MICRO-ONDAS.....	17
EMPREGO DE AMOSTRAGEM EM SUSPENSÃO PARA DETERMINAÇÃO DE ZINCO EM IOGURTE POR HR-CS FAAS.....	18
<b>PRESENTACIONES POSTERS</b> .....	<b>19</b>
<b>ALIMENTOS</b> .....	<b>20</b>
DETERMINACIÓN ANALÍTICA DEL CONTENIDO DE MINERALES EN UN YOGUR DE SOJA.....	21
CARACTERIZAÇÃO E DETERMINAÇÃO DE Cu, Fe, Zn E Mn EM AMOSTRAS DE VINHO EMPREGANDO EXTRAÇÃO EM FASE SÓLIDA E FAAS.....	22
DESENVOLVIMENTO DE PROCEDIMENTO PARA DIGESTÃO DE LEITE DE COCO LICURI VISANDO A DETERMINAÇÃO DE METAIS POR ICP-OES.....	23
DETERMINACIÓN DE VITAMINA A EN LECHE EN POLVO.....	24
ESTUDIO DE PROCESOS DE ADSORCIÓN DE COMPUESTOS ANTOCIÁNICOS SOBRE COADYUVANTES DE FILTRACIÓN.....	25
INTOXICACIÓN MASIVA PRODUCIDA POR AFLATOXINAS B1 EN ALIMENTOS DE USO ANIMAL.....	26
<b>AMBIENTE</b> .....	<b>27</b>
ASPECTOS PRÁCTICOS DE LA VALIDACIÓN E INCERTIDUMBRE EN MEDIDAS QUÍMICAS.....	28
DETERMINAÇÃO SIMULTÂNEA DE METAIS EM ÁGUA POTÁVEL E DE MANANCIAL POR ICP-OES APÓS OTIMIZAÇÃO MULTIVARIADA.....	29
DETERMINACIÓN DE COMPUESTOS TOXICOS PRESENTES EN EL HUMO DE ESPIRALES PARA MOSQUITOS. DETERMINACIÓN DE MATERIAL PARTICULADO MP Y PHAS EN ESPIRALES.....	30
EMPLEO DE AMPEROMETRÍA PARA LA DETERMINACIÓN DE LA RELACIÓN GSH/GSSG COMO BIOMARCADOR DE ESTRÉS OXIDATIVO EN BIOTA EXPUESTA A CONTAMINANTES AMBIENTALES.....	31

ESPECIAÇÃO DE ARSÊNIO INORGÂNICO EM FERTILIZANTE A BASE DE SUPERFOSFATO, ROCHAS FOSFATADA E EM SEDIMENTOS MARINHOS EMPREGANDO AMOSTRAGEM DE SUSPENSÃO E HG FAAS .....	32
MÉTODO AUTOMATIZADO PARA LA DETERMINACIÓN DE ÁCIDOS HÚMICOS EN MUESTRAS DE AGUA NATURAL .....	33
DETERMINACIÓN DE MERCURIO EN ORINA Y PELO DE MINEROS ARTESANALES DEL ESTADO BOLÍVAR-VENEZUELA .....	34
<b>APLICACIONES A LA INDUSTRIA .....</b>	<b>35</b>
COMPARACIÓN DE METODOLOGÍAS ANALÍTICAS PARA LA DETERMINACIÓN DE $\alpha$ -AMILASA EN CEBADA MALTEADA .....	36
TÉCNICAS ANALÍTICAS PARA LA DETERMINACIÓN DE ACEITE DE SALVADO DE ARROZ EN URUGUAY .....	37
<b>AUTOMATIZACIÓN .....</b>	<b>38</b>
DESARROLLO DEL MÉTODO ANÁLISIS POR INYECCIÓN EN FLUJO PARA LA DETERMINACIÓN DE FÓSFORO TOTAL EN SEDIMENTOS .....	39
DETERMINACIÓN DE GLUCOSA EN MIEL MEDIANTE ANÁLISIS POR INYECCIÓN SECUENCIAL (SIA) .....	40
DETERMINACIÓN DE SELENIO TOTAL EN MUESTRAS DE LECHE VACUNA DE URUGUAY MEDIANTE UN SISTEMA AUTOMATIZADO .....	41
ON LINE SIMULTANEOUS PRE-CONCENTRATION PROCEDURE FOR THE DETERMINATION OF CADMIUM AND LEAD IN DRINKING WATER EMPLOYING SEQUENTIAL MULTI-ELEMENT FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY .....	42
SEGURIDAD DE JUGUETES. AUTOMATIZACION UNA ALIADA DE LA VIGILANCIA NACIONAL .....	43
SÓLIDOS MESOPOROSOS HÍBRIDOS FUNCIONALIZADOS CON N-(2AMINOETIL)-3-AMINOPROPILOS COMO MATERIAL DE SORCIÓN EN SPE-FI-ETAAS: APLICACIÓN A LA VALORACIÓN DE ULTRAVESTIGIOS DE PLATA .....	44
<b>CALIDAD .....</b>	<b>45</b>
CALIDAD FÍSICOQUÍMICA DE AGUAS POTABILIZADAS ENVASADAS .....	46
INTERCOMPARACIÓN DE DIFERENTES MÉTODOS DE ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN MÉTODOS DE RUTINA DE GRASAS Y ACEITES .....	47
PLAN DE VALIDACIÓN PARA LA DETERMINACIÓN DE AMONIO EN MUESTRAS DE AGUAS Y EFLUENTES LÍQUIDOS, SEGÚN APHA 4500-NH <sub>3</sub> F .....	48
PREPARACIÓN Y ESTABILIDAD DE MATERIALES DE REFERENCIA PARA EL ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD EN ANÁLISIS DE MICOTOXINAS .....	49
PROCESO DE OPTIMIZACIÓN DEL MÉTODO GRAVIMÉTRICO DE CALIBRACIÓN DE MICRO PIPETAS .....	50
SEGUIMIENTO Y MEJORA DEL SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD DEL PROCESO DE MUESTREO Y ENSAYOS <i>IN SITU</i> DE AGUA POTABLE .....	51
VIRTUDES DEL ESQUEMA DE ACREDITACIÓN MULTISITE EN LATU .....	52
<b>EDUCACIÓN .....</b>	<b>53</b>
CONSTRUCCIÓN DE KITS PARA ANÁLISIS DE AGUA .....	54
LA IMPORTANCIA DE LA QUÍMICA ANALÍTICA EN LA ENSEÑANZA DE LA TOXICOLOGÍA .....	55
VIDEOS DE APOYO A LOS CURSOS DE LABORATORIO DE QUÍMICA ANALÍTICA .....	56
<b>GEOQUÍMICA .....</b>	<b>57</b>
APLICACIÓN DE LA FRX EN EL ESTUDIO GEOQUÍMICO DE LA PEGMATITA LA ESMERALDA, GRUPO PASO GRANDE-LA TOMA, SAN LUIS, ARGENTINA .....	58
<b>MATRICES COMPLEJAS .....</b>	<b>59</b>
APLICACIÓN DE LA TÉCNICA DLLME AL ANÁLISIS DE COMPUESTOS RESPONSABLES DE DEFECTOS EN VINOS TANNAT .....	60
CARACTERIZACIÓN DE PROPÓLEOS URUGUAYOS POR HPLC-UV Y HPLC-MS .....	61
COBRE EN PASTURAS: VARIACIÓN ESTACIONAL Y CONDICIONES ÓPTIMAS DE EXTRACCIÓN EN LA CUENCA LECHERA II DE SALTO (URUGUAY) .....	62
DESARROLLO DE SUPERFICIES MODIFICADAS ORO – ANTICUERPO ANTI-PSPB PARA SU USO COMO BIOSENSOR EN LA DETECCIÓN DE PREÑEZ BOVINA .....	63
DESARROLLO METODOLÓGICO PARA LA DETERMINACIÓN DE Pt, EN SUERO DE PACIENTES CON CÁNCER QUE RECIBEN QUIMIOTERAPIA A BASE DE CISPLATINO, POR ETAAS .....	64
DETECCIÓN ELECTROQUÍMICA DE SECUENCIAS ESPECÍFICAS DE ADN: DOS MÉTODOS DIRECTOS E INDEPENDIENTES EN UN ÚNICO SENSOR .....	65
DETERMINACIÓN ANALÍTICA DE SELENIO EN SUERO HUMANO .....	66

DETERMINACIÓN DE ELEMENTOS ESENCIALES EN ADICTOS A DROGAS DE ABUSO EN SUERO POR ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA .....	67
DETERMINACION DE NITROIMIDAZOLES EN CARNE BOVINA POR HPLC-UV Y HPLC-MSMS .....	68
DISEÑO DE UN POLÍMERO POR IMPRESIÓN MOLECULAR EN MATRIZ DE POLIANILINA Y EVALUACIÓN DE SU SELECTIVIDAD PARA LA EXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA DE QUERCETINA ..	69
EVALUACIÓN DE PROTECTORES DE ANALITO PARA LA DETERMINACIÓN MULTIRRESIDUO DE PESTICIDAS EN LANOLINA SEGÚN USP 32-NF 27.....	70
DETERMINACIÓN ANALÍTICA DE ÁCIDO TT-MUCÓNICO PARA CONTROL BIOLÓGICO DE EXPOSICIÓN OCUPACIONAL A BENCENO EN URUGUAY .....	71
<b>MEDICAMENTOS .....</b>	<b>72</b>
DETERMINACIÓN DE ELEMENTOS EN COMPRIMIDOS MULTIVITAMÍNICOS POR ESPECTROMETRÍA DE MASAS CON PLASMA DE ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP/MS).....	73
ELIMINACIÓN DE INTERFERENCIAS EN EL TEST DE DISOLUCIÓN DE COMPRIMIDOS DE MALEATO DE CLORFENIRAMINA .....	74
SEPARACIÓN DE ISOMEROS PRESENTES EN UN RADIOFÁRMACO DE <sup>99m</sup> Tc ( <sup>99m</sup> Tc-TRODAT) MEDIANTE HPLC DE FASE REVERSA .....	75
<b>QUIMIOMETRÍA.....</b>	<b>76</b>
USE THE BIOMASS OF AGAVE SISALANA (SISAL) AS SOLID-PHASE EXTRACTOR FOR PRECONCENTRATION AND DETERMINATION OF Cd(II) AND Pb(II) FROM NATURAL WATER EMPLOYING SEQUENTIAL MULTI-ELEMENT FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY .....	77
APLICACIÓN DE LA ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO CERCANO (NIR) EN LA PREDICCIÓN DE LA MADUREZ AROMÁTICA DE UVAS TANNAT .....	78
EMPREGO DE OTIMIZAÇÃO MULTIVARIADA NO DESENVOLVIMENTO DE UM MÉTODO PARA SEPARAÇÃO DE FERRO EM MATRIZ DE ALUMÍNIO.....	79
TÉCNICAS DE ANÁLISE MULTIVARIADA E UNIVARIADA PARA AVALIAÇÃO DA HOMOGENEIDADE DURANTE A PREPARAÇÃO DE UM MATERIAL DE REFERÊNCIA DE FARINHA DE TRIGO .....	80
UTILIZAÇÃO DE FERRAMENTAS QUIMIOMÉTRICAS PARA AVALIAÇÃO DOS PADRÕES FÍSICO-QUÍMICOS DE QUALIDADE DE ÁGUAS POTÁVEIS DE MUNICIPIOS DO ESTADO DA BAHIA.....	81
<i>Índice de autores.....</i>	<i>82</i>

# ***CONFERENCIAS***

## **Conferencias invitados extranjeros**

### **TÉCNICAS BASADAS EN EL USO DE PLASMAS APLICADAS A MONITOREAR METALES Y METALOIDES EN PARTÍCULAS ATMOSFÉRICAS COLECTADAS EN ARGENTINA**

*Dra. Patricia Nora Smichowski*

Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA) Argentina

### **USO DA COMBUSTÃO INICIADA POR MICROONDAS PARA DECOMPOSIÇÃO DE AMOSTRAS E POSTERIOR DETERMINAÇÃO DE METAIS E NÃO METAIS**

*Prof. Dr. Érico Marlon de Moraes Flores*

Universidade Federal de Santa Maria (UFSM) Brasil

### **VALORACIÓN EN LÍNEA DE ELEMENTOS TRAZA BASADA EN EXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA ACOPLADA A ATOMIZADORES ELECTROTÉRMICOS**

*Prof. Dra. Mabel B. Tudino*

Universidad de Buenos Aires Argentina(UBA)

## **Conferencias invitados nacionales**

### **ANÁLISIS DE PRODUCTOS NATURALES PARA USO FARMACÉUTICO: HPLC-MS Y MS/MS**

*Prof. Alejandra Rodriguez PhD*

UdelaR-Facultad de Química-Polo Tecnológico

### **EL FUTURO DE LA QUÍMICA VERDE**

*Prof. Patrick Moyna PhD*

UdelaR-Facultad de Química

### **ASEGURAMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD EN EL MUESTREO AMBIENTAL**

*MSc Ing. Quím. Gualberto Trelles*

Laboratorio Ecotech

### **TRAZABILIDAD EN LAS MEDICIONES QUÍMICAS.**

*Ing. Quím. Claudia Santo*

Jefa del Dpto. de Metrología Científica e Industrial - LATU

*Q.F. Elizabeth Ferreira*

Coordinadora del Proceso de Metrología Química- LATU

### **ANÁLISIS EN FLUJO CONTINUO - UNA EXPERIENCIA URUGUAYA**

*Prof. Dr. Moisés Knochen*

UdelaR-Facultad de Química

## **Conferencias empresariales**

### **DETECTORES CROMATOGRÁFICOS EN EL ANÁLISIS DE CONTAMINACIÓN AMBIENTAL DE COMPUESTOS ORGÁNICOS. DETECTORES A UTILIZAR EN GC Y LC**

*Dr. Ricardo Rofi*

Centro de Capacitación Analítica de Agilent Technologies. Buenos Aires - ASM

### **SELECCIÓN DE COLUMNAS CROMATOGRÁFICAS (GC Y HPLC)**

*Dr. Ricardo Rofi*

Centro de Capacitación Analítica de Agilent Technologies. Buenos Aires - ASM

### **SOLUCIONES A PROBLEMAS ACTUALES EN MEDICIÓN DE pH Y TITULACIÓN AUTOMÁTICA**

*Ing. Quím. Hector Domínguez Landó*

Ilión Analítica

***PRESENTACIONES***

***ORALES***

# CARACTERIZACIÓN QUIMIOMÉTRICA DE LAS UVAS DE LAS PRINCIPALES VARIEDADES TINTAS DE *VITIS VINIFERA* IMPLANTADAS EN URUGUAY

González-Neves, G.\*<sup>(1 y 2)</sup>; Gil, G.<sup>(1)</sup>; Barreiro, L.<sup>(1)</sup>; Ferrer, M.<sup>(2)</sup>

<sup>(1)</sup> Instituto Nacional de Vitivinicultura. Dr. Pouey 463. Las Piedras. Uruguay.

Tel. : 364 34 86. E-mail: [laboratorio@inavi.com.uy](mailto:laboratorio@inavi.com.uy)

<sup>(2)</sup> Facultad de Agronomía. UDELAR. Avda. Garzón 780. Montevideo. Uruguay.

Se realizó un estudio de caracterización de uvas de las variedades Tannat, Cabernet Sauvignon y Merlot, producidas en el Sur de Uruguay entre 2001 y 2004. Las uvas fueron analizadas en la vendimia, determinando sus contenidos de azúcares, acidez total y pH de acuerdo con O.I.V. (2007)<sup>[1]</sup>. El potencial polifenólico de las uvas fue estimado mediante espectrofotometría UV-visible, empleando los índices propuestos por Glories y Agustin (1993)<sup>[2]</sup>. La composición antocianica fue analizada por HPLC-DAD, considerando extractos obtenidos por maceración de los hollejos en soluciones modelo. La identificación de los compuestos fue confirmada mediante LC-MS. Las uvas de la variedad Tannat tuvieron contenidos estadísticamente superiores de azúcares, acidez total, riqueza polifenólica, antocianos totales y antocianos extraíbles, así como los menores valores de pH. Los extractos de hollejos de Tannat tuvieron contenidos significativamente mayores de antocianos, y entre éstos de glucósidos no acilados y de cumaratos. La aplicación de métodos de análisis multivariantes (Análisis de Componentes Principales, Análisis Canónico Discriminante) permitió identificar los indicadores analíticos de mayor relevancia para la diferenciación y caracterización varietal. Las variables que permitieron discriminar mejor a las uvas Tannat fueron la riqueza polifenólica, los contenidos de taninos de semillas y las proporciones de antocianos en forma de petunidina, delfinidina y glucósidos no acilados. Las variables que mejor discriminaron a las uvas Cabernet Sauvignon fueron las proporciones y contenidos de taninos de hollejos y las proporciones de antocianos en forma de acetatos y malvidina. Las uvas Merlot fueron discriminadas sobre todo por las proporciones de taninos de semillas y de antocianos en forma de cumaratos, cianidina y peonidina. Los métodos empleados permitieron diferenciar a la totalidad de las muestras de acuerdo con la variedad de uva, lo que indica que los factores genéticos tienen una incidencia preponderante sobre la síntesis de los compuestos analizados.

[1] O.I.V. Recueil des méthodes d'analyse des moûts et des vins. O.I.V. Paris, 2007.

[2] Y. Glories, M. Augustin. C. R. Colloque Journée Techn. CIVB (1993) 56-61.

# MÉTODO AUTOMATIZADO PARA LA DETERMINACIÓN DE ARSÉNICO Y SELENIO TOTALES EN MUESTRAS DE AGUA PARA CONSUMO HUMANO MEDIANTE HG-AAS

*Silva, J.; Pistón, M.; Pérez, J.; Dol, I.; Knochen, M.*

Universidad de la República. Facultad de Química. DEC - Cátedra de Química Analítica. Tel: +598 2 9241808. Av. Gral. Flores 2124. 11800 Montevideo, Uruguay.

e-mail: [jsilva@fq.edu.uy](mailto:jsilva@fq.edu.uy)

El arsénico y el selenio se encuentran en el agua apta para consumo en bajas concentraciones por lo que para su determinación se necesitan técnicas muy sensibles. Se trata de dos elementos importantes desde el punto de vista ambiental por su toxicidad para el ser humano <sup>[1]</sup>.

Se propone un método automatizado para la determinación de arsénico y selenio totales en agua para consumo humano. Se emplea un sistema en flujo multiconmutado <sup>[2]</sup> con detección mediante espectrometría de absorción atómica con generación de hidruros (HG-AAS).

El sistema emplea una bomba peristáltica y dos válvulas solenoide controladas desde un computador personal que realiza también la adquisición y procesamiento de los datos. La detección se realizó con un espectrómetro Perkin Elmer 5000 con llama aire-acetileno y lámparas Photron Superlamp®. Las medidas se hicieron a 193.7 nm (As) y 196.0 (Se)

Los límites de detección fueron 0.46  $\mu\text{g L}^{-1}$  y 0.08  $\mu\text{g L}^{-1}$  para As y Se respectivamente y los límites de cuantificación fueron 1.54  $\mu\text{g L}^{-1}$  y 0.27  $\mu\text{g L}^{-1}$  respectivamente. Estos límites son adecuados según los requisitos de cuantificación para agua de consumo humano.

La precisión ( $s_r(\%)$ ,  $n=5$ ) para el arsénico fue  $< 5\%$  y  $< 4\%$  para el selenio. El rango lineal se verificó para As hasta 10  $\mu\text{g L}^{-1}$  y hasta 27  $\mu\text{g L}^{-1}$  para Se.

La frecuencia de muestreo fue 160 muestras hora<sup>-1</sup>. Para la determinación de As la veracidad se evaluó mediante dos ensayos interlaboratorio. La recuperación aparente fue 96% y 99%. En el caso del Se se realizaron adiciones sobre diversas muestras de agua, obteniéndose recuperaciones en el rango de 95% - 116%.

El sistema propuesto permite la determinación de ambos analitos en forma rápida y exacta. Además utiliza muy poca muestra y reactivos, con la consiguiente disminución en la generación de residuos contaminantes.

1.- F. Antonio de Azevedo, A. A. da Matta Chasin, (Eds.), *Metals. Gerenciamento da Toxicidade*, Atheneu, Sao Paulo, 2003.

2.- M.A. Feres, P.R. Fortes, A.G. Zagatto, J.L.M. Santos, J.L.F.C. Lima, *Analytica Chimica Acta*. 618 (2008) 1-17.

# DESARROLLO DE UNA TÉCNICA FOTOCATALÍTICA PARA LA DETERMINACIÓN SEMICUANTITATIVA DE CARBONO ORGÁNICO EN AGUA

*Estín, A.L.<sup>1</sup>; Bussi, J.<sup>1,2\*</sup>*

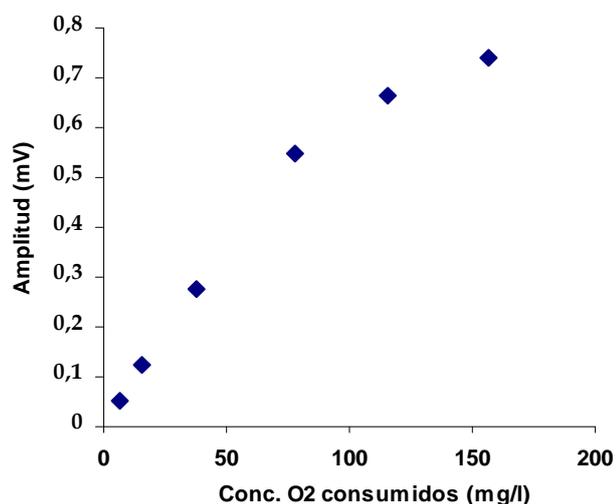
<sup>1</sup>Laboratorio de Fisicoquímica de Superficies, Fac. de Química, UdelaR, Gral. Flores 2124, Montevideo, Uruguay.

<sup>2</sup>Instituto de Ingeniería Química, Facultad de Ingeniería, Udelar, J. Herrera y Reissig 565, Montevideo, Uruguay.

E-mail. [jbussi@fing.edu.uy](mailto:jbussi@fing.edu.uy)

Tel: 9248352

Se construyó un equipo basado en la oxidación que experimenta una muestra de materia orgánica disuelta en el agua cuando se la hace atravesar un microrreactor conteniendo un relleno impregnado en un fotocatalizador e irradiado con luz ultravioleta [1][2]. En tales condiciones, se verifica una disminución en la



**Figura 1.** Altura de la señal para distintas concentraciones de O<sub>2</sub> equivalente.

concentración de oxígeno disuelto que acompaña a la materia orgánica y que puede ser registrada en forma continua, dando lugar a una señal en forma de pico.

En la Figura 1 se aprecia la existencia de una relación lineal para el rango de bajas concentraciones de O<sub>2</sub> equivalente entre 0 y 80 mg/l. El límite de detección, estimado mediante réplicas de la determinación a la concentración menor, es de 6 mg/L de O<sub>2</sub> equivalente. De ensayos realizados con diversos compuestos orgánicos se concluye que la técnica desarrollada puede ser de utilidad para la determinación rápida y semicuantitativa de la cantidad de materia orgánica disuelta en distintos tipos de aguas.

[1] A. Mills, S.L. Hunte. J. Photochem. Photobiol. A: Chem. 108 (1997) 1-35.

[2] Y-C Kim, S. Sasaki, K. Yano, K. Ikebukuro, K. Hashimoto, I. Karube, Analytica Chimica Acta 432 (2001) 59-66.

## DETERMINAÇÃO DE Cr, Ni, Mo, Pb E Co EM FERTILIZANTES FOSFATADOS EMPREGANDO AMOSTRAGEM DE SUSPENSÃO E ICP OES

de Jesus, R.M.<sup>1,2</sup> (PQ); Ferreira, S.L.C.<sup>1</sup> (PQ)\*

[slcf@ufba.br](mailto:slcf@ufba.br)

1- Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Salvador-BA.

2 - Universidade Estadual de Santa Cruz – DCET, Ilhéus-BA.

**INTRODUÇÃO:** A maioria das técnicas analíticas, geralmente, requer a amostra na forma de solução, para tanto, em muitos casos é necessário o ataque da amostra com métodos drásticos de decomposição. Assim, a amostragem de suspensão é uma boa alternativa, considerando a vantagem de eliminação do pré-tratamento de amostra. O objetivo desse trabalho é propor um procedimento para a determinação de elementos-traço em fertilizantes fosfatados empregando amostragem de suspensão e ICP OES.

**RESULTADOS E DISCUSSÃO:** Nesse estudo foram realizadas otimizações univariadas com uma amostra de superfosfato simples: variando a massa da amostra de 50 a 400 mg, a concentração do HCl de 0,25 a 2,0 mol L<sup>-1</sup> e o tempo de sonicação de 5 a 30 minutos. As condições ótimas para a amostragem da suspensão foram: 100 mg, 0,5 mol L<sup>-1</sup> e banho ultra-sônico por 30 minutos.

Nas condições experimentais estabelecidas, este método permite a determinação de Cr, Ni, Mo, Pb e Co em fertilizantes fosfatados, a precisão foi expressa como desvio padrão relativo (RSD%) e foram sempre menores que 7,6%. Os valores de concentração obtidos, pela análise usando amostragem de suspensão por ICP OES, estão na Tabela abaixo.

Analito	Método Proposto (ICP OES)				Amostra digerida (ICP - MS)			
	Concentração	LD	LQ	RSD	Concentração	LD	LQ	RSD
	.....mg kg <sup>-1</sup> .....			(%)	.....mg kg <sup>-1</sup> .....			(%)
Cr	74,3±4,3	0,3	1,0	2,3	75,5±2,1	0,2	0,7	1,1
Ni	22±0,3	0,2	0,7	0,5	22,6±1,5	0,1	0,4	2,6
Mo	6,70±0,41			2,5	6,23±0,17	0,04	0,13	1,1
Pb	4,28±0,72	0,04	0,1	7,0	4,47±0,56	0,02	0,07	5,0
Co	2,09±0,38	0,03	0,10	7,6	2,34±0,16	0,02	0,07	2,8

A aplicação do teste t pareado (a 95% nível de confiança) e o método de regressão linear demonstraram que não há diferença significativa entre os resultados obtidos pelos dois métodos. A exatidão do método foi avaliada pela análise das amostras empregando ICP-MS (Tabela acima).

**CONCLUSÃO:** O método proposto foi aplicado na análise de sete amostras de fertilizantes fosfatados e apresenta precisão, exatidão e limite de quantificação adequados para a determinação das concentrações de Cr, Ni, Mo, Pb e Co em fertilizante fosfatados.

**AGRADECIMENTO:** Os autores agradecem ao CNPq, CAPES, Fapesb e PRONEX.

## DIVERSIDAD MICROBIANA EN RELLENOS SANITARIOS

Ubalde, M.<sup>1,2</sup>; Callejas, C.<sup>2</sup>; Castro, S.<sup>2,3</sup>

<sup>1</sup> Laboratorio ECOTECH. República 1575 bis, tel 4032130, [mubalde2@gmail.com](mailto:mubalde2@gmail.com)

<sup>2</sup> Laboratorio de Microbiología Molecular, IIBCE. Avda. Italia 3318

<sup>3</sup> Sección Bioquímica. Instituto de Biología, Facultad de Ciencias. Iguá 4225

La presencia de contaminantes en el suelo afecta la flora microbiana, la cual cumple un papel fundamental en la degradación de materia orgánica, la disponibilidad de nutrientes, el ciclo geoquímico y el sustento de la estructura del suelo. La presencia de metales pesados disminuye la biomasa y la diversidad microbiana presente; pero, ¿qué sucede en rellenos sanitarios donde la estructura del suelo está totalmente desorganizada? ¿es posible encontrar organismos vivos en estos sitios? ¿qué características presentan que les permite sobrevivir?

Se seleccionaron tres muestras de un relleno sanitario por su alto contenido de metales pesados (Cr, Pb, Cd, Zn, Cu y Ni). Se utilizaron medios de cultivo selectivos y semiselectivos para recuento de bacterias heterótrofas, microorganismos esporulados, *Pseudomonas fluorescens* y actinomicetes. Se seleccionaron, aislaron e identificaron 3 bacterias tolerantes a plomo, se determinó su tolerancia a varios metales pesados y la concentración inhibitoria mínima (CIM) a varios antibióticos (ampicilina, cloranfenicol, ácido nalidíxico, kanamicina, neomicina, rifampicina y espectinomicina).

En todas las muestras se encontraron heterótrofos, actinomicetes y microorganismos esporulados en un número que guarda relación con el grado de contaminación que presentan las muestras, en ninguna de ellas se pudo detectar *Pseudomonas*.

Las bacterias aisladas se identificaron por secuenciación de un fragmento del gen 16S y se denominaron como *Agrobacterium tumefaciens* 3B, *Delftia tsuruhatensis* 3C y *Delftia* sp 6C. *Agrobacterium tumefaciens* 3B presentó mayor tolerancia a plomo en medio líquido y en placa. Las tres cepas mostraron tolerancia a varios metales pesados, Cd, Cu, Pb y Zn, y altos CIM para los antibióticos utilizados.

Teniendo en cuenta que los genes de resistencia a antibióticos tienen origen ambiental y pueden activarse por la presencia de metales pesados, no es extraño que estas bacterias presenten ambas resistencias.

Chien C et al. 2008. Microbial Diversity of soil bacteria in field contaminated with heavy metals. J. Environ Sci. (20) 359-363

Alonso A et al. Environmental selection of antibiotic resistance genes. 2001. Environ Microbiol. 3(1) 1-9

## LA NORMALIZACIÓN TÉCNICA COMO HERRAMIENTA PARA LA CONSOLIDACIÓN DE LOS AVANCES EN QUÍMICA ANALÍTICA PARA BIOCOMBUSTIBLES Y SU TRANSFERENCIA HACIA EL MERCADO PRODUCTIVO

*Rosadilla, M.\*; Barrella, L.; Gómez, F.*

Instituto Uruguayo de Normas Técnicas (UNIT)

[unit-iso@unit.org.uy](mailto:unit-iso@unit.org.uy) - TEL: 901-20-48

Desde el año 2005 vienen trabajando en UNIT los Comités de Biocombustibles con el objetivo de elaborar normas técnicas de requisitos, muestreo y ensayo. La Normalización, clasificada como una tecnología blanda, consolida en una base documental el desarrollo alcanzado en las diversas áreas. En el caso de los Biocombustibles y en el área de la Química Analítica, ésta afirmación se fundamenta a través de:

- ⇒ requisitos técnicos que indican criterios claros para la toma de decisión en cuanto a la aceptación o rechazo del producto;
- ⇒ métodos de ensayos de referencia para evitar inconvenientes al comparar resultados obtenidos por distintos laboratorios, en casos de litigio, disputa o arbitraje;
- ⇒ procedimientos para la toma de muestras, para asegurar su representatividad y que no se alteren durante el transporte o almacenamiento;
- ⇒ el estudio de normas internacionales, para evaluar la conveniencia de su adopción;
- ⇒ la elaboración de normas nacionales al no existir muchas veces antecedentes específicos (para el caso del biodiesel se debió trabajar con antecedentes del área de las grasas y aceites o de los productos de petróleo);
- ⇒ contactos con los Comités Espejos de distintos organismos de normalización internacionales;
- ⇒ la facilitación de la acreditación de los laboratorios, ya que si sus métodos de ensayo se basan en normas técnicas sólo implica llevar adelante validaciones restringidas;
- ⇒ la formación de recursos humanos por la transferencia de conocimiento entre las distintas organizaciones y la elaboración de una base documental.

Las referencias a las Normas Técnicas UNIT en las Leyes, Decretos y Reglamentos de control al respecto, ayudará, a las distintas empresas y organizaciones, a alcanzar sus objetivos apoyados en una sólida base técnica documental; y fundamentalmente facilitará y mejorará el trabajo en los laboratorios dedicados a los ensayos de biocombustibles.

## ESTUDIO COMPARATIVO PARA LA DETERMINACIÓN DE SELENIO POR HG-AAS (BATCH) Y SIA-HG-AAS

Delmonte, D.; Mollo, A.; Knochen, M.

Universidad de la República - Facultad de Química

Av. Gral. Flores 2124 - 11800 Montevideo – Uruguay – Tel. 9241808

[amolloy@fq.edu.uy](mailto:amolloy@fq.edu.uy)

El selenio se encuentra en el grupo de los metaloides. Es esencial para la salud de los humanos en cantidades traza; tiene un rango muy estrecho entre la deficiencia dietaria (menor de 40 µg diarios) y los niveles tóxicos (mayor de 400 µg diarios).

En la Unidad de Análisis de Agua (UAA) de la Facultad de Química (UdelaR) se determina selenio en agua potable como análisis de rutina por espectrometría de absorción atómica con generación de hidruros (método *batch*).

A fin de aumentar la productividad analítica se propone como método alternativo la generación del hidruro a través de un sistema de análisis por inyección secuencial (SIA) de modo de realizar un ensayo más rápido de confiabilidad comparable.

Se usó un espectrómetro AA Perkin Elmer 5000 con llama aire acetileno y lámpara Photron Superlamp®. Se empleó un sistema *batch* PerkinElmer MHS-15. El sistema SIA se construyó empleando una bomba de jeringa (Cavro XP-3000) y una válvula selectora de 10 puertos (Valco). La adquisición de datos y el control del sistema se hicieron desde un PC mediante un programa escrito en Visual BASIC.

Los resultados obtenidos para ambos métodos se indican en la tabla:

Cifras de mérito	Método batch	Método SIA
Linealidad	1.02 a 15.0 µgL <sup>-1</sup>	0.82 a 20.0 µgL <sup>-1</sup>
Límite de detección	0.31 µgL <sup>-1</sup> (3s, n=5)	0.25 µgL <sup>-1</sup> (3s, n=10)
Límite de cuantificación	1.02 µgL <sup>-1</sup> (10s, n=5)	0.82 µgL <sup>-1</sup> (10s, n=10)
Precisión de repetibilidad s <sub>r</sub> (%)= (s/m)*100 s: desviación estándar m: promedio de las réplicas	8 (3 µgL <sup>-1</sup> , n=3)	2 (5 µgL <sup>-1</sup> , n=10)
	5 (6 µgL <sup>-1</sup> , n=3)	4 (10 µgL <sup>-1</sup> , n=10)
	2 (11 µgL <sup>-1</sup> , n=3)	4 (20 µgL <sup>-1</sup> , n=10)
Recuperación (%)	106 ( 8 µgL <sup>-1</sup> )	100 ( 5 µgL <sup>-1</sup> )
	103 ( 11 µgL <sup>-1</sup> )	104 ( 20 µgL <sup>-1</sup> )
Frecuencia muestreo	25 muestras/hora	60 muestras/hora
Consumo NaBH <sub>4</sub> (mg/muestra)	1.7	150

Se concluye que el sistema SIA es más rápido y económico que el *batch* y comparable en precisión y exactitud.

## DETERMINAÇÃO DE IODO EM ALIMENTOS APÓS DECOMPOSIÇÃO POR COMBUSTÃO INICIADA POR MICRO-ONDAS

Saraiva, E.M.<sup>1</sup>; Ferreira, L.R.<sup>1</sup>; Pereira, V.A.<sup>1</sup>; Schneid, J.K.<sup>1</sup>; Pereira, J.S.F.<sup>2</sup>; Bizzi, C.A.<sup>2</sup>; Flores, E.M.M.<sup>2</sup>; Mesko, M.F.<sup>1</sup>

[marciamesko@yahoo.com.br](mailto:marciamesko@yahoo.com.br)

1. Instituto de Química e Geociências, Universidade Federal de Pelotas, 96010-610, Pelotas-RS
2. Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, 97105-900, Santa Maria-RS

Considerando que o iodo é um dos elementos-traço essenciais, presente em processos metabólicos em humanos e animais, sua determinação em alimentos torna-se de grande importância. Dessa forma, é necessário o desenvolvimento de métodos analíticos adequados para a determinação de iodo em alimentos, em especial, em baixas concentrações (menores que  $0,5 \mu\text{g g}^{-1}$ ).<sup>1,2</sup> Assim, neste trabalho é proposta a aplicação da técnica de combustão iniciada por micro-ondas (MIC) para a decomposição de amostras de alimentos e subsequente determinação de iodo por ICP-MS, de modo a permitir sua determinação em baixas concentrações.

A decomposição foi feita em forno de micro-ondas Multiwave 3000 (Anton Paar, Áustria), equipado com 8 frascos de quartzo (80 ml, 80 bar e 280 °C). Para determinação de iodo foi utilizado um espectrômetro de massa (ELAN DCR II, PerkinElmer Sciex, Canadá). Para a decomposição por MIC,  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  (50  $\mu\text{l}$ , 6 mol  $\text{l}^{-1}$ ) foi utilizado como iniciador. A pressão de  $\text{O}_2$  utilizada foi de 20 bar.<sup>3</sup> Amostras de leite em pó, fígado bovino, farinha de trigo e amido de milho foram preparadas na forma de comprimidos. Materiais de referência certificado (CRM) BCR 150 (*Skim Milk Powder*), BCR 151 (*Skim Milk Powder*), NIST 8433 (*Corn Bran*) e NIST 8414 (*Bovine Muscle*) foram utilizados para validação. Comparativamente, as amostras foram submetidas a procedimentos de decomposição por via úmida e de extração, assistidos por radiação micro-ondas.

Através do procedimento de decomposição por MIC e determinação por ICP-MS foi possível determinar iodo em diversos tipos de amostras de alimentos. Para algumas amostras, os valores determinados foram baixos ( $0,07 \pm 0,001 \mu\text{g g}^{-1}$ ), contudo, o RSD obtido foi inferior a 15%. A concordância com os valores certificados para os CRMs analisados foi superior a 95% e o limite de detecção foi de  $0,001 \mu\text{g g}^{-1}$ .

[1] P. Gringberg, R. E Sturgeon, *Spectrochim. Acta B* 64, 2009, 235.

[2] G.; Knapp, B. Maichin, P.Fecher, S. Hasse, P. Schramel, *Fresenius J. Anal. Chem.* 362, 1998, 508.

[3] E. M. M. Flores, J. S. Barin, M. F. Mesko, G.Knapp, *Spectrochim. Acta B* 62, 2007, 1051.

## EMPREGO DE AMOSTRAGEM EM SUSPENSÃO PARA DETERMINAÇÃO DE ZINCO EM IOGURTE POR HR-CS FAAS

*Brandão, G.C.; Aureliano, M. de O.; Ferreira, S.L.C. \**

Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Rua Barão de Geremoaba s/n, Campus Ondina, Salvador, Bahia, Brasil, 40170-290.

\*E-mail: [slcf@ufba.br](mailto:slcf@ufba.br), Tel.: 00557132442284

Iogurte é uma bebida láctea amplamente consumida, sendo uma importante fonte de nutrientes [1]. Zinco é um elemento essencial para o bom funcionamento do metabolismo humano [2]. Iogurte é uma matriz complexa que apresenta alto teor de compostos orgânicos cuja análise requer procedimentos de digestão ácida que são laboriosos, demandam tempo, apresentam riscos de contaminação e perdas de analitos voláteis. Neste sentido, a amostragem em suspensão apresenta-se como uma alternativa aos procedimentos convencionais de preparo de amostras [3]. Neste trabalho é proposto o emprego da amostragem em suspensão para determinação de zinco em amostras de iogurte por espectrometria de absorção atômica com chama de fonte contínua de alta resolução (HR-CS FAAS). A otimização das condições experimentais foi realizada usando metodologia univariada com estudo das seguintes variáveis: natureza e concentração do ácido usado no preparo da suspensão, massa da amostra e tempo de sonicação. As condições estabelecidas foram: HCl 2,0 mol L<sup>-1</sup>, massa de 1,0 g e tempo de 20 min. A calibração foi avaliada usando padrões aquosos e adição padrão para diferentes tipos de iogurte. Os resultados mostraram boa similaridade entre as inclinações indicando que zinco pode ser determinado usando soluções de referência. Nestas condições, foram obtidos limites de detecção e quantificação de 0,10 e 0,32 µg g<sup>-1</sup>, respectivamente. A precisão expressa como desvio padrão relativo (RSD) foi de 0,82 e 2,08% para concentrações de zinco de 4,85 e 2,49 µg g<sup>-1</sup>, respectivamente. A exatidão foi confirmada pela análise de material de referência certificado (CRM) NIST 1549. O método proposto foi aplicado para determinação de zinco em sete amostras de iogurte. O teor de zinco variou de 2,19 a 4,85 µg g<sup>-1</sup>. As amostras também foram analisadas após digestão ácida e determinação de zinco por HR-CS FAAS. Nenhuma diferença estatística foi observada entre os resultados obtidos por ambos os procedimentos.

[1] M.A. de la Fuente, F. Montes, G. Guerrero, M. Juarez, Food Chem. 80 (2003) 573-578.

[2] P.C. Onianwa, A.O. Adeyemo, O.E. Idowu, E.E. Ogabiela, Food Chem. 72 (2001) 89-95.

[3] M.J. Cal-Prieto, M. Felipe-Sotelo, A. Carlosena, J.M. Andrade, P. Lopez-Mahia, S. Muniategui, D. Prada, Talanta 56 (2002) 1-51.

***PRESENTACIONES***

***POSTERS***

***ALIMENTOS***

## DETERMINACIÓN ANALÍTICA DEL CONTENIDO DE MINERALES EN UN YOGUR DE SOJA

Rinaldoni, A.N. \*; Perino, E.; Campderrós, M.E.; Pérez Padilla, A.

e-mail: [arinald@unsl.edu.ar](mailto:arinald@unsl.edu.ar). Te: 02652-426711. Int. 260.

El objetivo de este trabajo fue obtener un yogur de soja por fermentación de un concentrado de alimento a base de soja, "leche de soja", empleando la ultrafiltración. Además se propuso evaluar el empleo de la Fluorescencia de rayos X como técnica para cuantificar el contenido de los principales minerales presentes y su distribución final por el proceso de membrana ensayado.

El yogur de soja combina las propiedades nutricionales de la soja con las ventajas para la salud del yogur. Este alimento posee riquezas de nutrientes de la leguminosa como composición protéica, lipídica, así como de vitaminas, minerales y otros componentes esenciales para el organismo. Es especialmente adecuado para personas con intolerancia a la lactosa, que este alimento no posee, por esta razón es más digerible que productos derivados de leche de vaca. La ultrafiltración permite la concentración de proteínas de alta calidad y de grasas de origen vegetal con propiedades antioxidantes. La membrana no retiene oligosacáridos y anti-nutrientes que contiene la soja incluyendo ácido fítico que son eliminados (1).

El equipo empleado para la ultrafiltración es un módulo Millipore compuesto por capas de membranas de polisulfona, (corte de peso molecular, 10 kD). La alimentación se termostatiza a 30°C y es impulsada por una bomba hidráulica. La presión de transmembrana fue de 1,5 bar. Se operó reciclando la corriente de concentrado hasta llegar al valor de sólidos totales requeridos para la producción de yogur (12-14%p/v). El concentrado de soja se fermentó empleando microorganismos convencionales (2). Las determinaciones analíticas se realizaron sobre la alimentación, concentrado y yogur, empleando un espectrómetro de fluorescencia de rayos X (FRX) dispersivo en longitud de onda Philips - PW 1400, equipado con un tubo de rayos X con ánodo de Rh, colimador de alta resolución y cristales analizadores de LiF 200 (para Ca y Fe) y Ge (para P). Se usó el método del agregado patrón el cual permite mantener la matriz de las muestras y realizar las medidas en su estado original (3).

Los resultados mostraron que iones como Ca, Fe y P son concentrados por la membrana a través de asociaciones con las proteínas, conservando el aporte de minerales del producto. Además, se demostró que la herramienta analítica empleada permite una determinación directa sobre las muestras, evitando el pre-tratamiento requerido (mineralización) por otras técnicas convencionales. De esta manera se producen menos pérdidas, menor consumo de reactivos y mayor rapidez, utilizando un método sencillo y de excelente exactitud.

[1] N.S. Krishna Kumar, M.K. Yea, M. Cheryan. *J. Memb. Sci* (2004) 244: 235-242.

[2] A.N. Rinaldoni, M.E. Campderrós, A. Pérez Padilla, E. Perino, J.E. Fernández, LAAR. 39 (2009) 113-118.

[3] J. D'Angelo, E. Strasser, E. Marchevsky and E. Perino. *Chem. Analityczna Warsaw*. 47. (2002).913-924

# CARACTERIZAÇÃO E DETERMINAÇÃO DE Cu, Fe, Zn E Mn EM AMOSTRAS DE VINHO EMPREGANDO EXTRAÇÃO EM FASE SÓLIDA E FAAS

*de Jesus, R.M.<sup>1</sup>; Ferreira, S.L.C.<sup>1\*</sup>; de Andrade, J.B.<sup>1</sup>*

\*e-mail: [slcf@ufba.br](mailto:slcf@ufba.br)

<sup>1</sup> Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Salvador-BA.

O Vinho é uma bebida bastante consumida e que apresenta alto valor comercial e uma grande importância econômica. A determinação de metais em amostras de vinho é de grande importância devido à toxicidade e a biodisponibilidade dos mesmos. Metais podem existir em vinhos como íons livres ou na forma de organocomplexos [1]. No presente trabalho foram avaliados os processos de extração de íons Cu, Zn, Fe e Mn em amostras de vinhos, em fase sólida, utilizando o carvão ativo e resina de troca iônica como sorbentes. As concentrações desses íons foram determinadas empregando a espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS).

Seis amostras de vinhos da região do Vale São Francisco foram avaliadas e nas condições de trabalho os limites de quantificação encontrados foram: Cu 0,01 mg L<sup>-1</sup>, Fe 0,04 mg L<sup>-1</sup>, Zn 0,13 mg L<sup>-1</sup> e Mn 0,02 mg L<sup>-1</sup>. Nas amostras analisadas o teor de cobre variou de 0,05 a 1,12 mg L<sup>-1</sup>, ferro 2,13 a 6,63 mg L<sup>-1</sup> e zinco na faixa de 0,29 a 0,57 mg L<sup>-1</sup>. As concentrações encontradas para estes metais nas soluções residuais do processo de extração foram sempre inferiores aos limites de quantificação da técnica FAAS. Estes resultados nos levam a concluir que, nos vinhos analisados, íons de cobre, ferro e zinco estão na forma de organocomplexos que foram adsorvidos/absorvidos no carvão ativo. O manganês apresenta-se na faixa de 0,93 a 3,02 mg L<sup>-1</sup> e a quantificação deste nas soluções residuais da extração evidenciou resultados na faixa de 0,53 a 2,18 mg L<sup>-1</sup>. Assim, podemos concluir que nas amostras analisadas o manganês apresenta-se predominantemente na forma iônica, como íon livre.

A resina catiônica apresentou alta capacidade de sorção para todos os íons metálicos avaliados, desta forma, podemos concluir que os mesmos apresentam-se predominantemente na forma catiônica.

[1] Benitez P., Castro R., Barroso C. G. *Analytica Chimica Acta*, 458 (2002) 197-202.

**Agradecimentos:** CNPq, CAPES, Fapesb

## DESENVOLVIMENTO DE PROCEDIMENTO PARA DIGESTÃO DE LEITE DE COCO LICURI VISANDO A DETERMINAÇÃO DE METAIS POR ICP-OES

de Jesus, D.S. (PQ)<sup>1,2</sup>; Prates, L.S. (IC); Duarte, F.J.B.(PG)<sup>1,2</sup>

e-mail: [djane@ifba.edu.br](mailto:djane@ifba.edu.br) 55 7121029567

(1) Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia da Bahia – IFBA

(2) Instituto de Química- Universidade Federal da Bahia

Os alimentos de origem vegetal são responsáveis pelo fornecimento de nutrientes indispensáveis para o metabolismo humano: vitaminas, carboidratos, proteínas, minerais, entre outros. Sendo assim, a determinação da composição e análise de alimentos, incluindo os regionais, são fatores significativos como fonte de pesquisas nutricionais, uma vez que os oligoelementos no organismo humano desempenham funções insubstituíveis em numerosos processos vitais. O licuri, de nome científico *Syagrus Coronata* (Martius) é uma palmeira nativa do Brasil, que ocorre no Nordeste do Brasil em regiões de serras e vales. O baixo valor de mercado do fruto licuri, inviabiliza sua comercialização pelo pequeno produtor. O leite de coco é um dos principais ingredientes na preparação de sobremesas, bebidas e molhos. Contudo, do ponto de vista nutricional, o coco licuri usado na alimentação não tem recebido intensos estudos. Esse trabalho visou desenvolver-se um procedimento de digestão para amostras de licuri visando, a determinação de minerais por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES). Um planejamento fatorial de dois níveis com replicatas foi realizando estabelecendo os efeitos de diferentes combinações de volumes de oxidante nomeadamente, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, para estudar a eficiência da digestão das amostras.

Os resultados mostraram baixos valores de carbono residual (0,092%) indicando que a matriz orgânica foi eficientemente destruída. Os melhores resultados foram obtidos com uma mistura contendo 5 mL de HNO<sub>3</sub>, 0,2 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e adição final de cerca de 5 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30%) para digestão das amostras do licuri em bloco digestor a 160°C. Esse método foi aplicado para determinação de Ca, Mg, Fe, Zn, Cu, Mn, Cd e Pb em amêndoas secas, cozidas e conserva do Licuri. O método apresentou bons índices de recuperação de analito (96-106%).

[1] Duarte, F.J.D. Dissertação (Mestrado em Química Analítica), Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Salvador, (2007).

[2] Bezerra, M.A. Dissertação (Mestrado em Química Analítica) (2003).

[3] NOBLICK, L. R. The indigenous palms of the State of Bahia, Brazil. PhD Thesis, University of Illinois, Chicago, 1991.

[4] KRUG, F.J.; Métodos Óticos e Preparo de Amostras. Centro de Energia Nuclear na Agricultura – USP. São Paulo, 1999.

## DETERMINACIÓN DE VITAMINA A EN LECHE EN POLVO

Torres, M. \*; Baldyga, N.; Amuedo V.; Torre, A.

LATU Avda. Italia 6201

[mtorres@latu.org.uy](mailto:mtorres@latu.org.uy) , Tel.:6013724 interno 281

La conferencia sobre nutrición de la FAO/OMS, en Roma, en 1992 ha recomendado e implementado en diversas regiones del mundo un gran número de iniciativas de adición de vitaminas y minerales en alimentos de consumo universal y uniforme por la población.

En algunos casos, la fortificación puede ser el procedimiento más fácil, económico y útil para corregir las deficiencias nutricionales de mayor prevalencia como las de vitamina A, yodo y hierro.

Debido a ello, se valida un método sencillo, sensible, preciso y exacto que permite ayudar a la industria a controlar los procesos de fortificación de vitamina A en leche en polvo.

La vitamina A se extrae con solvente orgánico luego de la saponificación de la muestra y se inyecta en un HPLC-FLD en fase normal [1].

La validación realizada del método incluye estudios de precisión (reproducibilidad y repetibilidad), exactitud, recuperación, límite de detección y de cuantificación, linealidad e incertidumbre.

Entre los datos de la validación se destacan:

- ⇒ Repetibilidad (por triplicado).
- ⇒ Reproducibilidad intermedia: 2,7% (n=3).
- ⇒ Estudios de recuperación a distintos niveles. Para todos los casos las recuperaciones están comprendidas entre 90 - 110%.
- ⇒ Límite de detección: 0,01 ng en columna.
- ⇒ Límite de cuantificación: 0,02 ng en columna.
- ⇒ Linealidad: 0,02 - 95 ng,  $r = 0,9999$ .

Los resultados fueron evaluados según criterios AOACint (SLV Single Laboratory Validation Guidelines) estando todos dentro de los criterios de aceptación.

[1] CEN/TC 275. Determination of vitamin A by HPLC- Part 1: Measurement of all- trans- retinol and 13- cis- retinol.

## ESTUDIO DE PROCESOS DE ADSORCIÓN DE COMPUESTOS ANTOCIÁNICOS SOBRE COADYUVANTES DE FILTRACIÓN

Gil, G.<sup>(1)</sup>; Sergio M.<sup>(2)</sup>; González-Neves, G.<sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> Instituto Nacional de Vitivinicultura. Dr. Pouey 463. Las Piedras. Uruguay.

Tel.: 3646986 / 7 / 8. E-mail: [laboratorio@inavi.com.uy](mailto:laboratorio@inavi.com.uy)

<sup>(2)</sup> Facultad de Química. UDELAR. Avda. Gral. Flores 2124. Montevideo. Uruguay.

Se estudió la interacción de una solución de antocianos, obtenida a partir de uva de *Vitis vinifera* cv. Tannat, con tres coadyuvantes de filtración: celulosa y dos tierras de diatomeas (natural y calcinada). Estos sólidos fueron caracterizados y se determinaron las curvas de contacto e isothermas de adsorción en solución. El equilibrio de adsorción se alcanzó en los primeros minutos de contacto. La isoterma de adsorción sobre celulosa fue Tipo S y sobre tierra de diatomeas natural Tipo L (Langmuir). La celulosa retuvo el 35% de los antocianos totales, a pesar de su escasa área específica (1,1 m<sup>2</sup>/g) y volumen de microporos, lo que sugiere que la retención se da principalmente en el espacio interfibrilar. La retención sobre tierras de diatomeas fue del 3% en la calcinada y del 80% en la natural. Esta adsorción se corresponde con valores de superficie específica de 5,2 y 58,3 m<sup>2</sup>/g, respectivamente. La adsorción sobre los tres sólidos fue selectiva respecto a las moléculas de antocianos. En tanto el contacto con celulosa y tierra de diatomeas calcinada no modificó el perfil antociánico característico del sustrato, con tierra de diatomeas natural se verificó una modificación significativa, con adsorción total de los cumaratos. Se concluye que además de la disponibilidad en solución, influyen en la adsorción parámetros como funcionalidad química, tamaño molecular, polaridad y estereoquímica de la molécula de adsorbible, siendo posible establecer una relación adsorción-estructura. La adsorción selectiva de antocianos verificada justifica el estudio de estos fenómenos en relación a la filtración de vinos, jugos y otras bebidas.

## INTOXICACIÓN MASIVA PRODUCIDA POR AFLATOXINAS B1 EN ALIMENTOS DE USO ANIMAL

*Rivas, K.; Uzcateguí, N.; Pérez, L.; Di Bernardo, M.\*; Hernández, C.; Yáñez, C.; Rojas, L.; Usubillaga, A.; Morales, Y.; García, M.Y.; Hernández, Y.; Rengifo, C.; Ríos, N.*

CICPC (Cuerpo de Investigaciones Científicas, Penales y Criminalística). Bello Monte-Dirección de Toxicología Forense. Dto Capital-Venezuela.

E-mail [karibayrivas@yahoo.com](mailto:karibayrivas@yahoo.com). Telef. (+58-4142636778)

\*GITAEF. Grupo de Investigación en Toxicología Analítica y Estudios Farmacológicos. Facultad de Farmacia y Bioanálisis. Universidad de Los Andes. Mérida-Venezuela. e-mail [girard@ula.ve](mailto:girard@ula.ve), Telef. (58-274-2403489)

En el presente estudio se analizaron por CCF y HPLC-MS, muestras de vísceras (hígado y riñón) procedentes de 7 venados que fallecieron súbitamente, sin patología clínica aparente. Igual 3 muestras de alimentos comerciales de uso veterinario. Los resultados de la autopsia hicieron sospechar la presencia de una micotoxina, tipo aflatoxina, las cuales constituyen sin lugar a dudas causa de muerte por su marcado efecto hepatotóxico con consiguiente hemorragia y edema.

Los resultados analíticos obtenidos tanto por CCF y HPLC evidenciaron la presencia de aflatoxina B1 tanto en los alimentos concentrados como en el hígado. En riñón no se encontró, explicando su ausencia por ser el mismo órgano no diana de la micotoxina. En los alimentos concentrados se encontraron niveles entre 15-20 ppm, en el hígado 10-15 ppm. Por reportes de la literatura concentraciones de 10 ppm son letales a este tipo de mamíferos rumiantes(1,2).

La ocasión es propicia para alertar a la comunidad y a la industria agropecuaria sobre la necesidad imperiosa de mantener los insumos sensibles a la AF en óptimas condiciones de temperatura y humedad hasta que sea ingerido por la población para evitar enfermedades y patologías prevenibles.

[1] Mazzani C, Borges O, Luzón O, Barrientos V, Quijada P Fitopatol. Venez. 12 (1999). 9-13.

[2] Barrios-Cisneros H. Bases científicas para la medicina del futuro. Universidad de los Andes. Mérida, Venezuela. 2005

***AMBIENTE***

## ASPECTOS PRÁCTICOS DE LA VALIDACIÓN E INCERTIDUMBRE EN MEDIDAS QUÍMICAS

*Crubellati, R.<sup>1</sup>; Simone, P.<sup>2</sup>*

1.- RILCA - SEGEMAR. Parque Tecnológico Miguelete, San Martín, Argentina [ricardo.crubellati@segemar.gov.ar](mailto:ricardo.crubellati@segemar.gov.ar). Tel: (54-11)4754 4070

2.- RILCA – DINAMA. Rincón 575 EP. Montevideo -Uruguay [patricia.simone@dinama.gub.uy](mailto:patricia.simone@dinama.gub.uy) Tel: (598-2) 915.14.80

La Red Iberoamericana de Laboratorios de Calidad de Aguas (RILCA), perteneciente al Programa CYTED, inició sus actividades en el año 2005. Su objetivo primordial es el de fortalecer las capacidades analíticas de los laboratorios integrantes, para lo cual ha desarrollado diferentes acciones que involucraron a todos los países intervinientes.

La Guía que se presenta aborda la temática relativa a la validación y cálculo de incertidumbre de las mediciones, presentando pautas tendientes a la homogeneización de las metodologías de cálculo, y es el producto de discusiones y acuerdos entre los laboratorios participantes de la Red. En la práctica, que un método analítico sea adecuado para un determinado propósito se determina mediante estudios de validación, y éstos proporcionan información sobre el procedimiento completo y sobre la influencia de factores individuales, de tal forma que pueden ser aplicados además a la estimación de la incertidumbre asociada con los resultados de los métodos en uso.

Se presenta la metodología que ha sido consensuada en el marco de la Red Iberoamericana de Laboratorios de Calidad de Aguas, en cuanto a las características a evaluar para la validación de un método analítico. Se presentan casos de cálculo de límites de detección para la determinación volumétrica de cloruro y para la determinación de plomo y otros metales mediante técnicas espectroscópicas, así como la metodología de estimación del límite de detección para métodos cuantitativos microbiológicos.

En el tema de cálculo de incertidumbres, se presenta el procedimiento más habitualmente utilizado, y se desarrollan en detalle las metodologías basadas en calcular la incertidumbre utilizando la información obtenida en el proceso de validación del método analítico.

R. Crubellati (et al.), Aspectos prácticos de la validación e incertidumbre en medidas químicas, 1ª ed., Ciencia y Tecnología para el Desarrollo - CYTED, Buenos Aires, 2009.

## DETERMINAÇÃO SIMULTÂNEA DE METAIS EM ÁGUA POTÁVEL E DE MANANCIAL POR ICP-OES APÓS OTIMIZAÇÃO MULTIVARIADA

*Pereira, L.A.\*<sup>1</sup> (PG); Castro, M.C.R.<sup>2</sup> (PG); Barbosa, L.S.<sup>2</sup> (TM); Neto, W.B.<sup>3</sup> (PQ); Windmüller, C.C.<sup>1</sup> (PQ); da Silva, J.B.B.<sup>1</sup> (PQ)*

1 - UFMG - Universidade Federal de Minas Gerais – Av. Antônio Carlos, 6627 - Pampulha, Belo Horizonte – MG, (31) 34995750, ([almeidap1@ig.com.br](mailto:almeidap1@ig.com.br) – 055319196709); 2 - COPASA - Companhia de Saneamento de Minas Gerais – BR 356, Km 04 Belvedere, Belo Horizonte – MG; 3 - UFU – Universidade Federal de Uberlândia – Campus Santa Mônica – Uberlândia – MG

Utilizou-se AX-ICP-OES (espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado) com amostrador automático na determinação de 20 metais em água, de manancial e potável, após a otimização multivariada das condições de operação. Montou-se um planejamento composto central (CCD) com os fatores: velocidade de introdução da amostra (rpm), pressão do gás de nebulização (kpa) e potência do plasma (kW). Leituras da razão Mg II/Mg I ( $\text{Mg } 2,0 \text{ mg L}^{-1}$ ) foram feitas para cada experimento do CCD. A condição otimizada foi 1,40 kW, 234 kpa e 9 rpm. Curvas de calibração ( $r > 0,99$ ) multielementares (Al, Ag, B, Ba, Be, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mn, Mg, Na, Ni, Pb, V, Zn) foram construídas em água Milli-Q, potável e de manancial para avaliação do efeito de matriz (Ba/potável e Na/manancial). Estudos de recuperação com as amostras artificialmente contaminadas em 3 níveis de concentração dentro da faixa de calibração e SRM (NIST 1643e) ficaram entre 80 e 120 %. As faixas de calibração para cada analito compreendem valores que comportam as concentrações máximas permitidas de acordo com as legislações brasileiras (1,2 e 3). Os valores de LQ foram adequados para os objetivos propostos, com exceção para Be e Pb ( $0,009$  e  $0,015 \text{ mg L}^{-1}$ ) que apresentaram resultados maiores que os valores máximos permitidos pela legislação (3) ( $0,004$  e  $0,010 \text{ mg L}^{-1}$ )

[1] BRASIL. Conselho Nacional do Meio Ambiente; Resolução CONAMA n°. 357, de 17 de março de 2005, Brasília, 2005.

[2] BRASIL. Ministério da Saúde; Portaria MS n°. 518, de 25 de março de 2004, Brasília, 2004.

[3] BRASIL. Conselho Nacional do Meio Ambiente; Resolução CONAMA n°. 396, de 08 de abril de 2008, Brasília, 2008.

# DETERMINACIÓN DE COMPUESTOS TOXICOS PRESENTES EN EL HUMO DE ESPIRALES PARA MOSQUITOS. DETERMINACIÓN DE MATERIAL PARTICULADO MP Y PHAS EN ESPIRALES

*Rufener, C.; Geisenblosen, C.; Umpiérrez, E.*

Laboratorio de Análisis Orgánico-Polo Tecnológico de Pando, Facultad de Química. Avenida Aparicio Saravia S/N, Pando, CC1157, Canelones, Uruguay Tel/Fax 598-2-2922021 int 117

[crufen@gmail.com](mailto:crufen@gmail.com)

## Introducción

Existe a nivel mundial una gran preocupación sobre la incidencia en la salud de la inhalación de humo. Por otra parte es una práctica común en los países tropicales y sub-tropicales utilizar espirales para espantar los mosquitos y así prevenir enfermedades como la Malaria, fiebre amarilla, virus del Nilo y el dengue. El calentamiento climático esta haciendo que los mosquitos transmisores de estas enfermedades amplíen su área acción con lo cual el uso de espirales está en aumento en estas regiones.

## Objetivo

Este trabajo realizó un relevamiento sobre espirales que se comercializan en Uruguay (Raid, Mas, Júpiter, Jimo y Tabard) a los cuales se les determinó MP seco y PHAs.

## Metodología

Los espirales fueron encendidos en cámaras de humo con control de temperatura  $22^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  y humedad ambiente  $60\%\pm 5\%$ , sin un régimen de ventilación para ver la totalidad de material liberado durante su encendido. Para la determinación de MP se usaron filtros cambridge y para la determinación analítica de PHAs se utilizaron Cromatógrafos de Gases acoplados a Espectrómetros de Masas. Se cuantificaron individualmente 16 PHAs, incluido el Benzo[a]pireno por GC/MS y GC/MS/MS.

## Resultados

El contenido de MP seco y PHAs de las distintas marcas analizadas varió de 0.6g a 1,1g de MP por espiral y el de PHAs totales de  $111\mu\text{g}$  a  $294\mu\text{g}$  por espiral, siendo los los hidrocarburos poliaromáticos predominantes el antraceno, acenaftileno, floureno y fluoranteno.

## Agradecimiento

A la firma CITMPSA por habernos autorizado a usar su GC/MS/MS Varian 3900/ Saturn 2100T para este trabajo.

## EMPLEO DE AMPEROMETRÍA PARA LA DETERMINACIÓN DE LA RELACIÓN GSH/GSSG COMO BIOMARCADOR DE ESTRÉS OXIDATIVO EN BIOTA EXPUESTA A CONTAMINANTES AMBIENTALES

Pfaffen, V.<sup>\*1</sup>; Ortiz, P.<sup>1</sup>; Wunderlin, D.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>INFIQC, Departamento de Físicoquímica. <sup>2</sup>CIBICI, Departamento de Bioquímica Clínica, Facultad de Ciencias Químicas, UNC. Ciudad Universitaria, 5000 Córdoba, Argentina. [mpfaffen@mail.fcq.unc.edu.ar](mailto:mpfaffen@mail.fcq.unc.edu.ar)

La mayoría de los radicales libres producidos *in vivo* son oxidantes. Las defensas antioxidantes existentes son suficientes para prevenir un daño sustancial a los tejidos. Sin embargo, una sobreproducción de radicales libres inducidas por un tóxico, o una caída en el nivel de las defensas antioxidantes conducirá a un desbalance, conocido como estrés oxidativo.

El organismo que brinda información del hábitat en que se encuentra se denomina bioindicador [1]. Existen parámetros indicadores de estrés oxidativo como biomarcadores de contaminación. La formación de especies reactivas de oxígeno es un proceso que, en la mayoría de los casos, se deduce de la medición de sus efectos, como los desbalances que se producen en los sistemas antioxidantes naturales, por ejemplo en las variaciones en la relación de glutatión reducido y oxidado (GSH/GSSG).

En este trabajo se propone la determinación de la relación GSH/GSSG mediante amperometría. El GSH se cuantifica por oxidación directa a 0,7 V sobre carbono grafito, mientras que con un electrodo compuesto de micropartículas de cobre dispersos en carbono grafito a 0,4 V se determinan tanto GSH como GSSG. Se analizó el comportamiento del sistema en diferentes medios y valores de pH. Bajo las condiciones óptimas los sensores mostraron una dependencia lineal para ambos analitos lo que permitió establecer los límites de detección y cuantificación para la técnica propuesta en  $5 \times 10^{-6}$  M y  $1,6 \times 10^{-5}$  M respectivamente.

[1] C.A.M Van Gastel, T.C Van Brummelen, *Ecotoxicology* (1994), 5: 217-225.

# ESPECIAÇÃO DE ARSÊNIO INORGÂNICO EM FERTILIZANTE A BASE DE SUPERFOSFATO, ROCHAS FOSFATADA E EM SEDIMENTOS MARINHOS EMPREGANDO AMOSTRAGEM DE SUSPENSÃO E HG FAAS

Macedo, S.M.<sup>1</sup>(PG); de Jesus, R.M.<sup>1,2</sup>(PG); Hatje, V.<sup>1</sup>(PQ); Ferreira, S.L.C.<sup>1</sup>(PQ)

\*[slcf@ufba.br](mailto:slcf@ufba.br). Tel: (71)88456739

1 Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Salvador-BA.

2 Universidade Estadual de Santa Cruz, DCET, Ilhéus-BA.

A concentração total de um elemento é uma informação limitada, especialmente sobre seu comportamento no meio ambiente e nos danos que podem causar a saúde. No Brasil, limites permitidos de contaminantes em fertilizante são estabelecidos pelo Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento (MAPA) mediante a Instrução Normativa 27/2006. O arsênio apresenta-se na forma inorgânica como As (III) e As (V). A espécie trivalente é reconhecidamente a mais tóxica. No presente trabalho, é proposto um procedimento analítico visando especificação inorgânica de arsênio em fertilizantes a base de superfosfato, rocha fosfatada e sedimentos marinhos empregando amostragem de suspensão e HG FAAS. A suspensão é uma boa alternativa, considerando sua vantagem principal que é a eliminação de algumas etapas do pré-tratamento de amostra que reduz o risco de perdas de analito e contaminação.

As condições experimentais foram estabelecidas mediante uso de técnicas de otimização multivariada. Os fatores otimizados foram: concentração de HCl, concentração e fluxo do tetrahidroborato. As amostras são previamente submetidas à extração em meio ácido clorídrico 6 mol L<sup>-1</sup> e levadas a um banho de ultra-som por 30 minutos. A determinação de As total é obtida mediante etapa de redução da espécie As (V) a As (III) utilizando KI e ácido ascórbico e a determinação de As (III) pela adição de ácido cítrico/citrato de sódio, que mascara a espécie As (V). Desta forma a concentração de As(V) é encontrada pela diferença entre As total e As (III) na amostra. Nas condições experimentais estabelecidas, este método permite a determinação de As total com LD e LQ iguais a 0,01 e 0,03 mg kg<sup>-1</sup>, respectivamente. A precisão expressa como desvio padrão relativo (RSD%) foi menor que 8%. A exatidão do método foi avaliada mediante testes de adição e recuperação, pela determinação de As total na amostra após digestão ácida em bloco de aquecimento e a determinação em dois materiais de referência certificado de sedimento marinho MESS-2 e MESS-3.

**Agradecimentos** [CNPq, CAPES, Fapesb]

## MÉTODO AUTOMATIZADO PARA LA DETERMINACIÓN DE ÁCIDOS HÚMICOS EN MUESTRAS DE AGUA NATURAL

Palomeque, M.E.<sup>a</sup>; Ortiz, P.I.<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Centro de Investigaciones en Ciencias de la Tierra (CICTERRA/CIGeS), (CONICET) / Universidad Nacional de Córdoba. Av. Vélez Sarsfield 1611, Córdoba. Argentina. [mirpalom@efn.uncor.edu](mailto:mirpalom@efn.uncor.edu)

<sup>b</sup> INFIQC, Departamento de Físico Química, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Nacional de Córdoba, Córdoba, Argentina [portiz@fcq.unc.edu.ar](mailto:portiz@fcq.unc.edu.ar)

Los ácidos Húmicos (AH) representan entre el 40 y el 60% de la materia orgánica disuelta en las aguas naturales (1). Estos son compuestos de alto peso molecular que poseen grupos funcionales con gran capacidad de formar complejos altamente estables con iones metálicos y/o compuestos orgánicos iónicos. Es por ello que los AH pueden tener un efecto considerable sobre la concentración total y libre de diferentes especies presentes en aguas superficiales y subterráneas. Fundamentalmente, modifican la biodisponibilidad, movilidad y transporte de muchas especies contaminantes del medioambiente.

Se han propuesto varios métodos para la determinación de sustancias húmicas, sin embargo estos presentan ciertas desventajas como alto costo, instrumental complejo y/o importantes interferencias.

En este trabajo se presenta un método automatizado con detección espectrométrica, para la determinación de AH en muestras de agua natural, que se basa en la disminución de absorbancia a 630nm cuando interacciona el colorante azul de toluidina (AT) con sustancias húmicas solubles, trabajando a pH =7 (sistema químico utilizado por Guo-Ping Sheng et. al. (2007) (2)). La automatización se logra utilizando la metodología de análisis por inyección en flujo (FIA). Se llevó a cabo la optimización de parámetros FIA y parámetros químicos y se estudió la influencia de diferentes especies iónicas. La curva de calibrado es lineal hasta 35 mg l<sup>-1</sup> [ $\Delta A = 0,0139 (\pm 0,00017) C_{AH} + 0,0071 (\pm 0,0021)$ ] ( $R^2 = 0,9978$ ) con un límite de detección de 0,4 mg l<sup>-1</sup>. El método propuesto es simple, fácil de implementar y de bajo costo, presenta buena reproducibilidad (RSD%=4,5 ; obtenido a partir de la pendiente de 7 curvas de calibrado realizadas con soluciones preparadas en el día, diferentes días) y velocidad de muestreo apropiada para uso en laboratorios de rutina. Se validó haciendo uso de agregados conocidos sobre muestras reales obteniéndose porcentajes entre 97 y 104%.

[1] S. McDonald, A.G. Bishop, P.D. Prenzler, K. Robards, Anal. Chim. Acta 527 (2004) 105.

[2] Guo-Ping Sheng, Meng-Lin Zhang, Han-Qing Yu, Anal. Chim. Acta 592 (2007) 162–167

## DETERMINACIÓN DE MERCURIO EN ORINA Y PELO DE MINEROS ARTESANALES DEL ESTADO BOLÍVAR-VENEZUELA

*Di Bernardo, M.L.; García, M.Y.; Morales, Y.; Rivas, K.; Morales, A.; Rondón, C.; Rodríguez, L.; Rincón, J.; Luna, J.R.; Mejías, R.*

**GITAEF**, Grupo de Investigación en Toxicología Analítica y Estudios Farmacológicos. Facultad de Farmacia y Bioanálisis. Universidad de Los Andes. Mérida-Venezuela. e-mail [girard@ula.ve](mailto:girard@ula.ve). Teléf. (+58)(+416)7751930.

El presente trabajo muestra la magnitud de la contaminación por mercurio en una población de mineros artesanales de la Zona Sur, del Estado Bolívar en Venezuela. El estudio se llevó a cabo en 32 trabajadores de ambos géneros expuestos a Hg elemental, con edades promedios de  $36 \pm 14$  años. Igualmente se precisó de 20 individuos no expuestos laboralmente, que denominamos grupo Control. Ambos grupos les fue determinado en orina y pelo Hg y se estudiaron las correlaciones existentes entre ambas matrices. La determinación de Hg se realizó en un equipo de absorción atómica acoplado a un generador de hidruro con vapor frío. La digestión de las muestras se realizó en un horno convencional de microondas (1,2).

Las muestras de orina y pelo analizadas de controles y expuestos mostraron valores de  $5,98 \pm 0,82 \mu\text{gL}^{-1}$ , y  $2,93 \pm 0,46 \mu\text{g}^{-1}$  y de  $95,38 \pm 1,66 \mu\text{gL}^{-1}$ , y  $15,43 \pm 1,66 \mu\text{g}^{-1}$ , respectivamente. La matriz de correlación de *Pearson*, evidenció que el 98% de los resultados obtenidos son directamente proporcionales, con un  $p=0,12$ . Es decir la cantidad hallada es proporcional a la que ha sido incorporada en el organismo.

Los resultados obtenidos, nos permiten concluir con un 95% de confianza que ambas matrices se correlacionan siendo ambas indicativas de contaminación o exposición.

[1]Álvarez Alejandra, Arias Yenddiht, José Rafael Luna, María Luisa Di Bernardo, María Ysabel García, Carlos Yáñez, Richart Mejías, Carlos Rondón. RETEL. 15. (2008).35-48.

[2]García MY; Di Bernardo ML; Vit P, Rondón C; González I; Saavedra AR; Zago K.; Uzcateguí; NA. RETEL 13. (2007). 11-18

***APLICACIONES A LA  
INDUSTRIA***

## COMPARACIÓN DE METODOLOGÍAS ANALÍTICAS PARA LA DETERMINACIÓN DE $\alpha$ -AMILASA EN CEBADA MALTEADA

*Estrella, L.<sup>1</sup>; Gómez, B.<sup>1</sup>; Lanaro, V.<sup>1</sup>; Suburú, G.<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>LATU. Av. Italia 6201. Montevideo. Uruguay. Teléfono: 601.37.24 int 311. E-mail: [lestre@latu.org.uy](mailto:lestre@latu.org.uy)

La determinación de  $\alpha$ -amilasa es de gran interés en la industria de la cebada cervecera, ya que esta enzima es responsable de la conversión de almidón en azúcares reductores que son utilizados como sustrato de las levaduras en la etapa de fermentación, siendo de esta forma un indicador del potencial cervecero que presenta la variedad. El objetivo del trabajo fue el desarrollo de una metodología alternativa para la determinación de  $\alpha$ -amilasa en malta. Los métodos de referencia planteados por las normas EBC (1) y ASBC (2) insumen mucho tiempo operativo del analista y requieren de 25 gramos de muestra, por lo que no es factible realizarlos en muestras que se encuentran en etapas tempranas de los programas de mejoramiento genético. En primera instancia se realizaron determinaciones sobre muestras de interlaboratorio por los métodos de referencia anteriormente mencionados que realizan una comparación colorimétrica determinando el tiempo de reacción y por el método alternativo de la norma ASBC (3) que determina el % de transmitancia a un tiempo fijo, el cual permite una operativa más sencilla. Luego se determinó el contenido de  $\alpha$ -amilasa por ambos métodos utilizando distintos tamaños de muestra. Ambas experiencias arrojaron buenas correlaciones incluso utilizando un tamaño de muestra de 0,5 gramos. Se compararon las medias de los valores de  $\alpha$ -amilasa obtenidos por los dos métodos y los obtenidos utilizando muestras de distintos tamaños aplicando la prueba de Student obteniéndose un  $t < t$  crítico ( $P=0,95$ ) pudiéndose afirmar que las diferencias no son significativas ni entre métodos, ni entre las cantidades de muestra utilizadas. Se concluye que la determinación de  $\alpha$ -amilasa para el rango de valores considerados en este estudio puede realizarse utilizando el método de tiempo fijo con el consiguiente ahorro de tiempo operativo analítico y con una reducción del tamaño de muestra del 98 %.

Norma:

[1] Analytica EBC, Method 4.13, " $\alpha$ - Amylase content of Malt (IM)"

[2] ASBC, Method Malt-7.A, "Fixed color and variable time method"

[3] ASBC, Method Malt-7.B, "Fixed time and variable color method"

## TÉCNICAS ANALÍTICAS PARA LA DETERMINACIÓN DE ACEITE DE SALVADO DE ARROZ EN URUGUAY

*Dotta, G.; Billiris, A.; Suburú, G.*

Laboratorio Tecnológico del Uruguay (LATU). Avda Italia 6201. Montevideo Uruguay

Teléfono: 6013724/ int 1303

e-mail : [gdotta@latu.org.uy](mailto:gdotta@latu.org.uy)

El salvado de arroz, es un subproducto que se obtiene durante el proceso de producción de arroz blanco en la industria arrocera.

Tradicionalmente utilizado para la alimentación animal, es desde hace más de una década, en Uruguay, utilizado como materia prima para la obtención de aceite. El precio de esta materia prima está relacionado directamente con su contenido de aceite y de allí la importancia de contar con una técnica analítica de referencia para su determinación.

El objetivo de este trabajo es mostrar la forma en que se llega a establecer esta técnica de referencia. Realizar una validación con respecto a la misma usando equipo de extracción Soxtec (Tecator) y luego comparar los valores de contenido de aceite obtenidos por ambos métodos, utilizando como solventes n-Hexano y Éter de Petróleo.

La técnica que se toma como base para adaptarla a nuestro objeto de estudio es una técnica oficial de la AOCS [1] y como equipo el extractor denominado Twisselman.

Como resultado se llega a que la técnica de referencia desarrollada implica un tiempo óptimo de extracción en Twisselman de dos horas y una extracción en equipo Soxtec de una hora con muestra sumergida y una hora con muestra en enjuague. En cuanto a la validación de la extracción con Soxtec, el análisis estadístico indica que de acuerdo a la incertidumbre estimada para el ensayo no existe una diferencia significativa entre los resultados obtenidos por ambos métodos de extracción.

El análisis estadístico indica que existe, una diferencia significativa entre los resultados obtenidos por ambos métodos usando como solventes n-Hexano y Éter de Petróleo. El contenido de aceite obtenido utilizando Éter de Petróleo es levemente inferior al encontrado utilizando como solvente n-Hexano.

[1] American Oil Chemists' Society (AOAC). Official Method Ai 3-75, revised 1999 y Official Method Aa 4-38, revised 2001.

# ***AUTOMATIZACIÓN***

## DESARROLLO DEL MÉTODO ANÁLISIS POR INYECCIÓN EN FLUJO PARA LA DETERMINACIÓN DE FÓSFORO TOTAL EN SEDIMENTOS

Míguez, D.\*; Martínez, M.J.

Laboratorio Tecnológico del Uruguay, Avenida Italia 6201, C.P. 11500, teléfono 598-6013724 int. 1318, [dmiguez@latu.org.uy](mailto:dmiguez@latu.org.uy)

Se desarrolló un método de cuantificación de fósforo total en sedimentos mediante la aplicación de un procedimiento de medida colorimétrica automática con equipo de inyección en flujo (FIA) (Lachat QuikChem 8500). Las muestras se mineralizaron por vía húmeda por medio del procedimiento de digestión manual utilizando ácido sulfúrico y nitrato de sodio, basado en AOAC 2.016 método d) [1]. Para validarlo, se analizó un total de 30 muestras de sedimento de ríos y de embalses, comparando los resultados con los del método clásico manual, que parte de la misma digestión pero que utiliza el método basado en la norma ISO 6878 [2] para la dosificación colorimétrica del azul de molibdeno con ácido ascórbico como agente reductor. El proceso de digestión convierte el fósforo en ortofosfato pero el método FIA somete a la muestra a una digestión adicional aparte de la sulfonítrica inicial, ya que la solución de la muestra es tratada dentro del sistema de medida por ácido sulfúrico, luz UV, hidróxido de sodio y persulfato de potasio para luego producir el complejo colorimétrico azul por reacción con los reactivos de color y medida de la absorbancia a 880 nm. La performance de ambos métodos fue comparada aplicando tests estadísticos de comparación de varianzas. Se pudo concluir que ambos métodos no difieren estadísticamente y que existe buena correlación en el rango de fósforo total desde 10 hasta 100 mg/kg. Se obtuvo un coeficiente correlación  $r^2 = 0,974$  para el gráfico método manual/FIA vs clásico manual. El tiempo insumido en la determinación por digestión manual/FIA representa una disminución de 30-50 % con respecto al método clásico manual y se utilizan cantidades menores de reactivos, por lo que lo hace una buena opción para laboratorios de alta productividad.

[1] Association of Official Analytical Chemists, 10<sup>th</sup> ed., chapter 2, page 10

[2] International Standardization Organization, ISO 6878:2004 (E) standard. Water Quality. Determination of Phosphorus- Ammonium molidbate spectrometric method.

## DETERMINACIÓN DE GLUCOSA EN MIEL MEDIANTE ANÁLISIS POR INYECCIÓN SECUENCIAL (SIA)

*Sixto, A.; Knochen, M.*

Universidad de la República. Facultad de Química. Cátedra de Química Analítica. Av. Gral. Flores 2124. 11800 Montevideo, Uruguay

[alesixto@fq.edu.uy](mailto:alesixto@fq.edu.uy) Tel. 9241808

El contenido de glucosa de la miel afecta algunas propiedades físicas de la misma y es importante desde el punto de vista nutricional. Los métodos oficiales para su determinación aíslan el analito de la matriz empleando HPLC o cromatografía en columna<sup>1</sup>. Alternativamente, el empleo de enzimas como glucosa oxidasa permite lograr la selectividad deseada sin separación previa. Debido a su costo, para minimizar su consumo se suele reutilizar la enzima inmovilizándola en un reactor<sup>2</sup>, pero la inmovilización consume tiempo y usualmente la actividad de la enzima inmovilizada decrece con el tiempo ya sea por pérdidas o inactivación de la misma por componentes de la matriz. Se propone un sistema para la determinación de glucosa en miel empleando glucosa oxidasa en solución, con muy bajo consumo del reactivo enzimático.

La técnica seleccionada para el diseño del sistema fue el Análisis por Inyección Secuencial (SIA)<sup>3</sup>, que se caracteriza por un bajo consumo de reactivos.

El sistema SIA consistió en una bomba de jeringa (Cavro XP-3000), una válvula selectora de 10 puertos (Valco) y un *holding coil* termostatzado. El control del sistema se logró mediante un programa compilado en VisualBASIC y la detección se realizó mediante un espectrofotómetro (505 nm) con celda de flujo. Se empleó un reactivo enzimático comercial para determinación de glicemia (Wiener).

La curva de calibración resultó lineal en un rango de 0.06 a 0.80 gL<sup>-1</sup> (R<sup>2</sup>= 0.9996). La frecuencia de muestreo fue de 47 muestras hora<sup>-1</sup>, la precisión (s<sub>r</sub>(%), n=10) fue 1.25% y el límite de detección 1.81% (m/m). La veracidad (*trueness*) se evaluó midiendo muestras reales por el método propuesto y por los métodos oficiales. Los resultados no mostraron diferencias significativas. El consumo de reactivo fue de 250 µL por determinación.

El método propuesto ofrece una alternativa sencilla y rápida para la determinación de glucosa en miel.

[1] P. Cunnif (Ed) Official Methods of Analysis of AOAC International, AOAC Method 954.11, vol II. Cap. 44. AOAC International, Maryland, USA, 1995.

[2] A. Sixto, M. Knochen, Talanta 77 (2009) 1534 – 1538.

[3] J. Ruzicka, G.D. Marshall, Anal. Chim. Acta 237 (1990) 329 – 343.

## DETERMINACIÓN DE SELENIO TOTAL EN MUESTRAS DE LECHE VACUNA DE URUGUAY MEDIANTE UN SISTEMA AUTOMATIZADO

*Pistón, M.; Silva, J.; Pérez, R.; Dol, I.; Knochen, M.*

Universidad de la República. Facultad de Química. DEC - Cátedra de Química Analítica. Tel: +598 2 9241808. Av. Gral. Flores 2124. 11800 Montevideo, Uruguay.

e-mail: [mpiston@fq.edu.uy](mailto:mpiston@fq.edu.uy)

El selenio es un elemento esencial desde el punto de vista nutricional. Su cuantificación en alimentos es importante debido al estrecho margen entre la dosis necesaria para no presentar síntomas por deficiencia y la mínima para observar síntomas por intoxicación<sup>[1]</sup>.

No se han encontrado datos publicados en nuestro país sobre la concentración de selenio en leche uruguaya.

Se propone un método automatizado para la determinación de selenio en leche fluida, leche en polvo y fórmulas infantiles. Se emplea un sistema en flujo multiconmutado<sup>[2]</sup> con detección mediante espectrometría de absorción atómica con generación de hidruros (HG-AAS). El sistema emplea una bomba peristáltica y dos válvulas solenoide controladas desde un computador personal que realiza también la adquisición y procesamiento de los datos. Se usó un espectrómetro de AA PerkinElmer 5000 con llama aire-acetileno y lámpara Photron Superlamp®. Se midió a 196.0 nm.

Los límites de detección fueron 3.2  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  para leche en polvo y 0.8  $\mu\text{g.L}^{-1}$  para leche fluida. La precisión (s,%, n=5) fue <4%. El rango lineal se verificó hasta 27  $\mu\text{g.L}^{-1}$ . La frecuencia de muestreo fue 160 muestras hora<sup>-1</sup>.

Para evaluar la veracidad para leche en polvo y fórmulas infantiles, se utilizó material de referencia certificado. Los resultados obtenidos por el método en flujo no difieren significativamente del valor certificado. Para leche fluida se realizaron adiciones estándar obteniéndose una recuperación media de 95.8%.

Los valores obtenidos estuvieron en el rango de 11.5 – 34.1  $\mu\text{g.L}^{-1}$  para leche fluida (10 muestras comerciales y de tambo), 31 – 130  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  para leche en polvo (17 muestras) y 42-138  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  (6 muestras comerciales).

Los datos obtenidos son una primera aproximación para conocer más sobre la composición del producto y completar las tablas nutricionales de nuestro país.

El método propuesto resultó exacto y rápido para la aplicación propuesta y presenta las ventajas de un sistema automatizado.

1.- F. Antonio de Azevedo, A. A. da Matta Chasin, (Eds), Metais. Gerenciamento da Toxicidade, Atheneu, Sao Paulo, 2003.

2.- M.A. Feres, P.R. Fortes, A.G. Zagatto, J.L.M. Santos, J.L.F.C. Lima, Anal. Chim. Acta, 618 (2008) 1-17.

# ON LINE SIMULTANEOUS PRE-CONCENTRATION PROCEDURE FOR THE DETERMINATION OF CADMIUM AND LEAD IN DRINKING WATER EMPLOYING SEQUENTIAL MULTI-ELEMENT FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY

*dos Santos, W.N.L.<sup>\*1</sup>; Santos, J.V.S.<sup>2</sup>; Araújo, A.S.<sup>3</sup>; Lemos, V.A.<sup>3</sup>; Miró, M.<sup>4</sup>; Ferreira, S.L.C.<sup>2</sup>*

1- Universidade do Estado da Bahia, Rua Silveira Martins, 2555,

Cabula. Salvador-Bahia-Brazil, CEP: 41.195.001. E-mail:[wlopes@uneb.br](mailto:wlopes@uneb.br)

2- Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Campus Universitário de Ondina, Salvador-Bahia-Brazil CEP: 40.170.290

3- Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Departamento de Química e Exatas, Campus de Jequié, Jequié, Bahia, Brazil. CEP: 45.200.190

4- University of the Balearic Islands, Carretera de Valldemossa, Department of Chemistry, Faculty of Sciences, km. 7.5, E-07122-Palma de Mallorca, Illes Balears, Spain.

An on-line pre-concentration system for the sequential determination of cadmium and lead in drinking water by using fast sequential flame atomic absorption spectrometry (FS-FAAS) is presented (Fig 1). Two minicolumns of polyurethane foam loaded with 2-(6-methyl-2-benzothiazolylazo)-orcinol (MeBTAO) were connected in series and used as sorptive preconcentration media for cadmium and lead. The procedure involves the quantitative uptake of both analyte species by on-column chelation with MeBTAO during sample loading followed by sequential elution of the analytes with 1.0 mol L<sup>-1</sup> hydrochloric acid and determination by FS-FAAS. The optimization of the entire analytical procedure was performed using a Box-Behnken multivariate design utilizing the sampling flow rate, sample pH and buffer concentration as experimental variables. The proposed flow-based method featured detection limits (3 $\sigma$ ) of 0.08 and 0.51  $\mu\text{g L}^{-1}$  for cadmium and lead, respectively, precision (RSD) of 1.63% and 3.87% (n=7) for cadmium at the 2.0  $\mu\text{g L}^{-1}$  and 10  $\mu\text{g L}^{-1}$  levels, respectively, and RSD of 6.34% and 3.26% (n=7) for lead at the 5.0  $\mu\text{g L}^{-1}$  and 30  $\mu\text{g L}^{-1}$  levels, respectively. The enrichment factors achieved were 38.6 and 30.0 for cadmium and lead, respectively, using a sample volume of 10 mL. The sampling frequency was 45 samples per hour. The accuracy was confirmed by analysis of a certified reference material, SRM 1643d (Trace elements in natural water). The optimized method was applied to the determination of cadmium and lead in drinking water samples collected in Santo Amaro da Purificação City, Bahia, Brazil. Twelve samples were analyzed and the concentrations found for cadmium and lead varied from 0.34 to 0.91  $\mu\text{g L}^{-1}$  and 2.3 to 6.2  $\mu\text{g L}^{-1}$ .

**Acknowledgements: CNPq, CAPES, FAPESB, Pronex**

## SEGURIDAD DE JUGUETES. AUTOMATIZACION UNA ALIADA DE LA VIGILANCIA NACIONAL

*Huertas, R.; Darré, E.; Domínguez, N.; Pérez, R.; Verger, M.; Viera, S.; Vila, I.; Zugarramurdi, M.*

LATU Departamento Espectrometría Atómica Avda. Italia 6201

[rhuelas@latu.org.uy](mailto:rhuelas@latu.org.uy) Tel. 6013724 EXT 1368

El LATU es uno de los organismos Certificadores designados por el Ministerio de Industria, Energía y Minería para realizar la vigilancia nacional del comercio de juguetes aplicando la Norma Mercosur NM-300 relativa a "Seguridad de los Juguetes", la cual en su Parte 3<sup>1</sup> indica la determinación de 8 metales (antimonio, arsénico, bario, cadmio, cromo, mercurio, plomo y selenio), en cada color y tipo de material del juguete (recubrimientos, polímeros, papel y cartón, textiles, vidrio y cerámica, entre otros), con técnicas que permitan alcanzar límites de detección diez veces menores al valor límite de la norma (en mg/kg): Antimonio 60, Arsénico 25, Bario 250, Cadmio 50, Cromo 25, Mercurio 25, Plomo 90 y Selenio 500.

Ante la necesidad de analizar unos 2000 juguetes anuales (cantidad requerida para nuestro mercado), que representan unas 48.000 determinaciones de los metales antes mencionados, se estudia el uso de dos equipos automatizados: un espectrómetro de emisión óptico y un analizador en flujo de mercurio, utilizando las normas ISO 11885 y 5666 adaptadas respectivamente<sup>2,3</sup>.

Estos equipos permiten determinar todos los metales requeridos en un juguete en menos de 20 minutos y más de 1500 juguetes analizados, muestran que el 3,4% de los juguetes superan el valor límite de plomo, 1,2% el de cromo y menos del 1 % el del resto de los metales.

1- Norma Mercosur NM-300-3:2002- Seguridad de los Juguetes Parte 3- Migración de ciertos elementos

2- Norma ISO 11885:2007- Water quality -- Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES)

3- Norma ISO 5666:1999- Water quality – Determination of mercury

# SÓLIDOS MESOPOROSOS HÍBRIDOS FUNCIONALIZADOS CON N-(2AMINOETIL)-3-AMINOPROPILOS COMO MATERIAL DE SORCIÓN EN SPE-FI-ETAAS: APLICACIÓN A LA VALORACIÓN DE ULTRAVESTIGIOS DE PLATA

Kim, M.L.; Tudino, M.B.\*

Laboratorio de Análisis de trazas, INQUIMAE, FCEN, UBA. Ciudad Universitaria, pabellón II, Tercer piso (C1428EHA).  
E-mail: [tudino@qi.fcen.uba.ar](mailto:tudino@qi.fcen.uba.ar), Tel:+54-11-4576-3360.

La plata es un metal que ha recorrido una larga historia que va desde su uso en placas fotográficas y joyería hasta aplicaciones más recientes en catálisis, electroplatinado, electrónica y medicina [1]. Por otra parte, la necesidad de detección a nivel de vestigios en aguas para evaluar contaminación, o bien en rocas y minerales para evaluar aptitud para la explotación, invita a desarrollar metodologías simples y novedosas para mejorar los límites de detección de plata en estos medios.

Los sólidos mesoporosos híbridos basados en sílica obtenidos por metodología Sol-Gel[2] y síntesis *one pot*, han demostrado ser una excelente opción para su uso como soportes de sistemas de extracción en fase sólida (SPE)[3][4] debido a que presentan gran área superficial, resistencia mecánica y química y fácil funcionalización[5]. Varios trabajos han informado su uso como preconcentradores pero la gran mayoría de ellos se ha limitado a aplicaciones “en batch”[6].

En el presente trabajo se mostrarán y discutirán los resultados obtenidos utilizando sólidos mesoporosos de sílica MCM-41 funcionalizados con N-(2-aminoetil)-3-aminopropilos (sólidos NN) como preconcentradores de plata en aguas naturales. Se ha desarrollado un sistema en flujo con atomización electrotérmica que lleva incorporada una microcolumna empaquetada con el sólido (FI-SPE-ETAAS). La metodología precedente ha revelado excelentes parámetros de calidad entre los que se pueden mencionar un límite de detección (LOD) de  $25 \text{ ng L}^{-1}$ , desvío estándar porcentual (RSD) de 3% ( $n=10$ ,  $0.2 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$ ), vida útil de la microcolumna mayor que 200 ciclos de sorción / desorción.

- [1] I. Bodek, W.J. Lyman, W.F. Reehl, D.H. Rosenblatt, Environmental Inorganic Chemistry, New York, USA: Pergamon Press Inc., 1988.
- [2] C.J. Brinker, G.W. Scherer, Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing, San Diego, CA. : Academic Press Limited. , 1990.
- [3] M. Kim, J. Stripeikis, M. Tudino, Talanta 77 (2009)1068-1074.
- [4] M. Kim, J. Stripeikis, M. Tudino, Spectrochim. Acta B (2009) en prensa.
- [5] J. Seneviratne, J. Cox, Talanta 52 (2000) 801-806.
- [6] K.F. Lam, K.L. Yeung, G. McKay, Langmuir 22 (2006) 9632-9641.

***CALIDAD***

## CALIDAD FISICOQUÍMICA DE AGUAS POTABILIZADAS ENVASADAS

Bono, R. \*; Colasurdo, V.; Díaz, O.

Facultad de Ingeniería. Universidad Nacional del Centro de la Provincia de Bs. As. Avenida Del Valle 5737 – 7400 Olavarría. [vcolasur@fio.unicen.edu.ar](mailto:vcolasur@fio.unicen.edu.ar)

La calidad de las aguas es objeto de constante preocupación no solo desde el punto de vista de la salud pública y calidad de vida sino también de la salud de los ecosistemas acuáticos.

Según el Código Alimentario Argentino (CAA) se entiende por “Agua potabilizada envasada, a un agua de origen subterráneo o proveniente de un abastecimiento público, que se comercializa envasada en botellas, contenedores u otros envases adecuados, provistos de la rotulación reglamentaria y que cumple con las exigencias del CAA”.<sup>[1]</sup>

En este trabajo se determinaron los parámetros fisicoquímicos indicados en las etiquetas de las aguas potabilizadas envasadas, de varias ciudades de la provincia de Buenos Aires y dos de la provincia de Córdoba. Se determinaron además algunos parámetros no indicados en las etiquetas, se compararon los datos obtenidos con la información contenida en la etiqueta y con las exigencias establecidas por el CAA y se clasificaron de acuerdo a su composición iónica<sup>[2]</sup>.

Se analizaron diez muestras de agua y a cada una de las muestras se le realizaron determinaciones del contenido de  $\text{Ca}^{++}$ ,  $\text{Mg}^{++}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{SO}_4^{--}$ ,  $\text{CO}_3^{--}$ ,  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{F}^-$ , DT (dureza total), RS (residuo seco), CE (conductividad a 25°C) y pH, según Métodos Normalizados<sup>[3]</sup>.

El 100 % de las muestras mostró como catión predominante el  $\text{Na}^+$ , mientras que el anión fue el bicarbonato en el 50 % de las mismas,. De las restantes 2 son bicarbonatadas cloruradas, 1 clorurada bicarbonatada, 1 bicarbonatada sulfatada y 1 clorurada sulfatada. Se encontraron diferencias entre los valores informados en las etiquetas de las aguas con los determinados en el laboratorio, pero ningún componente perjudicial para la salud superó los límites establecidos por el CAA.

[1] Código Alimentario Argentino. Ley 18284, Decreto 2126/71 Capítulo XII: Bebidas hídricas, agua y agua gasificada, Art.:982 - 984. Editorial De la Canal, 1999.

[2] E. Custodio, Hidrología Subterránea, 2da Edición., Ediciones Omega, España, 1996.

[3] APHA.,AWWA., WPCF, Métodos Normalizados para el análisis de aguas potables y residuales, 17ª Edición, Ediciones Díaz de Santos S. A., España, 1992.

# INTERCOMPARACIÓN DE DIFERENTES MÉTODOS DE ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN MÉTODOS DE RUTINA DE GRASAS Y ACEITES

*Silva, R.; Dotta, G.; Suburú, G.*

Laboratorio Tecnológico del Uruguay, Av. Italia 6201. Teléfono: 598 2 6013724 int 1303

e-mail: [rsilva@latu.org.uy](mailto:rsilva@latu.org.uy)

Según la Norma ISO 17025 los laboratorios de calibración y ensayo deben aplicar procedimientos para estimar la incertidumbre de sus mediciones. El grado de rigor necesario en una estimación de la medición depende de diferentes factores como: los requisitos del método de ensayo, los del cliente y la existencia de límites estrechos para la declaración de conformidad con especificaciones. A su vez existen y se aceptan diferentes procedimientos para la estimación de la incertidumbre.

El presente trabajo tiene como objetivo estimar e intercomparar la incertidumbre en la determinación de la Acidez Libre (AL), del Índice de Peróxido (IP) y en la Determinación de Materia Insoluble (MI) en aceites y grasas basados en AOCS [1], según dos métodos propuestos en Eurachem CITAC Guide CG4 : (A) evaluando la contribución de cada uno de los parámetros individuales y combinando sus aportes, (B) determinando la incertidumbre a partir de datos de repetibilidad y sesgo obtenido en la participación de ensayos interlaboratorios. Y un método (C) calculando el intervalo de confianza de la determinación según:  $IT=z(\alpha/2)\sigma/\sqrt{n}$ .

En los tres casos la incertidumbre estimada por el método B es mayor, lo que sugiere una sobreestimación por este procedimiento. En IP la incertidumbre obtenida según A y C son muy similares. El gran aporte de la repetibilidad en esta determinación experimental, hace posible el uso de un método sencillo y rápido como el C para este caso. En todos los casos el estudio y conocimiento de los aportes de cada parámetro otorga la posibilidad de una buena decisión en el método a utilizar para la estimación de la incertidumbre.

[1] American Oil Chemists' Society (AOAC). Official Method AOCS Ca5a-40, reapproved 1997, Official Method AOCS Cd8b-90 revised 2003 y Official Method Ca 3a-46 reapproved 1997.

## PLAN DE VALIDACIÓN PARA LA DETERMINACIÓN DE AMONIO EN MUESTRAS DE AGUAS Y EFLUENTES LÍQUIDOS, SEGÚN APHA 4500-NH3 F

Rodó, E.; Barboza, N.\*

Departamento Laboratorio Ambiental (DINAMA)

Emails: [elerod19@gmail.com](mailto:elerod19@gmail.com), [nataliabar@gmail.com](mailto:nataliabar@gmail.com),

Dirección: Rincón 575 entpiso. Teléfono: 9151480

El Objetivo del presente resumen, es difundir las herramientas analíticas utilizadas durante la validación de la metodología para la determinación de amonio, por el método colorimétrico 4500-NH<sub>3</sub>F, (Standard Methods for the examination of water and wastewater, edición 21, 2005) para matrices agua y efluentes industriales líquidos. Debido a que esta metodología pertenece a una bibliografía de referencia internacional, se cuenta con el aval de que ha sido validada internacionalmente. Resta únicamente la validación en el propio laboratorio, teniendo en cuenta los equipos con los que se dispone, el personal con que se cuenta y la infraestructura en general.

La validación de un método analítico es un procedimiento utilizado para confirmar, mediante examen junto al aporte de datos objetivos, que las características de desempeño de una técnica o metodología analítica, cumplen los requisitos para la aplicación deseada. Dicho de otro modo, es establecer la aptitud del método antes de autorizar su uso en el laboratorio.

Para la validación mencionada, se redactó un plan de validación, donde se planificaron las etapas a ser realizadas para la validación propiamente dicha, incluyendo instancias de revisión. Fue utilizado un material de referencia obtenido de un ensayo interlaboratorio, para demostrar la trazabilidad del método.

Los elementos de entrada fueron los siguientes:

- ⇒ Parámetro: amonio
- ⇒ Matriz: Agua y efluentes industriales líquidos
- ⇒ Tiempo de realización: 6 meses
- ⇒ Exactitud, se acepta entre 80 y 120%
- ⇒ Precisión, se acepta un máximo de 10%, expresado como rango normalizado
- ⇒ Limite de detección (valor máximo): 0.02 mgN/L
- ⇒ Linealidad: determinar el rango lineal y rango de trabajo

Luego de las experiencias analíticas, se cierra la validación con un informe de validación, contrastando los resultados obtenidos, con los planificados. En este caso, se cumplieron con las cifras de mérito previstas, dando por cerrada la validación.

Libro:[1] Standard Method for the examination of water and wastewater, 21th edition 2005. 4-114pp.

Guía:[2] Laboratorios Ambientales Directrices para la acreditación. Red de Laboratorios Ambientales del Uruguay (RLAU), 2009. 88pp.

Guía:[3] EURACHEM Guide. The fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. 1998. 12-26pp

# PREPARACIÓN Y ESTABILIDAD DE MATERIALES DE REFERENCIA PARA EL ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD EN ANÁLISIS DE MICOTOXINAS

*Cea, J.\*; Simoens, M.; Casas, L.*

Dpto de Toxinas Naturales (TOX), LATU, Montevideo, Uruguay, 598-2-6013724, [icea@latu.org.uy](mailto:icea@latu.org.uy).

En los últimos años la preocupación pública sobre la ingesta de alimentos libres de Micotoxinas ha aumentado [1]. Esta situación ha llevado a las autoridades sanitarias de los países a fijar límites máximos admisibles de manera de proteger a la población [2]. Para tomar medidas frente a la aceptación ó rechazo de un producto es imprescindible contar con métodos analíticos validados. [3]. Para asegurar el control de calidad interno de los resultados analíticos es requisito utilizar Materiales de Referencia (MR) [4]. Para esto el Dpto. TOX adquiere MR FAPAS, que tienen un precio elevado porque deben ser re-analizados a diario. Para cumplir con los requisitos de la Norma ISO 17025 y asegurar la calidad de los resultados el Dpto. TOX preparó MR internos, trazables al MR FAPAS [4]. Se preparó MR para determinación de Deoxinivalenol (DON) en harina. Se seleccionaron harinas contaminadas con DON. Las harinas se homogeneizaron y posteriormente se tamizaron. La operación de homogeneización y tamizado se repitió cinco veces. Una vez obtenido el material homogéneo, se fraccionó en bolsas de polietileno y se almacenó a -20°C. Se seleccionaron 20 bolsas de manera aleatoria; se realizaron tomas analíticas de harina por duplicado. Los análisis se realizaron según el método acreditado [5,6] bajo la Norma ISO 17025 por UKAS. Para la asignación de valor se realizó el estudio estadístico de los resultados obtenidos, calculando la media  $\pm 2S$  y  $\pm 3S$ . El valor obtenido para la harina fue de  $489 \pm 52$  ug/kg. El estudio de estabilidad se realizó a los 6 meses analizando 12 bolsas al azar. Los resultados obtenidos oscilaron entre 77 y 107% de recuperación respecto al valor asignado. Se concluye que en un período de seis meses y en condiciones de almacenamiento adecuadas la harina mantiene estabilidad.

[1] Reglamento (CE) N° 178/2002.

[2] FAO, Worldwide regulations for mycotoxins in food and feed in 2003, FAO, 2004

[3] M. Thompson, S. Ellison, R. Wood, Pure Appl. Chem, 74 (2002) 835-855.

[4] M. Thompson, R. Wood, Pure Appl. Chem, 67 (1995) 649-668.

[5] Método 986.17 AOAC (2005): Cap. 49.

[6] Lauren & Greenhalgh : J. Assoc. Off. Anal. Chem. 70 (1987) 479-483.

## PROCESO DE OPTIMIZACIÓN DEL MÉTODO GRAVIMÉTRICO DE CALIBRACIÓN DE MICRO PIPETAS

*Sica, A.* <sup>(1)</sup>; *Constantino, P.* <sup>(1)\*</sup>

Contacto: [asica@latu.org.uy](mailto:asica@latu.org.uy), 6013724. / [pconstan@latu.org.uy](mailto:pconstan@latu.org.uy), 6013724.

<sup>(1)</sup> Departamento de Metrología, Laboratorio Tecnológico del Uruguay (LATU). Av. Italia 6201

La calibración de micro pipetas por el método gravimétrico consiste en la carga con agua destilada del instrumento y la posterior descarga en un recipiente abierto, ubicado en la balanza donde se realiza la pesada. Uno de los errores más frecuentes en la calibración por este método es el provocado por el fenómeno de evaporación. El objetivo del presente trabajo es cuantificar dicho error y evaluar modificaciones al método gravimétrico convencional que permitan disminuirlo.

Con el fin de estudiar la magnitud de este error sistemático es necesario definir empíricamente el valor del volumen descargado sin la pérdida por el proceso de evaporación. Con este fin se realizan pesadas a diferentes tiempos luego de la descarga de modo de graficar la masa en función del tiempo y obtener la masa a tiempo cero por extrapolación. Con este valor de masa se calcula el volumen descargado antes de iniciarse la evaporación. Para evaluar el error por evaporación se compara este valor con el obtenido a partir de la lectura directa de la masa luego de la estabilización de la balanza a un minuto luego de efectuada la descarga,

Adicionalmente se estudia una forma de disminuir la evaporación (medida como el error por evaporación ya definido). Para esto se realiza la descarga del agua en un recipiente con aceite vegetal, ya que por poseer una densidad menor al agua ésta quede ocluida en él minimizándose por tanto su evaporación. Esta variación del método se compara cuantitativamente con el método gravimétrico convencional con el fin de evaluar la incidencia de esta modificación en la evaporación.

Se comparan los resultados obtenidos para dos volúmenes, 50  $\mu$ l y 200  $\mu$ l, concluyéndose la necesidad de evaluar la pérdida por evaporación en la calibración por el método clásico ya que éste es de magnitud significativa. Por otra parte la variación propuesta de descargar en un recipiente con aceite ofrece ventajas operativas a este proceso, arrojando resultados de calibración comparables.

## SEGUIMIENTO Y MEJORA DEL SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD DEL PROCESO DE MUESTREO Y ENSAYOS *IN SITU* DE AGUA POTABLE

*Rosadilla, M.; Sanson, P.; Vispo, E.; Andrade, N.*

Unidad de Análisis de Agua, Facultad de Química, Universidad de la República.

Gral. Flores 2124, Montevideo, Uruguay.

[mrosadil@fq.edu.uy](mailto:mrosadil@fq.edu.uy) - 929 -03 -84

La Unidad de Análisis de Agua de Facultad de Química fue creada en el marco de un convenio URSEA-UDELAR y fue certificada conforme a la Norma ISO 9001 en el 2005.

Al inicio se elaboraron procedimientos y formularios, los cuales muchas veces duplicaban información o no preveían el registro de datos importantes. Para gestionar de un modo más eficiente el requisito de documentación se decidió llevar adelante sesiones de equipo. Se realizó el diagrama de flujo del proceso, identificando los puntos críticos y evaluando la necesidad de procedimientos técnicos y registros, así como profundizando en la interrelación con otros procesos.

Para el seguimiento se establecieron indicadores de acuerdo a lo recomendado en el Proyecto de Norma UNIT 1103 "Sistemas de gestión de la calidad. Guía para implantación de sistemas de indicadores", por ejemplo:  $N^{\circ}$  de muestras realizadas\*100/  $N^{\circ}$  de muestras planificadas;  $N^{\circ}$  de trabajos no conformes corregidos\*100/  $N^{\circ}$  trabajos no conformes.

Se han realizado talleres acerca de la identificación de no conformidades y su tratamiento, para la maduración y mejora del sistema. Por otra parte como acciones preventivas se identificó la necesidad de informar a los analistas el valor de pH de las muestras para determinar cloruros, para evaluar la necesidad de un ajuste del medio.

Como una oportunidad de mejora se ha comenzado a registrar fotográficamente el punto de muestreo identificándolo por GPS.

Cabe destacar que en la última auditoria externa de recertificación no se identificaron no conformidades para el proceso. Así mismo la experiencia adquirida ha sido aportada en el Comité Especializado UNIT de Agua para la elaboración de normas al respecto.

Caminando por el sendero de la mejora continua se ha consolidado un laboratorio de muestreo que es considerado de referencia a nivel nacional; siendo contratado en el marco de otros proyectos para evaluaciones de contaminación de agua por plantaciones de arroz y estudios sobre la incidencia del contenido de Trihalometanos en agua potable en la salud de la población de nuestro país.

## VIRTUDES DEL ESQUEMA DE ACREDITACIÓN MULTISITE EN LATU

*Trías, M.; González P.; Flores, L.*

Coordinación de Calidad

Laboratorio Tecnológico del Uruguay – LATU

Avda. Italia 6201. 601-3724 int. 1252, 1228, 1205

e-mail: [lflores@latu.org.uy](mailto:lflores@latu.org.uy)

En el año 1998, LATU comienza a acreditar los ensayos que realiza en su sede en Montevideo bajo la norma ISO 17025 por el Organismo de Acreditación del Reino Unido (UKAS). A la fecha, aproximadamente doscientos ensayos, físicos, químicos y biológicos, están acreditados por UKAS y por el Organismo Uruguayo de Acreditación. En el año 2008, LATU solicita este reconocimiento para los ensayos que realiza en su sede en Fray Bentos a través de un esquema de acreditación Multisite.

Para ello fue necesario extender el sistema de gestión a la nueva sede, definir responsabilidades para las interacciones entre las mismas (muestras, solicitudes, personal, equipamiento, comunicación, análisis de los cambios e impactos de los hallazgos) y realizar la toma de decisiones en base al análisis de la información de cada sede y la interacción entre ellas.

El objetivo de este trabajo es mostrar los beneficios obtenidos al implementar este sistema de gestión respecto a contar con sistemas de gestión independientes.

Comparando ambos sistemas se destacan como virtudes del multisite las siguientes:

- ⇒ Técnicas: mayor capacidad de personal competente y equipamiento adecuado para la ejecución de los mismos ensayos en ambas sedes.
- ⇒ Para el Sistema de Gestión: más y mejores instancias para la detección de mejoras por auditorías internas y reuniones de interacción inter-sede.
- ⇒ Para el cliente: la calidad de los servicios es equivalentes en ambas sedes disponiéndose de mayor capacidad de respuesta.
- ⇒ Económicas: los ensayos realizados en ambas sedes son considerados un único ensayo en el muestreo de las auditorías de seguimiento, lo cual disminuye el costo del mantenimiento de la acreditación.
- ⇒ Acreditación: ensayos acreditados en una sede y ejecutados en ambas, pueden ser acreditados en la segunda sede demostrando competencia respecto a la primera.

Encontramos que el sistema de gestión multisite sinergizó la gestión del laboratorio y permitió la acreditación solicitada.

***EDUCACIÓN***

## CONSTRUCCIÓN DE KITS PARA ANÁLISIS DE AGUA

Ortega, A.

[aortega@fq.edu.uy](mailto:aortega@fq.edu.uy) (+5982) 2044050

Tecnólogo Químico. Consejo de Educación Técnico Profesional. Facultad de Química.

Montevideo, Uruguay.

Se presenta una experiencia de aula realizada en el curso 2008 de Química Analítica II de la Carrera de Tecnólogo Químico, carrera de nivel terciario de dos años de duración.

Utilizando una metodología para el aprendizaje activo, se planteó la formación de grupos para la construcción de Kits para análisis de agua, dando libertad a los estudiantes de proponer el tipo de muestra y los analitos a determinar.

Los estudiantes realizaron la búsqueda bibliográfica e investigaron la demanda y necesidades del mercado de estos productos comerciales. Posteriormente se organizaron instancias de discusión, acordando muestras y cantidad de analitos de acuerdo a sus intereses, su investigación y la cantidad de integrantes.

Se acordó que para la evaluación del trabajo, además del propio kit, se elaboraría un póster y un informe en formato de artículo científico (de acuerdo a bases de revistas de investigación) sobre la construcción, el fundamento químico y el tratamiento de datos.

Ejemplos de los trabajos realizados son: O<sub>2</sub> disuelto, dureza y hierro en agua de calderas; dureza y salinidad en agua de acuario; dureza, cloruro, cloro y alcalinidad en agua potable y de pozo. Uno de los subgrupos tuvo la oportunidad de interactuar directamente con el sector productivo, ya que surgió el interés de una empresa por la adquisición de un kit que permitiera solucionar un problema de planta relacionado con el análisis 'in situ' de sulfito en una etapa del proceso productivo. El kit construido utiliza un método yodométrico y permite cuantificar entre 151 y 2000 ppm de SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, con una incertidumbre de 6%.

La experiencia logró un alto grado de motivación en los estudiantes, permitiendo que, además de aplicar conocimientos adquiridos en el curso, desarrollaran su creatividad.

Implicó realizar técnicas hidrovolumétricas y colorimétricas, y utilizar herramientas estadísticas para la determinación de parámetros de calidad tratados en la unidad Validación de métodos analíticos. La bibliografía consultada fue variada, desde manuales de kits comerciales y libros de texto de la asignatura, hasta bibliografía específica como *Standard Methods for Examination of water and Wastewater* (APHA).

---

## LA IMPORTANCIA DE LA QUÍMICA ANALÍTICA EN LA ENSEÑANZA DE LA TOXICOLOGÍA

*Heller, T.; Alvarez, C.; Cousillas, Z.; Mañay, N.*

Cátedra de Toxicología e Higiene Ambiental, Facultad de Química, Universidad de la República, Montevideo, Uruguay

[theller@fq.edu.uy](mailto:theller@fq.edu.uy). 9241809

La Toxicología es una ciencia multidisciplinaria. En la Cátedra de Toxicología e Higiene Ambiental (CTHA) de la Facultad de Química se dictan distintos cursos, que abarcan diversas áreas de la Toxicología: T. Fundamental, T. Analítica, T. Forense, T. Laboral, T. Ambiental, T. Experimental, T. Legal, T. Social, etc. Los estudiantes que toman estas materias ya han cursado habitualmente las materias de Química Analítica.

El objetivo de este trabajo es mostrar la importancia de los conocimientos en Química Analítica como requisito para el aprendizaje en Toxicología.

Metodología: Se presentan los programas de 3 cursos , 1) Toxicología Fundamental, 2) Toxicología Analítica y Química Legal y 3) Toxicología Ambiental y Geología Médica, en sus aspectos teóricos y prácticos .

Se analizan las temáticas elegidas por los estudiantes y su desempeño en pruebas monográficas y demás instancias evaluatorias.

De este análisis se concluye que la Química Analítica es una herramienta básica de la Toxicología, que posibilita su comprensión y amplía sus alcances.

## VIDEOS DE APOYO A LOS CURSOS DE LABORATORIO DE QUÍMICA ANALÍTICA

*Labandera, F.<sup>1</sup>; Queirolo, M.<sup>2</sup>; Bühl, V.<sup>1,2</sup>; Tissot, F.<sup>1,2</sup>; Rosadilla, M.<sup>1</sup>*

[ferl@fq.edu.uy](mailto:ferl@fq.edu.uy), [queirolo@fq.edu.uy](mailto:queirolo@fq.edu.uy), [vbuhl@fq.edu.uy](mailto:vbuhl@fq.edu.uy), [ftissot@fq.edu.uy](mailto:ftissot@fq.edu.uy), [mrosadil@fq.edu.uy](mailto:mrosadil@fq.edu.uy)

<sup>1</sup> Cátedra de Química Analítica, Depto. Estrella Campos.

<sup>2</sup> Centro de Educación Flexible, Depto. Estrella Campos.

Facultad de Química, Universidad de la República, Gral. Flores 2124, 9241807, Montevideo, Uruguay.

Para los estudiantes de la Facultad de Química, resultan de especial importancia los prácticos de laboratorio. Si bien las discusiones teóricas son importantes y no deben dejarse de lado, la Química es una ciencia experimental y la adquisición de habilidades y destrezas por parte de los estudiantes es fundamental en la formación de los futuros profesionales.

El aumento en la matrícula de los últimos años obligó a trabajar en grupos cada vez más numerosos asistidos por un solo docente. Esta superpoblación condujo a la búsqueda de estrategias didácticas, que ayuden a obtener, con los recursos humanos y materiales disponibles, una mejor formación de nuestros estudiantes. Esto es, que los estudiantes adquieran en los cursos de Química Analítica el entrenamiento adecuado en cuanto a operaciones básicas de laboratorio, manejo de equipos y desempeño seguro y responsable en el laboratorio. En función de la experiencia previa con innovaciones realizadas en otros cursos y con el intercambio de experiencias con otras Facultades y Universidades extranjeras, se resolvió desarrollar un conjunto de videos para cada uno de los tres cursos de Química Analítica.

En estos videos se realiza especial énfasis en las manipulaciones más delicadas y que se realizarán por primera vez, con el objetivo de reforzar visualmente los conceptos. Se emplean para complementar la explicativa docente previa al trabajo experimental.

La mayoría de los docentes consideran los videos de suma utilidad como apoyo a sus clases. Los estudiantes expresan la importancia de la proyección de los videos, que redundan en la realización de sus prácticas de laboratorio con mayor seguridad y en la obtención de mejores resultados.

1.- W. Robinson, Cognitive theory and the design of multimedia instruction., J. Chem. Educ., 81 (2004) 10.

2.- W. Robinson, A view of the science education research literature; visual aids in laboratory manuals improve comprehension, J. Chem. Educ., 75 (1998) 282.

3.- Skoog, D., West, D., Holler, F., Crouch, S., Química Analítica, 7ª Ed., McGraw-Hill, México, 2001.

# ***GEOQUÍMICA***

## APLICACIÓN DE LA FRX EN EL ESTUDIO GEOQUÍMICO DE LA PEGMATITA LA ESMERALDA, GRUPO PASO GRANDE-LA TOMA, SAN LUIS, ARGENTINA

Castro, G.<sup>1</sup>; Oyarzábal, J.<sup>2</sup>; Roquet, M. B.<sup>\*3</sup>; Colaianni, P.<sup>3</sup>; Perino, E.<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Minera Anglo American Argentina S.A., <sup>2</sup>Loma Negra CIASA, Camargo Corrêa, <sup>3</sup>Cát. de Mineralogía, Dpto. de Geología, UNSL, Chacabuco 917 C.P. 5700, San Luis, Argentina-Proy. 349001- [maber@unsl.edu.ar](mailto:maber@unsl.edu.ar), <sup>4</sup>Área de Química Analítica, UNSL, Chacabuco 917, San Luis, Argentina, Proy. 349001.

La geoquímica de elementos presentes en rocas y minerales ha sido utilizada como una herramienta de trabajo, adecuada para la exploración y clasificación de pegmatitas graníticas. El contenido de elementos trazas en muscovita constituye un excelente indicador del nivel evolutivo interno alcanzado por un depósito pegmatítico, y por ende de su potencial económico [1].

El objetivo de esta investigación es evaluar la evolución interna del depósito pegmatítico La Esmeralda, de la provincia de San Luis, Argentina.

Los análisis se realizaron sobre muestras provenientes de las diferentes unidades internas del yacimiento pegmatítico La Esmeralda. Las determinaciones analíticas cuantitativas se efectuaron por fluorescencia de rayos x (FRX) dispersiva en longitud de onda, de los siguientes elementos: K, P, Ba, Sr, Ga, Rb, Cs, Nb y Ta. Se aplicó la metodología desarrollada para trabajar con 150 mg de muestra en polvo compactada y soportada sobre pastilla de ácido bórico [2], utilizando adición estandar múltiple y validada por curvas de calibrado con patrones certificados de referencia internacional.

Los resultados obtenidos, en especial las relaciones K/Rb, K/Cs, Cs/Ba y la variabilidad de Cs, Ta y Ga, permiten demostrar fuertes tendencias de fraccionamiento interno y la tipificación petrogenética del depósito.

Se destacan los excelentes resultados obtenidos por la aplicación de esta técnica analítica en la caracterización geoquímica de pegmatitas graníticas de diferentes distritos pegmatíticos de la Argentina [3].

[1] Černý P., Meintzer R. E. and Anderson A. J., 1985. Extreme fractionation in rare-element pegmatites: selected examples of data and mechanisms. *Can Min.*, 23: 381-421.

[2] Perino E., 1998. Desarrollo de técnicas analíticas por FRX aplicadas a la prospección geoquímica de pegmatitas graníticas. Tesis Doctoral UNSL, 399 pp.

[3] Galliski M. A., Perino E., Gasquez J., Márquez Zavallía M. F. y R. Olsina, 1997. Geoquímica de feldespatos potásicos y muscovitas como guía de exploración de pegmatitas graníticas de algunos distritos de la provincia pegmatítica pampeana. *Rev. Asoc. Geol. Arg.*, 52: 24-32.

# ***MATRICES COMPLEJAS***

## APLICACIÓN DE LA TÉCNICA DLLME AL ANÁLISIS DE COMPUESTOS RESPONSABLES DE DEFECTOS EN VINOS TANNAT

*Fariña, L.<sup>a</sup>; Boido, E.<sup>a</sup>; Flores, L.<sup>b</sup>; Tomasso, M.<sup>a</sup>; Carrau, F.<sup>a</sup>; Dellacassa, E.<sup>a,c</sup>*

<sup>a</sup>Sección Enología, Facultad de Química, Universidad de la Republica, Gral. Flores 2124, 11800-Montevideo, Uruguay, e-mail: [lfarina@fq.edu.uy](mailto:lfarina@fq.edu.uy), 924 8194

<sup>b</sup>Departamento Agroalimentario, Laboratorio Tecnológico del Uruguay,

<sup>c</sup>Cátedra de Farmacognosia y Productos Naturales, Facultad de Química, Gral. Flores 2124, 11800-Montevideo, Uruguay

Recientemente se ha descrito una nueva técnica para la extracción de muestras acuosas conocida como *microextracción dispersiva líquido-líquido* (DLLME), que se basa en el uso de una mezcla de dos solventes. Un *solvente de dispersión* y un *solvente de extracción*, de forma que el solvente de extracción sea miscible con el de dispersión. La capacidad de la extracción DLLME ha sido evaluada previamente en la determinación de hidrocarburos policíclicos (PAHs) [1] y pesticidas organofosforados en agua [2].

En este trabajo se propone un nuevo método basado en la capacidad de extracción selectiva del método de DLLME y las posibilidades analíticas de la cromatografía gaseosa acoplada a espectrometría de masa (GC-MS) para el análisis de componentes responsable de defectos en vinos Tannat. Se ha evaluado la presencia de 4-etilfenol y 4-etilguayacol) generados por levaduras del género *Brettanomyces*, así como la presencia de tricloroanisol (TCA) y tribromoanisol (TBA) responsables del llamado "aroma de corcho".

Se estudió la linealidad de la respuesta en el rango de concentración que usualmente se encuentran estos compuestos en el vino. Se obtuvo una buena repetibilidad para el método (RSD < 5% para etilfenol y etilguayacol; RSD < 18% para TBA y TCA) . Los límites de detección y cuantificación fueron respectivamente 28 y 95 µg/L para 4-etilguayacol 44 y 147 µg/L para 4-etilfenol, 0.8 y 2.4 ng/L para TCA y TBA respectivamente.

[1] M. Rezaee, Y. Assadi, M.R. Millani, E. Aghaee, F. Ahmadi, S. Berijani, J. Chromatogr. A 1116 (2006) 1-9.

[2] S. Berijani, Y. Assadi, M. Anbia, M.R. Milani Hosseini, E. Aghaee, J. Chromatogr. A 1123 (2006) 1-9.

## CARACTERIZACIÓN DE PROPÓLEOS URUGUAYOS POR HPLC-UV Y HPLC-MS

De Paula, S.<sup>1</sup>; Gonzalez, N.<sup>1</sup>; Martínez, S.<sup>1</sup>; Moyna, P.<sup>2</sup>; Rodríguez, A.<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Area Análisis Químicos, Polo Tecnológico-FQ, Universidad de la Republica, Uruguay; <sup>2</sup>Depto. Alimentos, FQ, Universidad de la República, Uruguay

\*[ale@fq.edu.uy](mailto:ale@fq.edu.uy), Tel. 2922021 int119

Propóleos es un material resinoso recogido de las yemas de árboles y plantas por las abejas (*Apis mellifera* L.), mezclado con polen y enzimas secretadas por las abejas. Se han detectado mas de 300 compuestos en propóleos, incluyendo polifenoles, terpenoides, esteroides, azúcares y amino ácidos. Los propóleos no tienen una composición química única y uniforme<sup>(1)(2)</sup>, ya que dependen de la forma en que las abejas de una región recogen, metabolizan y almacenan los compuestos químicos de las plantas que son sus fuentes de alimentación. Esto hace que existan composiciones “regionales” que varían por las condiciones de la flora especial de una zona, por las condiciones medioambientales y por factores estacionales.

Para caracterizar propóleos, se desarrolló un método de análisis por HPLC con gradiente de solventes y detección por espectrometría de masa con ionización negativa. En esta compleja matriz, se pudieron detectar mas de 90 picos cromatográficos en las muestras analizadas. Entre los compuestos presentes en propóleos uruguayos<sup>(3)</sup> se encuentran pinobanksina, pinobanksina-- 5- metil éter, pinobanksina 3-acetato, pinobanksina 3-acetoxi-7-metil eter, pinostrobina y pinocembrina entre los flavonoles y flavanonas, y la crisina, crisil 5-metil eter, galangina, izalpinina y kaempferol entre las flavonas y flavonoles. El perfil de los propóleos uruguayos presenta un “fingerprint” que permite diferenciarlos de los de otras regiones geográficas<sup>(1)</sup>.

(1) Volpi, N., Bergonzini, G.; **2006**, J. Pharm. And Biomedical Analysis 42, 354-361

(2) Markham, K.R., Mitchell, K.A., Wilkins, A.L., Daldy, J.A., Lu, Y.; **1996**, Phytochemistry, 42, 205-211

(3) Kumazawa, S., Hayashi, K., Kajiya, K., Ishii, T., Hamasaka, T. and Nakayama, T., **2002**, J. Agric. Food Chem., 50 (17), 4777-4782

## COBRE EN PASTURAS: VARIACIÓN ESTACIONAL Y CONDICIONES ÓPTIMAS DE EXTRACCIÓN EN LA CUENCA LECHERA II DE SALTO (URUGUAY)

*Bruné, V.<sup>1</sup>; Torre, M.H.<sup>\*1</sup>; Irigoyen, J.<sup>2</sup>; Pioda, C.<sup>3</sup>*

<sup>1</sup> Química Inorgánica y <sup>3</sup> Química Analítica (DEC), Facultad de Química, UDELAR, Gral. Flores 2124, Montevideo, Uruguay. tel. 598 2 9249739

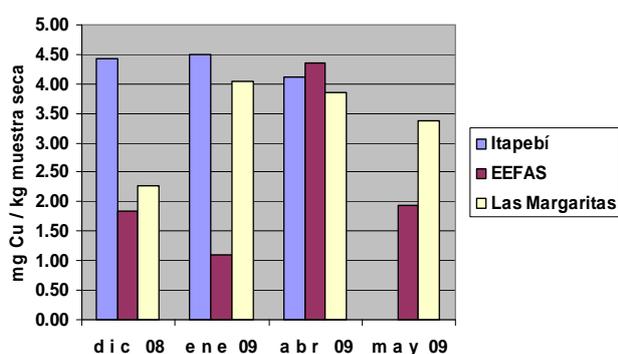
<sup>2</sup> Regional Norte, Facultad de Veterinaria, Rivera 1350, Salto, Uruguay.

e-mail: [mtorre@fq.edu.uy](mailto:mtorre@fq.edu.uy)

En la Cuenca Lechera II del Departamento de Salto (Uruguay), los veterinarios de la zona observaron una entidad nosológica en ganado vacuno y ovino llamada "síndrome de crecimiento" que presenta los siguientes signos: anemia, bajo crecimiento, deformidades óseas, infertilidad, descenso en la producción láctea, entre otras. Los estudios realizados previamente mostraron, por una parte, que los animales que presentaban estos signos tenían bajos niveles de cobre en suero sanguíneo y que al ser suplementadas con complejos cúpricos, los signos propios del síndrome iban desapareciendo (1).

Con el objetivo de estudiar las causas de esta deficiencia, se estudiaron los niveles de Cu en pasturas, a los efectos de determinar si existe en la región una deficiencia primaria.

Para ello se recolectaron muestras de pasturas de diferentes establecimientos del Departamento, utilizando el método de "hand clipping". Las mismas fueron secadas a 50°C hasta peso constante y molidas finamente. Tomas de aproximadamente 9 g fueron calcinadas a 500 °C y luego extraídas con HCl. Se determinaron las condiciones óptimas de extracción de Cu para las pasturas de la zona, variando temperatura, concentración



de ácido y tiempo de extracción. Posteriormente, el cobre fue analizado mediante una adaptación de la técnica de la AOAC (2), por espectrofotometría de absorción atómica. Cada muestra fue analizada por duplicado.

Las mejores condiciones para extraer Cu(II) de las pasturas de la región fueron: temperatura ambiente, HCl 6 M y 30 minutos de extracción. Los resultados obtenidos en el período diciembre/08 -

junio/09 de tres localidades se representan en la gráfica.

Como se observa, la mayoría de las muestras presentaron valores de cobre muy por debajo del valor recomendado para pasturas naturales (10 mg/kg materia seca) lo que justificaría la hipocupremia en los animales estudiados.

1.- M. H. Torre, I. Viera, G. Facchin, E. Kremer, E. J. Baran, T. Porochin, V. DiDonato, C. Irigoyen, J. Irigoyen, S. Saldaña, J. Bussi, M. Ohanian, J. Fuentes, *Livestock Production Science* 95 (2005) 49-56.

2.- K. Helrich, *AOAC Official Methods of Analysis*, 1996.

## DESARROLLO DE SUPERFICIES MODIFICADAS ORO – ANTICUERPO ANTI-PSPB PARA SU USO COMO BIOSENSOR EN LA DETECCIÓN DE PREÑEZ BOVINA

*Keel, K.; Tosar, J.P.; Laíz, J.\**

\*Mail: [jlaz@cin.edu.uy](mailto:jlaz@cin.edu.uy) Tel: 099925111

Unidad de Bioquímica Analítica, Centro de Investigaciones Nucleares (CIN), Facultad de Ciencias, Universidad de la República. Montevideo, Uruguay.

La detección temprana de la preñez bovina resulta relevante para el productor desde el punto de vista económico. La valoración de proteínas de preñez, y concretamente de Proteína B Específica de la Preñez (PSPB), ha demostrado ser un marcador más eficiente que los hormonales utilizados actualmente, debido a que su concentración sérica se incrementa con algunas semanas de anticipación [1; 2; 3].

El presente trabajo constituye estudios preliminares para el desarrollo de un biosensor amperométrico que permita la cuantificación de PSPB en fluidos biológicos. Para ello se inmovilizó sobre la superficie de oro ácido mercaptoundecanoico, y a éste se fijaron anticuerpos anti-PSPB y peroxidasa de rábano [4]. Se verificó la inmovilización de las biomoléculas mediante voltamperometría cíclica y medida del ángulo de contacto.

El funcionamiento del electrodo fue estudiado mediante voltamperometría cíclica y medidas a potencial constante, estableciendo la relación entre el cambio de corriente catódica (al potencial de reducción de quinona) y la concentración de PSPB. Debido a que el antígeno interacciona específicamente con los anticuerpos coimmobilizados con la enzima sobre la superficie del oro, se forman grandes complejos antígeno – anticuerpo que limitan el acceso del sustrato específico al sitio activo de la enzima, provocando por consiguiente una disminución en la señal eléctrica observada.

Se obtuvo un electrodo modificado de oro - anti-PSPB - HRP, que responde de forma inversamente proporcional a la concentración de PSPB a un potencial de -200 mV (contra electrodo Ag/AgCl), y que por tanto podría ser la base para el desarrollo de un biosensor amperométrico para detectar preñez bovina. Aún no se han culminado estudios de validación en muestras reales de sangre y sueros de animales preñados y no preñados, que permitan establecer posibles reacciones cruzadas, sensibilidad y límite de detección del método.

[1] Ropstad E., Johansen O., King, *et. al. Acta Veterinaria Scand.* 40 (1999) 151-162.

[2] Dunbar M.M., Wong T.S., *et. al. Theriogenology.* 33 (1990) 220.

[3] Green J.A., Parks T.E., *et. al. Theriogenology,* 63 (2005) 1481-1503.

[4] Wang M., Wang L., *et. al. Biosensors and Bioelectronics* 19 (2004) 575-582.

## DESARROLLO METODOLÓGICO PARA LA DETERMINACIÓN DE Pt, EN SUERO DE PACIENTES CON CÁNCER QUE RECIBEN QUIMIOTERAPIA A BASE DE CISPLATINO, POR ETAAS

*Rondón, C.<sup>1</sup>; Colmenares, R.<sup>1</sup>; Martínez, C.<sup>1</sup>; Carrero, P.<sup>1</sup>; Morales, A.<sup>2</sup>; Rodríguez, L.<sup>2</sup>; Di Bernardo, M.L.<sup>2</sup>; Alarcón, M.<sup>1</sup>; Morales, Y.<sup>2</sup>; Rivas, K.<sup>2</sup>; Rojas, E.<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>Laboratorio de Espectroscopia Molecular (LEM), Departamento de Química, Facultad de Ciencias, Universidad de los Andes (ULA), Mérida - 510, República Bolivariana de Venezuela

<sup>2</sup>GITAEF. Grupo de Investigación en Toxicología Analítica y Estudios Farmacológicos. Facultad de Farmacia y Bioanálisis. Universidad de Los Andes. Mérida-5101, República Bolivariana de Venezuela

e-mail: [crondon@ula.ve](mailto:crondon@ula.ve)

En este trabajo se desarrolló un método analítico para la determinación de platino en suero, mediante ETAAS. Los experimentos fueron realizados utilizando un espectrofotómetro de absorción atómica marca Varian, modelo SpectrAA Zeeman 220Z, equipado con un atomizador de grafito con calentamiento transversal y un corrector de fondo de efecto Zeeman. Se optimizó la temperatura de pirólisis y de atomización, las cuales fueron 1600°C y 2700°C respectivamente. Las características analíticas del método analítico fueron: masa característica ( $m_0$ ) 216 pg, límite de detección (LOD) 4,06  $\mu\text{g L}^{-1}$ , intervalo de trabajo entre 13,53 – 200  $\mu\text{g L}^{-1}$ , intervalo lineal (LOL) entre 4,06 – 700  $\mu\text{g L}^{-1}$ , y la desviación estándar relativa (%RSD) 0,626%. La exactitud del método se evaluó mediante recuperación cuantitativa del elemento añadido a muestras reales de suero sanguíneo obteniéndose un porcentaje de recuperación del platino de  $100 \pm 2$  %. Finalmente, se aplicó la metodología desarrollada a la determinación de platino en muestras de suero sanguíneo provenientes del Hospital Universitario de Los Andes en pacientes que reciben quimioterapia a base de cisplatino, obteniéndose una concentración de  $1205 \pm 10$  ppm de Pt.

La metodología desarrollada para la determinación de platino mediante la técnica de ETAAS, es válida para la determinación de Pt en muestras de suero de pacientes con cáncer que reciben quimioterapia a base de cisplatino.(1-4)

1.- Chu, E. y colab. Quimioterapia del cáncer. Cap. 55. Editorial Manual Moderno, México, (2005), 885-915.

2.- Cajaraville, G. y colab. Oncología. Farmacia Hospitalaria. Tomo 2. Cap. 14. (2005), 1172-1226.

3.- Meerum, T. (2000) Validated method for the determination of platinum from a liposomal source (spi-77) in human plasma using graphite furnace zeeman atomic adsorption spectrometry. Fresenius J. Anal. Chem., 366 (3), 298-302.

4.- Vouillamoz L. (2001). Validation of an AAS method for the determination of platinum in biological fluids from patients receiving the oral platinum derivative JM216. J Pharm Biomed Anal., 25(3-4), 465-475.

## DETECCIÓN ELECTROQUÍMICA DE SECUENCIAS ESPECÍFICAS DE ADN: DOS MÉTODOS DIRECTOS E INDEPENDIENTES EN UN ÚNICO SENSOR

*Tosar, J.P.; Keel, K.; Laíz, J.\**

Unidad de Bioquímica Analítica del Centro de Investigaciones Nucleares (CIN), Facultad de Ciencias, Universidad de la República. Montevideo, Uruguay.

\*EMAIL: [jlaiz@cin.edu.uy](mailto:jlaiz@cin.edu.uy) TEL.: 5250901

Los genosensores de base electroquímica permiten una detección rápida y sensible de secuencias específicas de ácidos nucleicos en muestras biológicas. A diferencia de las técnicas actuales de biología molecular, su uso es compatible con la fabricación de dispositivos automatizables para uso de campo. Esto permitiría, por ejemplo, la detección de una amplia gama de agentes infecciosos en el propio punto de atención del paciente, obteniéndose resultados al instante sin la necesidad del envío de muestras al laboratorio. Sin embargo, este campo se encuentra aún en estado incipiente. En el presente trabajo (1) se inmovilizaron secuencias específicas de ADN a electrodos de oro/polipirrol. La detección de secuencias complementarias se realizó amperométricamente mediante dos métodos distintos e independientes. Se demostró que la inyección en la celda de trabajo de secuencias de ADN complementarias a los oligonucleótidos inmovilizados produce –en determinadas condiciones experimentales- un aumento de la corriente eléctrica en el tiempo, debido a la oxidación de los nucleótidos de guanina presentes en las secuencias inyectadas. Asimismo, la hibridación también puede detectarse por voltamperometría cíclica, monitoreando cambios en los picos de oxidación y reducción del polipirrol. Con este último método, se han podido detectar secuencias específicas en una concentración de 53pM, frente a un exceso de 2000x de secuencias no complementarias. Ambos métodos son directos; las señales eléctricas en cuestión son producidas como consecuencia de la propia reacción de bioreconocimiento, por lo cual no se requiere la adición de reactivos indicadores de ningún tipo. Este aspecto, sumado al hecho de que pueden combinarse dos métodos independientes de detección en un mismo dispositivo, hace de esta una aproximación prometedora para el diseño futuro de genosensores aplicables a uso de campo. El esfuerzo actual se centra en evaluar la performance del biosensor en extractos de ADN, lisados celulares y otras matrices biológicas complejas.

1.- J.P. Tosar, K. Keel, J. Laíz, *Biosensors and Bioelectronics* 24 (2009) 3036-304

## DETERMINACIÓN ANALÍTICA DE SELENIO EN SUERO HUMANO

*Clavijo, G.; Rampoldi, O.; Mañay, N.*

Cátedra de Toxicología e Higiene Ambiental (Tel:9241809)

Facultad de Química, UdelaR, Montevideo, Uruguay. E-mail: [gclavijo@fq.edu.uy](mailto:gclavijo@fq.edu.uy)

El selenio (Se) siempre ha sido considerado por sus propiedades tóxicas e incluso mortales para la vida animal hasta que investigaciones recientes sobre la estructura, síntesis y función de la enzima Glutación Peroxidasa demostraron su esencialidad. Se estableció una relación metabólica entre el selenio y la vitamina E demostrándose así, su actuación sinérgica en la quimioprevención del cáncer.

El selenio representa entonces, un micro nutriente esencial en la dieta y la cantidad presente en los alimentos es función de la concentración y biodisponibilidad del elemento en el suelo. Por la variabilidad de las concentraciones de selenio en las distintas regiones del mundo, el intervalo de referencia estimado es amplio y varía entre 40 a 100 µg/L. Se pudo comprobar que el aumento de selenio en suero provoca un incremento en la actividad de la enzima glutación peroxidasa.

**OBJETIVO:** Desarrollar una metodología analítica que permita cuantificar selenio en suero humano de pacientes en estado crítico, antes y después de suplementar este elemento como terapéutico.

**METODOLOGIA UTILIZADA:** Definidas las condiciones analíticas y de pre-tratamiento de las muestras, el selenio fue determinado por Absorción Atómica Electrotérmica.

**RESULTADOS:** Se establecieron las condiciones analíticas e instrumentales necesarias para alcanzar los niveles de detección y cuantificación aceptados trabajando en un rango de concentraciones de 0 a 40 µg/L considerando la dilución de las muestras y cumpliendo con los parámetros de validación.

Se pudo comprobar el aumento de selenio en suero de aquellos pacientes tratados con el suplemento.

**CONCLUSIONES:** Este trabajo brinda una herramienta para realizar futuras investigaciones de niveles de selenio en poblaciones uruguayas y poder estudiar efectos asociados a su exceso o a su deficiencia.

## DETERMINACIÓN DE ELEMENTOS ESENCIALES EN ADICTOS A DROGAS DE ABUSO EN SUERO POR ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

*Morales, Y.; Rivas, K.; Di Bernardo, M.L.\*; Rondón, C.; García, M.Y.; Miranda de Contreras, L.; Uzcateguá, N.*

**CICPC** (Cuerpo de Investigaciones Científicas, Penales y Criminalística). Delegación Mérida-Laboratorio de Toxicología. Mérida-Venezuela. e-mail [dancar2men@gmail.com](mailto:dancar2men@gmail.com). Telf. (+58-4147468219)

\* **GITAEF**. Grupo de Investigación en Toxicología Analítica y Estudios Farmacológicos. Facultad de Farmacia y Bioanálisis. Universidad de Los Andes. Mérida-Venezuela. e-mail [girard@ula.ve](mailto:girard@ula.ve). Teléf. (+58)(+416)7751930

En este estudio se analizaron 55 muestras de suero sanguíneo procedentes de adictos, (n=20 mujer y n=20 hombres), y 15 se tomaron como controles, con edades comprendidas entre 19-55 años. Se utilizó un EAA Perkin Elmer acoplado a inyección en flujo continuo para la cuantificación de los niveles séricos de calcio, magnesio, cobre y zinc. Pretendemos relacionar ciertas patologías referidas como exclusivas al consumo de drogas de abuso. Sin embargo, obviando hábitos propios de este grupo de enfermos, se demostrará que el consumo prolongado de drogas de abuso afecta la absorción y metabolización de bioelementos. Las drogas de abuso son los principales agentes criminógenos después del alcohol. La carencia de calcio, magnesio, cobre y zinc producen irritabilidad e inestabilidad emocional, aumento y disminución de los reflejos, descoordinación muscular, apatía y debilidad, estreñimiento, falta de apetito, desordenes en el sistema inmunológico, entre otros [1-2].

Los bioelementos determinados resultaron significativamente bajos en los consumidores, indistintamente del sexo, tipo de droga, edad y tiempo de consumo. Este aparente déficit puede ser el resultado de pérdida urinaria, de disminución en la absorción intestinal de estos elementos, o de ambas condiciones. Los niveles séricos fueron significativamente mayores en los sujetos controles ( $p < 0.05$ ), en comparación con los sujetos consumidores.

Los resultados también evidenciaron que la relación Cu/Zn se encuentra significativamente elevada en pacientes consumidores, asumiendo con este comportamiento la presencia de una patología, probablemente asociada al sistema inmunológico, coincidente con los desordenes hematológicos presentados al ser evaluados clínica y bioanalíticamente, sin causa etiológica aparente.

Los resultados se validaron con ensayos de repetibilidad y muestras NIST.

[1] O'Brien C P, T Testa, T J O'Brien, J P Brady, and B Wells. Am J Addict. 12 -2. (2008) 390-394

[2] Teresa Lech. Biological Trace Element Research. 89 - 2. (2002) 111-125

## DETERMINACION DE NITROIMIDAZOLES EN CARNE BOVINA POR HPLC-UV Y HPLC-MSMS

*Azambuja, D.<sup>1</sup>; Queijo, C.<sup>1</sup>; Suarez, G.<sup>2</sup>; Alves, J.<sup>2</sup>; Rodríguez, A.<sup>1\*</sup>*

<sup>1</sup>Area Analisis Quimicos, Polo Tecnologico-FQ, Universidad de la Republica, Uruguay; <sup>2</sup>Microbioticos Uruguay

\*[ale@fq.edu.uy](mailto:ale@fq.edu.uy), Tel. 2922021 int119

Debido a la importancia económica del sector agropecuario, principalmente del cárnico, para el país y ante las exigencias cada vez más estrictas de los clientes externos, es de primer orden el poder asegurar la inocuidad de las carnes uruguayas a sus mercados de destino (CEE, EEUU, principalmente). El presente trabajo tiene como objetivo el desarrollo de un método analítico para la determinación de residuos de medicamentos veterinarios (nitroimidazoles) en músculo bovino por LC-UV y LC-MS. Estas drogas están incluidas en el anexo IV del Reglamento del Consejo Europeo (ECC 2377/90), es decir que su uso está prohibido y no existe un límite máximo recomendado para su concentración en alimentos para uso humano. Para asegurar esta normativa se requieren de los métodos analíticos más sensibles posibles.

El método de análisis desarrollado consiste en una extracción líquido-líquido (con una mezcla cloroformo/hexano) y posterior inyección en un equipo de HPLC con detección UV acoplado a un espectrómetro de masa de tipo trampa de iones para realizar detección mediante MS<sup>2</sup> de los iones correspondientes a cada molécula. Este método de análisis multiresiduo permite detectar cuatro analitos (dimetridazole, ronidazole, metronidazole e hidroxipronidazole) en carne bovina con un LOD entre 1.0 y 4.8 ppb y LOQ de entre 2.0 y 11.5 ppb por LC-UV, lográndose un LOD de 0.5 ppb con detección por LC-MS<sup>2</sup>.

1.- Sams MJ, Strutt PR, Barnes KA, Damant AP, Rose MD.; *Analyst*, 1998, 123, 2545-2549.

2.- Hurtard-Pessel, D., Delépine, B., Laurentie, M.; *Journal of Chromatography A*, 2000, 882, 89-98

# DISEÑO DE UN POLÍMERO POR IMPRESIÓN MOLECULAR EN MATRIZ DE POLIANILINA Y EVALUACIÓN DE SU SELECTIVIDAD PARA LA EXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA DE QUERCETINA

*Noguero, I.<sup>1</sup>; Pérez, A.<sup>2</sup>; Colazzo, M.<sup>2</sup>; Heinzen, H.<sup>2</sup>; Fornaro, L.<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>Grupo de Semiconductores Compuestos, Cátedra de Radioquímica; <sup>2</sup>Cátedra de Farmacognosia y Productos Naturales, Facultad de Química, Universidad de la República, Gral. Flores 2124, CP:11800, Montevideo, Uruguay

[aperez@fq.edu.uy](mailto:aperez@fq.edu.uy), ++598 924 40 68

La impresión molecular sobre polímeros (MIPs) ofrece una alternativa económicamente accesible y versátil en la creación de matrices poliméricas con sitios de reconocimiento altamente específicos para aquellas moléculas que presenten patrones electrónicos y estructurales similares a la molécula molde. De esta forma ha surgido la técnica del Molecular Imprinted – Solid Phase Extraction (MISPE) basada en el uso del polímero como fase extractiva con alta reproducibilidad y elevada selectividad hacia el analito con bajo costo de síntesis [1].

En el presente trabajo, se diseña un sistema modelo utilizando una matriz de polianilina impresa con quercetina comparándolo una no impresa (NIP) siguiendo una estrategia de síntesis en emulsión con ácido dodecilsulfónico como agente emulsionante y una solución de persulfato de amonio 0,45 M como iniciador, para facilitar la interacción molde-monomero y la obtención de un polímero de mayor peso molecular, contrarrestando así en cierta medida los efectos de scavenger del flavonoide en la síntesis. Se ensayó la selectividad del polímero impreso mediante ensayos de recuperación de una mezcla de los flavonoides quercetina (Q) y hesperitina (H) en agua al nivel de 100 µg/L por SPE utilizando cartuchos con las fases sintetizadas y determinación por HPLC-DAD. El NIP fue inespecífico hacia ambos flavonoides (analito no detectado;  $LOD_Q=0.50$  µg/mL,  $LOD_H=0.35$  µg/mL), mientras que el MIP recuperó  $66.1\pm 19.3\%$  (%Rec±DSR) ( $n=4$ ) de Q exclusivamente, con completa inespecificidad para H. Se concluye que el MIP obtenido es un polímero con sitios de reconocimiento de alto poder discriminatorio para quercetina, adecuado para su aislamiento, purificación y determinación en mezclas complejas como ser fluidos biológicos, útil para estudios de biodisponibilidad. Se discuten los posibles mecanismos de selectividad según la estructura química del analito y las futuras perspectivas de trabajo. Este es el primer reporte acerca del uso de polianilina como fase de impresión para el análisis de polifenoles.

[1] M. Komiyama, T. Takeuchi, T. Mukawa, H. Asanuma, Molecular Imprinting; from fundamentals to applications, Cap 8. Ed. Wiley-VCH, 2003

## EVALUACIÓN DE PROTECTORES DE ANALITO PARA LA DETERMINACIÓN MULTIRRESIDUO DE PESTICIDAS EN LANOLINA SEGÚN USP 32-NF 27

*Barneche, S.; Mintequiaga, M.; Pérez, A.; Heinzen, H.\**

Cátedra de Farmacognosia y Productos Naturales, Departamento de Química Orgánica, Facultad de Química, Universidad de la República, Gral Flores 2124, CP:11800, Montevideo, Uruguay

[heinzen@fq.edu.uy](mailto:heinzen@fq.edu.uy), ++598 924 40 68

Un problema común en el análisis de trazas por cromatografía de gases (GC) es la pérdida de analitos y la aparición de “tailings” debido a degradación de los mismos o interacciones indeseadas en el sistema cromatográfico [1]. Este fenómeno influye en la determinación cuali-cuantitativa de los compuestos siendo un efecto menos pronunciado cuando la muestra es inyectada con coextractivos de la propia matriz.

El “efecto matriz” o “incremento de respuesta inducido por matriz” es un efecto dual, por un lado disminuye estas interacciones y por otro afecta el sistema de detección. La determinación usando estándares en matriz no es aceptada por la FDA y USEPA, al no disponerse de matrices de referencia estandarizadas. Sin embargo, está autorizado el uso de “protectores de analitos” quienes compensan el efecto matriz interaccionando con los sitios activos del inyector y la columna, aumentando la transferencia de los analitos hacia el detector [1,2].

Se presenta por primera vez la evaluación de colesterol y alcoholes de lanolina como analitos protectores para la determinación multirresiduo de pesticidas en lanolina siguiendo la metodología USP32-NF27 [3] y su comparación con calibraciones en solvente y matriz coextraída, a 5 niveles de concentración desde 0.05 a 2.00 mg/kg para 4 pesticidas organofosforados (OP), 3 piretroides (Py) y un organoclorado (OC).

Los efectos matriz (%EM) calculados respecto al solvente para todo el rango varían para OP, Py y OC entre 42.9 y -17.9 %; 45.1 y -35.9 % y entre -0.34 y -44.8 % respectivamente, con tendencias de respuesta significativamente diferentes para todos los pesticidas estudiados según su medio de calibración. El mejor efecto protector encontrado en la mayoría de los casos corresponde a alcoholes de lanolina con diferencias de respuesta contra la calibración en matriz de hasta 0.55% en OP, -0.01% para Py y -0.03 % en OC.

[1] M. Anastassiades, K. Mastovská, S. J. Lehotay, J. Chrom. A 1015 (2003) 163-184.

[2] K. Mastovská, S. J. Lehotay, M. Anastassiades, Anal. Chem. 77 (2005) 8129-8137.

[3] U.S.P. Official Lanolin and Modified Lanolin Monographs. USP 32-NF 27, Vol. 3, 2009.

## DETERMINACIÓN ANALÍTICA DE ÁCIDO TT-MUCÓNICO PARA CONTROL BIOLÓGICO DE EXPOSICIÓN OCUPACIONAL A BENCENO EN URUGUAY

*Martínez Savio, G.; Cousillas, A.; Rampoldi, O.; Torres, A.; Mañay, N.*

Cátedra de Toxicología e Higiene Ambiental - Facultad de Química

(Tel 9241809)

Email: [gmartinez@fq.edu.uy](mailto:gmartinez@fq.edu.uy)

El control biológico de exposición al benceno se indica para trabajadores de petroquímicas, gasolineras, aparcamientos subterráneos, talleres mecánicos y en la población en general afectada por la contaminación ambiental.

Los metabolitos urinarios referidos actualmente como biomarcadores son el ácido s-fenilmercaptúrico y el ácido trans trans mucónico (tt- mucónico).

El **objetivo** de este trabajo es desarrollar una metodología analítica para determinar ácido tt- mucónico urinario mediante cromatografía gaseosa (GC) con detector FID y lograr la utilización sistemática de una técnica accesible por GC como alternativa a la Cromatografía Líquida de Alta Performance (HPLC) ampliamente difundida para este análisis en la bibliografía.

**Metodología.** Se establecen pautas para la toma de muestra de la orina, que es sometida a un pretratamiento con extracción líquido-líquido para su posterior transformación química o derivatización obteniendo un compuesto volátil que se somete posteriormente a la cuantificación en el GC.

Se establecen las condiciones analíticas que permitan alcanzar los niveles de aceptabilidad de los parámetros de validación de la técnica.

El valor recomendado por la ACGIH 2008 para la población expuesta es de 500 ug/g de creatinina en orina. Se analizan **muestras de orina** pertenecientes a población trabajadores y población no expuesta (controles).

Los **resultados** demuestran que el método desarrollado es apropiado para control de exposición de trabajadores expuestos a benceno. Se observó que en el 10% de los casos estudiados el valor encontrado de ácido tt-mucónico en orina supera el valor recomendado por la ACGIH.

# ***MEDICAMENTOS***

## DETERMINACIÓN DE ELEMENTOS EN COMPRIMIDOS MULTIVITAMÍNICOS POR ESPECTROMETRÍA DE MASAS CON PLASMA DE ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP/MS)

Schuller, A.; Granada, C.; De Oliveira, M.H.; Díaz Gill, G.; Umpiérrez, E.

División EcoNatura, Laboratorio Díaz Gill Medicina Laboratorial S.A

[econatura@diazgill.com.py](mailto:econatura@diazgill.com.py)

Asunción – Paraguay

La determinación convencional de multielementos en comprimidos multivitamínicos por USP [1] implica el tratamiento en mufla para destruir la materia orgánica (de seis a ocho horas) a modo de eliminar interferencias, la digestión del residuo con agua regia o con ácido clorhídrico concentrado por una hora y la posterior preparación de las soluciones para ser medidas ya sea por Absorción Atómica o ICP/Óptico. Afortunadamente en la USP Forum de fin del año pasado [2] se dejó a criterio la utilización de métodos más rápidos aunque sin especificar las condiciones. Por tal motivo se diseñó un método de digestión de los comprimidos asistida por microondas utilizando las siguientes condiciones: 10 mg de la muestra, 10 mL de agua regia con un programa de temperatura de 10 minutos hasta alcanzar 200 °C, la misma se mantuvo durante 10 minutos adicionales, para su posterior dilución y análisis por ICP acoplado a un Espectrómetro de Masas.

Las condiciones del ICP/MS 7500cx fueron: OCR, utilizando gas Helio. RF Power (W): 1500, Carrier (L/min) 0.85, Make up gas (L/min) 0.20, He Gas flow (mL/min) 3.5. Los elementos monitoreados fueron Mg, K, Ca, Mn, Fe, Cu y Zn con las correspondientes masas 24, 39, 44, 55, 57, 63, 66. Obteniéndose para todos los elementos simultáneamente curvas de calibración con un  $R \geq 0,996$ .

En las condiciones descritas, con un sólo tratamiento de la muestra -mucho mas breve y controlado- en una sola corrida del Espectrómetro de Masas se pueden cuantificar siete elementos simultáneamente en el rango de ng/mL con una precisión mejor que la brindada por AA y a un costo equivalente por elemento.

Es un ejemplo claro de la simplicidad de la técnica y de su especificidad, ya que es el método de referencia en metrología química.

(1) USP 32-NF 27 Volumen 1. Suplementos Dietéticos: Vitaminas Oleosolubles e Hidrosolubles Solución Oral. Pag. 1231

(2) Pharmacopeial Forum Vol. 34 (6) [Nov.-Dec. 2008] Pág.. 1495

# ELIMINACIÓN DE INTERFERENCIAS EN EL TEST DE DISOLUCIÓN DE COMPRIMIDOS DE MALEATO DE CLORFENIRAMINA

*Araujo, J.; Pertuso, S.; Poggi, M.; Echeverría, N.*

Laboratorio Farmacéutico D.N.S.FF.AA., 8 de Octubre 3050, Montevideo, Uruguay.

[nataliaecheverria@hotmail.com](mailto:nataliaecheverria@hotmail.com), teléfono: 094907390

## Introducción

Al realizar el ensayo de disolución mediante espectrofotometría directa según farmacopea USP30 NF25 [1], en comprimidos recubiertos cuyo principio activo es maleato de clorfeniramina en dosis de 4 mg, se obtienen resultados sesgados por exceso. Esto es debido a la elevada interferencia de los excipientes respecto a la baja dosis de principio activo del comprimido. Por esta razón se busca eliminar dichas interferencias mediante técnica espectrofotométrica de derivadas.

## Objetivo

Eliminación de interferencias en la determinación de maleato de clorfeniramina en el ensayo de disolución según farmacopea USP30 NF25 [1] de comprimidos de maleato de clorfeniramina de 4 mg.

## Materiales y Métodos

La velocidad de disolución fue determinada para los comprimidos recubiertos de maleato de clorfeniramina y placebos mediante espectrofotometría en equipo Erweka DT 600. La absorbancia se mide mediante barrido entre 200 y 350 nm en espectrofotómetro Perkin Elmer Lambda 25. Sobre los espectros de orden cero se estudiaron órdenes de derivada y métodos pico-pico y base-pico. El número de puntos de derivada se varió entre 10 y 14 siendo los picos elegidos: máximo a 233 nm, máximo a 284 nm y mínimo a 263 nm.

## Resultados

Los datos obtenidos reflejan que el método de derivada segunda pico a pico a 263-284 nm y número de puntos 14 es por el cual se eliminan las interferencias, cumpliendo parámetros de validación.

El porcentaje de disolución del principio activo obtenido fue de 99.5 % (valor promedio) y un RSD de 3.2 %.

## Conclusión

El método de espectrofotometría de derivada segunda pico a pico a 263-284 nm y número de puntos 14 es eficiente para eliminar las interferencias presentes en comprimidos recubiertos de maleato de clorfeniramina en dosis de 4 mg.

## Bibliografía

[1] United States Pharmacopeial Convention, USP30-NF25, 1726.

## SEPARACIÓN DE ISOMEROS PRESENTES EN UN RADIOFÁRMACO DE $^{99m}\text{Tc}$ ( $^{99m}\text{Tc}$ -TRODAT) MEDIANTE HPLC DE FASE REVERSA

Giglio, J.; Rey, A.

E-mail: [jgiglio@fq.edu.uy](mailto:jgiglio@fq.edu.uy)

Cátedra de Radioquímica – Facultad de Química – UdelaR - Uruguay

Los Radiofármacos son preparados radiactivos aptos para ser administrados en seres humanos. Se administran a nivel de “trazas” y no producen efectos farmacológicos sino que la energía emitida en el decaimiento radiactivo es responsable de su función debido a que permite la detección externa.

El TRODAT es un tropano derivado de la cocaína que marcado con [ $^{99m}\text{Tc}$ ] posibilita el estudio “in vivo” de los transportadores dopaminérgicos.

Para la determinación de su pureza radioquímica (PR), es necesario el empleo de la técnica de HPLC acoplada a un detector de radiación gamma. Esto es debido a que por la baja concentración en que se encuentra no es posible el empleo de otra técnica analítica. Dado que el  $^{99m}\text{Tc}$ -TRODAT presenta dos isómeros es deseable lograr su separación y cuantificación, para lo cual en general es necesario contar con una columna quiral.

En este trabajo se realizó la determinación de la PR y separación de los isómeros del  $^{99m}\text{Tc}$ -TRODAT empleando una columna de fase reversa Microbondapack C18 Waters de 3.9 x 300 mm. Como fase móvil se empleó A: Acetato de amonio 50 mM pH=7; B: Acetonitrilo en un gradiente lineal 0 a 10 minutos de 0 % B a 100 % B. El flujo utilizado fue de 1.0 mL/ min y se trabajó a temperatura ambiente. Como detector gamma se empleó un contador de centelleo sólido de 2”x2” de pozo acoplado al HPLC.

Con el sistema descrito se logró la separación de ambos isómeros, los que presentaron tiempos de retención de 12.8 min y 13.5 min respectivamente. El coeficiente de variación resultó menor a 1.5% (5 determinaciones) y la resolución fue de 3.8.

Se concluye que es posible la determinación de la pureza radioquímica y la separación de los isómeros presentes en el  $^{99m}\text{Tc}$ -TRODAT mediante el empleo de una columna de fase reversa estándar.

Agradecimientos: TECHI S.A.

Figura 1 – Estructura del  $^{99m}\text{Tc}$ -TRODAT

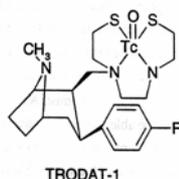
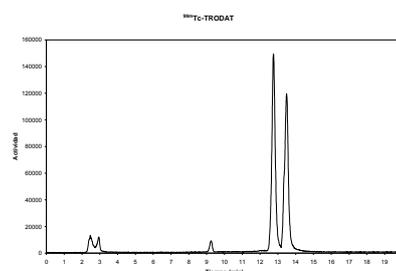


Figura 2 – HPLC  $^{99m}\text{Tc}$ -TRODAT



# ***QUIMIOMETRÍA***

# USE THE BIOMASS OF AGAVE SISALANA (SISAL) AS SOLID-PHASE EXTRACTOR FOR PRECONCENTRATION AND DETERMINATION OF Cd(II) AND Pb(II) FROM NATURAL WATER EMPLOYING SEQUENTIAL MULTI-ELEMENT FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY

*dos Santos, W.N.L.<sup>\*1</sup>; Cavalcante, D.D.<sup>1</sup>; das Virgens, C.F.<sup>1</sup>; Dias, F.S.<sup>2</sup>*

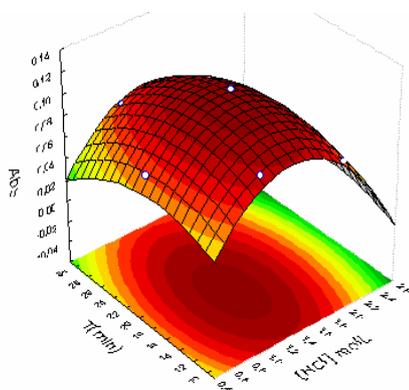
1- Universidade do Estado da Bahia, Rua Silveira Martins, 2555, Cabula. Salvador-Bahia-Brazil, CEP: 41.195.001. E-mail: [wlopes@uneb.br](mailto:wlopes@uneb.br)

2- Universidade Federal do Recôncavo Bahiano, Cruz das Almas-Bahia-Brazil

A biomass of agave sisalana (sisal) was used as a natural adsorbent for solid phase extraction of ions Pb(II) and Cd(II) from aqueous solution and determination by sequential multi-element flame atomic absorption spectrometry (FS FAAS). The potential of biomass was evaluated based on adsorption studies and adsorption isotherms applied to the Langmüir model, it was possible to verify that no modified sisal present a higher adsorption capacity for both metals. The infrared spectroscopy and thermogravimetry analysis were used for elucidation of possible functional groups responsible for the uptake of Cd (II) and Pb (II). The biomass was used in a procedure for simultaneous preconcentration and determination of Cd and Pb from natural waters employing FS FAAS. Tests preliminary were made for to establish the mass of sisal, the need of complexing reagent and the value of pH for the retention of the metals. The optimization step

was performed by using full factorial design e Doehlert matrix (Fig.1).

The optimal conditions for extraction (eluent kind, eluent concentration, effect of time) were studied as well as the analytical characteristics of the method were obtained. This way, 1.00 g amount of sisal sample, without use complexing agent, were aditioned in 500 mL of solution sample, preconcentration factor was 100. The method allows the determination of cadmium and lead with detection limits of  $0.05 \mu\text{g L}^{-1}$  and  $1.04 \mu\text{g L}^{-1}$  respectively. The accuracy was confirmed by analysis of a certified reference material of natural water.



This method was applied for the determination of cadmium and lead in natural water samples collected in Salvador City, Brazil.

1.- O. D. Uluozlu, A. Sari, M. Tuzen, M. Soyak, *Bioresource Technology* 99 (2008) 2972–2980

# APLICACIÓN DE LA ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO CERCANO (NIR) EN LA PREDICCIÓN DE LA MADUREZ AROMÁTICA DE UVAS TANNAT

Boido, E.<sup>a</sup>; Cozzolino, D.<sup>b</sup>; Fariña, L.<sup>a\*</sup>; Piriz, M.<sup>a</sup>; Carrau, F.<sup>a</sup>; Cynkar, W.U.<sup>b</sup>; Smith, P.A.<sup>b</sup>; Dellacassa, E.<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Sección Enología, Facultad de Química, UdelaR, Av. Gral. Flores 2124, 11800 Montevideo, Uruguay; Tel: + 598 2 924 8194. E-mail: [lfarina@fq.edu.uy](mailto:lfarina@fq.edu.uy)

<sup>b</sup>The Australian Wine Research Institute, Waite Road, Urrbrae, PO Box 197, Adelaide, SA 5064 Australia; Fax: + 61 8 8303 6601

La concentración de compuestos aromáticos glicosilados es determinante en las características aromáticas del vino, y su cuantificación puede ser un indicador muy útil para los enólogos en la determinación de la madurez óptima de las uvas.

En este trabajo se examina el potencial del NIR y la quimiometría para determinar la concentración de diferentes compuestos aromáticos glicosilados en uvas Tannat. Se analizaron muestras de diferentes regiones cosechadas en dos años consecutivos. Se midió el espectro entre 1100 y 2500 nm, por transreflectancia para el jugo, y por reflectancia para el homogenizado de uva. Los compuestos aromáticos glicosilados se analizaron según se ha reportado previamente [1]. Se desarrollaron las ecuaciones de calibración entre los datos de compuestos aromáticos y la información NIR usando cuadrados mínimos parciales (PLS), se calculó el coeficiente  $R^2$  y el error estándar de la validación cruzada (SEVC). Las ecuaciones de calibración fueron seleccionadas minimizando el SEVC y se determinó la desviación predictiva residual (RPD).

Los mayores valores de RPD se obtuvieron para fenoles volátiles ( $R^2$  0.76, RPD 3.8 en jugo y  $R^2$  0.55, RPD 2.5 en homogenizado) y para norisoprenoides ( $R^2$  0.85, RPD 1.9 y  $R^2$  0.83, RPD 1.5 en jugo y homogenizado respectivamente). Estos resultados demuestran que es posible usar el NIR para calificar los diferentes lotes de fruta según su concentración de fenoles volátiles y norisoprenoides que son los compuestos cuantitativamente más importantes asociados a las características aromáticas de los vinos Tannat [1]. Se concluye que la combinación del NIR con quimiometría puede ser usada como una herramienta rápida para su uso en durante la cosecha.

[1] E.Boido, A. Lloret, K. Medina, L. Fariña, F. Carrau, G.Versini, E. Dellacassa, J. Agric. Food Chem. 51 (2003) 5408-5413.

# EMPREGO DE OTIMIZAÇÃO MULTIVARIADA NO DESENVOLVIMENTO DE UM MÉTODO PARA SEPARAÇÃO DE FERRO EM MATRIZ DE ALUMÍNIO

*Portugal, L.A. (PG); Pinto, V.S. (IC); Ferreira, S.L.C. (PQ)\**

\* [slcf@ufba.br](mailto:slcf@ufba.br) (+55 71 9117-8046)

Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Salvador, Bahia, Brasil

O alumínio é um metal usado em vários campos da ciência e tecnologia, entretanto, sua qualidade pode ser alterada dependendo das concentrações de alguns elementos presentes na matriz, entre eles, o ferro.

Vários autores têm reportado dificuldades de determinação de alguns metais em matrizes de alumínio empregando técnicas espectroanalíticas devido às interferências químicas e/ou espectrais. A determinação de ferro em matrizes de alumínio empregando espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS) e a espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES) apresenta resultados incorretos devido a interferências da matriz [1]. Assim, a determinação de ferro em matrizes de alumínio empregando estas técnicas requer uma etapa de separação prévia.

Este trabalho propõe um sistema de separação de ferro de matriz de alumínio usando extração em fase sólida, tendo espuma de poliuretano como sorvente [2] e o tiocianato como complexante. A etapa de otimização foi estabelecida fazendo um planejamento fatorial de dois níveis, envolvendo as seguintes variáveis: tempo de agitação, massa de espuma de poliuretano e concentração de tiocianato. Os resultados demonstraram que as variáveis que mais influenciam o sistema são: concentração de tiocianato e massa de espuma, ambas com efeitos positivos. Por outro lado, o teste de curvatura demonstra uma condição de máxima extração na região do ponto central do domínio experimental estudado.

O procedimento foi usado para determinação de ferro em amostras reais ricas em alumínio.

[1] Jesus, D.S.; Korn M.G.; Ferreira, S.L.C.; Carvalho, M. Spectrochim. Acta B, 2000, 55, 389.

[2] Lemos, V. A.; Santelli, R. E.; de Carvalho, M. S.; Ferreira, S. L. C. Spectrochim. Acta, B,2000, 55, 1497.

# TÉCNICAS DE ANÁLISE MULTIVARIADA E UNIVARIADA PARA AVALIAÇÃO DA HOMOGENEIDADE DURANTE A PREPARAÇÃO DE UM MATERIAL DE REFERÊNCIA DE FARINHA DE TRIGO

*Ferreira, S.L.C.<sup>1\*</sup>; Lima, D.C.<sup>1</sup>; Araujo, R.G.O.<sup>2</sup>; Scarminio, I.S.<sup>3</sup>; Bruns, R.E.<sup>4</sup>*

[\\*slcf@ufba.br](mailto:slcf@ufba.br)

<sup>1</sup> Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Salvador, Bahia, Brazil.

<sup>2</sup> Universidade Federal de Sergipe, Centro de Ciências Exatas e Tecnologia, Departamento de Química, São Cristóvão, Sergipe, Brazil.

<sup>3</sup> Universidade Estadual de Londrina, Departamento de Química, 86055-900 Londrina, PR.

<sup>4</sup> Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, 13083-970 Campinas-SP, Brazil

O teste de homogeneidade para todos os projetos produção de materiais de referência (MR) fornece informações sobre as variabilidades possíveis da heterogeneidade nos problemas relacionados à preparação, principalmente em materiais granulados [1]. Sendo assim, este avalia a qualidade do material que foi preparado [2].

A homogeneidade foi realizado em um candidato a MR de farinha de trigo como é especificado pelo GUIA ISO Guide 35 [3].

A determinação de Fe, Ca, Mn, Zn, P, Ba, Sr e Cu no MR foi realizada por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES).

O tratamento dos dados obtidos foi utilizado técnicas multivariadas: análise de componentes principais (PCA) e de agrupamentos hierárquicos (HCA).

A PCA mostrou que as duas primeiras PCs totalizam 72% da variabilidade dos dados. Logo, observou-se que não existe uma discriminação dos diferentes lotes analisados. Mas foram identificadas outliers, sendo estes responsáveis pelo aumento da variância neste estudo. A análise de variância fator único dos escores indicou que não há diferença significativa dos diferentes lotes analisados ao nível de 5%.

A HCA, o dendograma foi obtido pela ligação das subamostras pelo método de Ward's que mostrou a formação de 6 grupos distintos de amostras com o grau de 84% de similaridade entre si e os "atípicos" da PCA identificados em um grupo menor.

Portanto, as análises multivariadas indicam que não existe diferença da composição minerais nos diferentes lotes do MR.

[1] Utilização de matérias de referência certificados, Associação Brasileira de Normas Técnicas ISO Guide 33, Rio de Janeiro, 28p., 2002.

[2] Calibração em química Analítica e uso de materiais de referência certificados. Associação Brasileira de Normas Técnicas ABNT ISO Guide 32, Rio de Janeiro, 7p., 2000.

[3] Reference materials – General and statistical principles for certification Associação Brasileira de Normas Técnicas ISO GUIDE 35, Geneva, 64p., 2006.

# UTILIZAÇÃO DE FERRAMENTAS QUIMIOMÉTRICAS PARA AVALIAÇÃO DOS PADRÕES FÍSICO-QUÍMICOS DE QUALIDADE DE ÁGUAS POTÁVEIS DE MUNICÍPIOS DO ESTADO DA BAHIA

Ferreira, S.L.C.<sup>1</sup>; Duarte Sales Carvalho, R.<sup>2</sup>; Lemos de Brito, R.<sup>2</sup>; Barbosa Bramont, W.<sup>2</sup>; Sanches dos Reis, P.<sup>1,2\*</sup>

1 – Programa de Pós-Graduação em Química. Universidade Federal da Bahia. Instituto de Química. Rua Barão de Geremoabo, s/n. Campus de Ondina. CEP 40170-290.

Telefone: (+55 71 92352807). Salvador-Bahia-Brasil. \*[reisps@yahoo.com.br](mailto:reisps@yahoo.com.br)

2 – Laboratório de Bromatologia. Universidade Federal da Bahia. Faculdade de Farmácia. Rua Barão de Geremoabo, s/n. Campus de Ondina. CEP 40170-290. Salvador-Bahia-Brasil

O objetivo deste trabalho foi utilizar ferramentas quimiométricas para avaliação dos padrões físico-químicos de qualidade de águas potáveis coletadas em torneiras de uma rede de supermercados no município de Salvador e região metropolitana no estado da Bahia. Foram utilizadas 53 amostras de águas coletadas aleatoriamente durante o mês de janeiro/2009 em cinco municípios de no Estado da Bahia. As análises de água foram realizadas de acordo com o *Standard Method for the Examination of Water and Wastewater, EUA*. A faixa de valores encontrada para as amostras analisadas foi, respectivamente: 0,00-0,03 mg. L<sup>-1</sup> para o alumínio; 0,03-0,04 mg. L<sup>-1</sup> para amônia; 14,59-130,24 mg. L<sup>-1</sup> para cloretos; 14,53-182,76 mg. L<sup>-1</sup> para dureza; 0,00-0,24 mg. L<sup>-1</sup> para o ferro; 50,67-433,33 mg. L<sup>-1</sup> para sólidos totais dissolvidos (STD); 0-75 mg. L<sup>-1</sup> para sulfatos; 0,2-3,5 mg. L<sup>-1</sup> para cloro residual; 0,06 mg. L<sup>-1</sup> para nitrito; 0,7-6,6 mg. L<sup>-1</sup> para nitrato (como N); 0,11-0,79 mg. L<sup>-1</sup> para fluoreto; 0,00-0,38 mg. L<sup>-1</sup> para cobre; 0,10-4,15 UT para turbidez; 4,15-9,34 para pH e 50,7-638  $\mu\text{S. cm}^{-1}$  para condutividade. A partir da matriz dos resultados (53x15), os dados foram auto-escalonados. Efetuou-se posteriormente um estudo de Análise de Componentes Principais (ACP) que concentrou 52,06% da variabilidade total do sistema em três componentes. Na primeira componente (PC1) com 24,16% de variabilidade evidenciou-se correlações positivas entre os teores de cloretos, a condutividade e STD; Em (PC2) com 18,01% de variabilidade, as variáveis que se correlacionam negativamente foram nitrato e fluoreto; Em (PC3) com 9,88% de variabilidade os parâmetros turbidez e dureza também apresentam correlação negativa. Das amostras analisadas, apenas duas estavam fora de conformidade com a legislação brasileira devidos os altos valores de cloro residual. Entretanto, utilização do estudo de ACP possibilitou evidenciar que as amostras de águas coletadas podem ser consideradas homogêneas.

Agradecimento: CNPq-Brasil.

## Índice de autores

Alarcón, M.....	65	de Jesus, D.S.....	23
Alvarez, C. ....	56	de Jesus, R.M. ....	13, 22, 32
Alves, J. ....	69	De Oliveira, M.H.....	74
Amuedo V. ....	24	De Paula, S. ....	62
Andrade, N.....	52	Dellacassa, E.....	61, 78
Araújo, A.S.....	42	Delmonte, D.....	16
Araujo, J.....	75	Di Bernardo, M.....	26
Araujo, R.G.O. ....	80	Di Bernardo, M.L.....	34, 65, 68
Aureliano, M. de O.....	18	Dias, F.S. ....	44
Azambuja, D. ....	69	Díaz Gill, G.....	74
Baldyga, N. ....	24	Díaz, O.....	47
Barbosa Bramont, W. ....	81	Dol, I.....	11, 41
Barbosa, L.S.....	29	Domínguez, N.....	43
Barboza, N.....	49	dos Santos, W.N.L.....	42, 44
Barneche, S. ....	71	Dotta, G.....	37, 48
Barreiro, L.....	10	Duarte Sales Carvalho, R. ....	81
Barrella, L. ....	15	Duarte, F.J.B.....	23
Billiris, A. ....	37	Echeverría, N.....	75
Bizzi, C.A. ....	17	Estín, A.L. ....	12
Boido, E. ....	61, 78	Estrella, L.....	36
Bono, R.....	47	Fariña, L.....	61, 78
Brandão, G.C.....	18	Ferreira, L.R.....	17
Bruné, V.....	63	Ferreira, S.L.C. ....	13, 18, 22, 32, 42, 79, 80, 81
Bruns, R.E. ....	80	Ferrer, M.....	10
Bühl, V. ....	57	Flores, E.M.M.....	17
Bussi, J. ....	12	Flores, L. ....	53, 61
Callejas, C. ....	14	Fornaro, L. ....	70
Campderrós, M.E.....	21	García, M.Y.....	26, 34, 68
Carrau, F.....	61, 78	Geisenblosen, C. ....	30
Carrero, P. ....	65	Giglio, J. ....	76
Casas, L.....	50	Gil, G.....	10, 25
Castro, G. ....	59	Gómez, B. ....	36
Castro, M.C.R.....	29	Gómez, F. ....	15
Castro, S. ....	14	González P. ....	53
Cavalcante, D.D.....	44	Gonzalez, N. ....	62
Cea, J. ....	50	González-Neves, G.....	10, 25
Clavijo, G. ....	67	Granada, C. ....	74
Colaianni, P. ....	59	Hatje, V. ....	32
Colasurdo, V.....	47	Heinzen, H. ....	70, 71
Colazzo, M.....	70	Heller, T. ....	56
Colmenares, R.....	65	Hernández, C.....	26
Constantino, P. ....	51	Hernández, Y.....	26
Cousillas, A.....	72	Huertas, R.....	43
Cousillas, Z.....	56	Irigoyen, J. ....	63
Cozzolino, D. ....	78	Keel, K. ....	64, 66
Crubellati, R.....	28	Kim, M.L.....	45
Cynkar, W.U. ....	78	Knochen, M.....	11, 16, 40, 41
da Silva, J.B.B. ....	29	Labandera, F.....	57
Darré, E. ....	43	Laíz, J. ....	64, 66
das Virgens, C.F.....	44	Lanaro, V. ....	36
de Andrade, J.B.....	22	Lemos de Brito, R. ....	81

Lemos, V.A. ....	42	Rincón, J. ....	34
Lima, D.C. ....	80	Ríos, N. ....	26
Luna, J.R. ....	34	Rivas, K. ....	26, 34, 65, 68
Macedo, S.M. ....	32	Rodó, E. ....	49
Mañay, N. ....	56, 67, 72	Rodríguez, A. ....	62, 69
Martínez Savio, G. ....	72	Rodríguez, L. ....	34, 65
Martínez, C. ....	65	Rojas, E. ....	65
Martínez, M.J. ....	39	Rojas, L. ....	26
Martínez, S. ....	62	Rondón, C. ....	34, 65, 68
Mejías, R. ....	34	Roquet, M. B. ....	59
Mesko, M.F. ....	17	Rosadilla, M. ....	15, 52, 57
Míguez, D. ....	39	Rufener, C. ....	30
Minteguiaga, M. ....	71	Sanches dos Reis, P. ....	81
Miranda de Contreras, L. ....	68	Sanson, P. ....	52
Miró, M. ....	42	Santos, J.V.S. ....	42
Mollo, A. ....	16	Saraiva, E.M. ....	17
Morales, A. ....	34, 65	Scarmínio, I.S. ....	80
Morales, Y. ....	26, 34, 65, 68	Schneid, J.K. ....	17
Moyna, P. ....	62	Schuller, A. ....	74
Neto, W.B. ....	29	Sergio M. ....	25
Noguerol, I. ....	70	Sica, A. ....	51
Ortega, A. ....	55	Silva, J. ....	11, 41
Ortiz, P. ....	31	Silva, R. ....	48
Ortiz, P.I. ....	33	Simoens, M. ....	50
Oyarzábal, J. ....	59	Simone, P. ....	28
Palomeque, M.E. ....	33	Sixto, A. ....	40
Pereira, J.S.F. ....	17	Smith, P.A. ....	78
Pereira, L.A. ....	29	Suarez, G. ....	69
Pereira, V.A. ....	17	Suburú, G. ....	36, 37, 48
Pérez Padilla, A. ....	21	Tissot, F. ....	57
Pérez, A. ....	70, 71	Tomasso, M. ....	61
Pérez, J. ....	11	Torre, A. ....	24
Pérez, L. ....	26	Torre, M.H. ....	63
Pérez, R. ....	41, 43	Torres, A. ....	72
Perino, E. ....	21, 59	Torres, M. ....	24
Pertuso, S. ....	75	Tosar, J.P. ....	64, 66
Pfaffen, V. ....	31	Trías, M. ....	53
Pinto, V.S. ....	79	Tudino, M.B. ....	45
Pioda, C. ....	63	Ubalde, M. ....	14
Piriz, M. ....	78	Umpiérrez, E. ....	30, 74
Pistón, M. ....	11, 41	Usubillaga, A. ....	26
Poggi, M. ....	75	Uzcateguá, N. ....	26, 68
Portugal, L.A. ....	79	Verger, M. ....	43
Prates, L.S. ....	23	Viera, S. ....	43
Queijo, C. ....	69	Vila, I. ....	43
Queirolo, M. ....	57	Vispo, E. ....	52
Rampoldi, O. ....	67, 72	Windmöller C.C. ....	29
Rengifo, C. ....	26	Wunderlin, D. ....	31
Rey, A. ....	76	Yáñez, C. ....	26
Rinaldoni, A.N. ....	21	Zugarramurdi, M. ....	43