

QA

Química Analítica e Ambiental

Aplicação de métodos quimiométricos para discriminação de diferentes marcas de chá de boldo do Chile.

*Patricia K. Soares (IC)¹, Dilson N. Ishikawa (PQ)¹, Ieda S. Scarmínio (PQ)¹, Paulo L. Takano (IC)¹, Décio C. Zocoler (PQ)². patty@buscartigo.com.br

¹Departamento de Química, Universidade Estadual de Londrina, CP 6001, Londrina-PR, ²IAPAR - Instituto Agrônomo do Paraná, Rod. Celso Garcia Cid, Km 375, Londrina-PR.

Palavras Chave: boldo do Chile, AES-ICP, métodos quimiométricos.

Introdução

O chá é uma das bebidas mais consumidas em todo o mundo. No Reino Unido, na média, cada pessoa consome um litro de chá por dia. Estudos recentes tem mostrado que o chá possui efeitos benéficos à saúde, incluindo a diminuição do colesterol, depressão e hipertensão. Atua também como antioxidante, antibacteriano e ainda protege o organismo contra doenças cardiovasculares e câncer. O boldo do Chile, *Pneumus boldus Molina*, da família Monimiácea desenvolve-se em regiões tropicais e subtropicais. Como o próprio nome diz esta planta é originária do Chile, mais especificamente da região montanhosa da Cordilheira dos Andes. Na medicina popular, o que se aproveita do boldo são somente as folhas, a partir das quais se faz o chá, que apresenta propriedades analgésicas, tônicas, estimulantes e de proteção gástrica. O presente trabalho teve por objetivo avaliar a possibilidade de discriminação entre diferentes marcas de chá de boldo do Chile baseado no conteúdo de alguns metais (Ca, Mg, Al, Fe, Cu, Zn, Mn e Ba), P e S por AES-ICP e de K por fotometria de chama. Foram selecionadas seis marcas de chá de boldo do Chile às quais foram atribuídas as letras A, B, C, D, E e F. As amostras foram homogeneizadas, secas em estufa com circulação de ar forçado e moídas em moinho mecânico com peneira de 1mm. Os extratos foram preparados por digestão úmida de 500 mg de amostra, com uma solução de HNO₃ 65% (Biotec) e HClO₄ (QM Reagentes Analíticos) na proporção de 4:1. A análise e interpretação dos dados foram realizadas através dos métodos quimiométricos de Análise das Componentes Principais (PCA) e Análise de Agrupamentos Hierárquica (HCA).

Resultados e Discussão

Aplicando-se a PCA, observou-se que a primeira componente principal (CP1) explica 50,9% da variância contida nos dados e tem maior contribuição das variáveis Ca, P, Al, Fe, Zn, e Mn. A segunda componente principal (CP2) que explica 26,4% da variância apresenta maior contribuição para Mg e K, enquanto que a terceira componente principal (CP3) explica 13,3% da variância com maior contribuição do Cu. A projeção das amostras

na CP1 com CP2, possui 77,3% de informação retida nos dados onde as amostras A e C ficam em lados opostos de CP2 enquanto as demais estão localizadas no ponto intermediário. Através do gráfico também podemos verificar que as amostras de chá da marca D apresentaram concentração mais elevada de Ca e P, seguida pelas marcas B e E. Na CP3 observou-se que as amostras de chá da marca C apresentaram maior concentração de Cu que as demais. O dendrograma obtido através da Análise de Agrupamentos Hierárquica mostrou a formação de cinco grupos distintos onde as amostras D e B formam um único grupo.

Conclusões

Os resultados indicaram que todas as amostras são diferentes, apesar de serem de mesma origem. As diferenças nas concentrações principalmente de Ca, P e Cu podem ser decorrentes da diferença de disponibilidade destes elementos nos solos em que essas plantas foram cultivadas e também do uso de pesticidas e fertilizantes¹ por seus produtores.

Agradecimentos

CAPES/PADCT

Aos Srs. Valdemar de Oliveira Neto e Moisés de Aquino (EMBRAPA) e ao IAPAR pelo apoio técnico.

¹HERRADOR, M. A.; GONZÁLEZ, A. G. Pattern recognitions procedures for differentiation of Green, Black and Oolong teas according to their metal content from inductively coupled plasma atomic emission spectrometry, Talanta, v. 53, p. 1249-1257, 2001.

Perfil voltamétrico de flavonóides com e sem o grupo -o-rutinosídeo no anel C

Cristine Durante de Souza (IC)*, Ana Karina Timbola (PG), Cristiano Giacomelli (PG) e Almir Spinelli (PQ).

GEPEEA – Grupo de Estudos de Processos Eletroquímicos e Eletroanalíticos, Universidade Federal de Santa Catarina, Departamento de Química, CFM, 88040-900, Florianópolis – SC. *correio eletrônico: cristine@gmc.ufsc.br

Palavras Chave: Flavonóides, Eletroquímica, Antioxidantes.

Introdução

Os flavonóides são compostos fenólicos que constituem uma classe de substâncias naturais e que apresentam atividade biológica diversificada, sendo a atividade antioxidante uma das principais. No metabolismo celular os flavonóides atuam como seqüestradores de radicais livres através de reações de transferência de elétrons, inibindo a peroxidação lipídica. É evidente, portanto, a necessidade de compreender o comportamento eletroquímico dos flavonóides, já que suas reações envolvem processos de transferência de carga. Dando continuidade ao estudo eletroquímico de flavonóides¹, o presente trabalho tem como objetivo estudar as diferenças no perfil voltamétrico de dois flavonóides (Fig. 1), visando a compreensão do mecanismo de eletro-oxidação em meio hidroalcoólico e da correlação estrutura-atividade antioxidante.

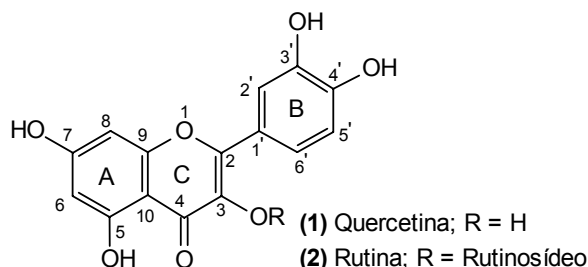


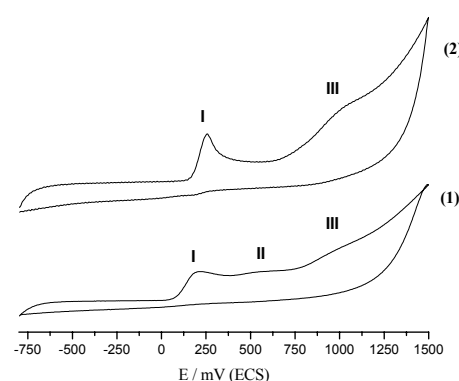
Fig. 1. Estrutura química dos flavonóides.

Resultados e Discussão

A Fig. 2 mostra os voltamogramas cíclicos sobre eletrodo de carbono vítreo para os flavonóides (1) e (2) 0,8 mmol.dm⁻³ em meio etanol/solução aquosa de KH₂PO₄/K₂HPO₄ (ambos 0,5 mol.dm⁻³) 50/50 (v/v), em pH = 7,4 para velocidade de variação do potencial (v) de 200 mV.s⁻¹. O pico I, corresponde à oxidação do grupo catecol (posições C3' e C4' do anel B). O potencial para este pico depende linearmente do pH com $\delta E_p^1 \cdot \delta pH^{-1} \approx -60$ mV. pH⁻¹, indicando que o número de prótons (m) e elétrons (n) envolvidos na reação é igual, sendo neste caso $m = n = 2$. O produto da reação de eletro-oxidação no pico I é a orto-quinona correspondente, a qual é eletroquimicamente ativa, mas instável. Para (1), a instabilidade do produto formado é maior devido ao ataque nucleofílico da hidroxila situada no C3 à

posição C6', seguida de tautomerização ceto-enólica, originando um éter cíclico. Para (2), esta reação não é favorecida devido a menor nucleofilicidade do substituinte –O-Rutinosídeo.

Fig. 2. Voltamogramas cíclicos para os



flavonóides (1) e (2) 0,8 mmol.dm⁻³ em meio hidroalcoólico 50/50 (v/v) (C_{vítreo}; pH 7,4 e $v = 200$ mV.s⁻¹)

O pico II, observado apenas para (1) e $v > 20$ mV.s⁻¹, corresponde à oxidação da hidroxila ligada ao carbono 3. Este fato comprova o ataque nucleofílico intramolecular promovido pela hidroxila em (1), e pode, adicionalmente, ser empregado como critério na determinação voltamétrica seletiva de compostos fenólicos. O pico III, embora não esteja bem claro na Fig. 2, corresponde à oxidação dos grupos substituintes das posições C5 e C7 do anel A, originado quinonas.

Conclusões

O mecanismo de eletro-oxidação de flavonóides e a estabilidade dos produtos formados dependem do substituinte em C-3, o qual é um dos responsáveis pela reação posterior à formação da orto-quinona em I.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq e à UFSC.

¹ Timbola, A. K.; Giacomelli, C.; Pizzolatti, M. G. e Spinelli, A. *Anais do XIII Simpósio Brasileiro de Eletroquímica e Eletroanalítica*, 2002, 13, 38.

Estudos preliminares sobre a oxidação eletroquímica do eugenol e do bis-eugenol em meio hidro-alcoólico

Fernando Carlos Giacomelli (IC)*, Ana Karina Timbola (PG), Cristiano Giacomelli (PG), Paulo César Leal (PG) e Almir Spinelli (PQ).

GEPEEA – Grupo de Estudos de Processos Eletroquímicos e Eletroanalíticos, Universidade Federal de Santa Catarina, Departamento de Química, CFM, 88040-900, Florianópolis – SC. *correio eletrônico: fcarlos@qmc.ufsc.br

Palavras Chave: Eugenol, Bis-eugenol, Eletroquímica.

Introdução

O Eugenol (**1**) (4-*alil*-2-metoxifenol – Fig.1), é extensamente utilizado como componente do cimento de óxido de zinco em odontologia e como agente aromatizante em cosméticos e produtos alimentícios¹. O Eugenol (**1**) e o Bis-eugenol (**2**) (3,3'-dimetóxi-5,5'-di-*alil*-1,1'-bifenil-2,2'-diol – Fig.1), possuem diversas atividades biológicas, tais como atividade anticarcinogênica, antioxidante e pro-oxidante¹. As propriedades antioxidantes estão associadas à capacidade de estabilizar e/ou doar elétrons e de inibir a peroxidação lipídica¹. Uma vez que o mecanismo de oxidação destes compostos não está bem caracterizado, este trabalho descreve os resultados preliminares acerca do comportamento eletroquímico dos compostos (**1**) e (**2**) em meio hidro-alcoólico, enfatizando as diferenças no perfil voltamétrico e no mecanismo de eletro-oxidação.

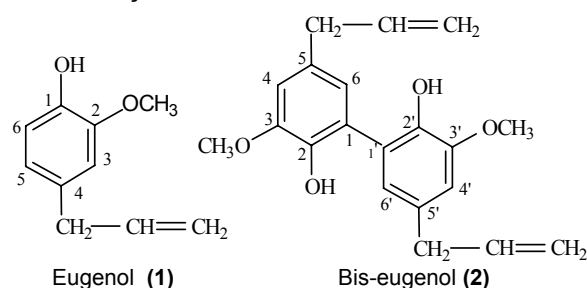


Fig.1. Estrutura química dos compostos estudados.

Resultados e Discussão

A Fig. 2 mostra o voltamograma cíclico sobre um eletrodo de carbono vítreo para (**1**) 1 mmol.dm⁻³ em meio etanol/solução aquosa de KH₂PO₄/K₂HPO₄ (ambos 0,5 mol.dm⁻³) 50/50 (v/v), em pH = 7,4 para velocidade de variação do potencial (*v*) de 200 mV.s⁻¹, no qual observa-se dois picos anódicos (I e II, $E_p^I = 0,60$ V e $E_p^{II} = 1,12$ V) e dois picos catódicos (III e IV, $E_p^{III} = -0,22$ V e $E_p^{IV} = -1,05$ V). Com base nos resultados de estudos sobre a atividade antioxidante e pro-oxidante², um mecanismo de oxidação para (**1**) foi proposto, o qual envolve a formação da quinona (2-metóxi-4-*alil*dieno-2,5-ciclohexadien-1-ona), que reage formando (**2**). Na seqüência, ocorre a oxidação de (**2**), formando uma espécie mono-quinonóide. Com o objetivo de comprovar a formação desta espécie mono-

quinonóide a partir da oxidação de (**2**), foram traçados voltamogramas cíclicos de (**2**) nas mesmas condições experimentais de (**1**).

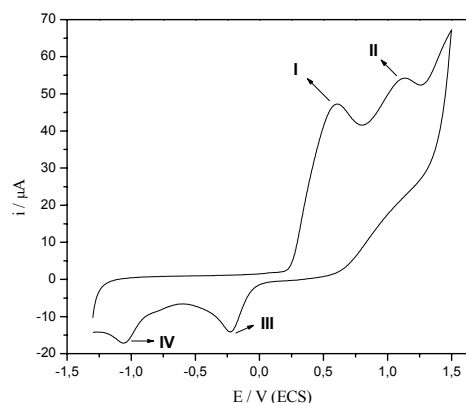


Fig. 2. Voltamograma cíclico de uma solução 1 mmol.dm⁻³ de Eugenol (**1**) em meio hidro-alcoólico 50/50 (v/v) ($C_{\text{vítreo}}$; pH 7,4; $v = 200$ mV.s⁻¹).

O perfil voltamétrico de (**2**) é similar ao de (**1**), entretanto, os potenciais de pico são substancialmente distintos ($E_p^I = 0,35$ V, $E_p^{II} = 0,82$ V, $E_p^{III} = 0,27$ V e $E_p^{IV} = 0,05$ V). Essas informações sugerem que a espécie mono-quinonóide não é o único produto da oxidação de (**2**). Também não há evidências da formação de (**2**) a partir da oxidação de (**1**).

Conclusões

O perfil voltamétrico para os compostos (**1**) e (**2**) é diferente e indica que o mecanismo de oxidação e a estabilidade dos produtos formados são distintos. Em adição, estes resultados não permitem concluir que (**2**) forma-se a partir da oxidação de (**1**), conforme o mecanismo proposto em estudos sobre a ação antioxidante e pro-oxidante do Eugenol.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, PIBIC e à UFSC.

¹ Atsumi, T.; Fujisawa, S.; Satoh, K.; Sakagami, H.; Iwakura, I.; Ueha, T.; Sugita, Y. e Yokoe, I. *Anticancer Research*, **2000**, *20*, 2519.

² Ogata, M.; Hoshi, M.; Urano, S. e Endo, T. *Chemical & Pharmaceutical Bulletin*, **2000**, *48* (10), 1467.

Precipitação físico-química de fósforo de efluente de parboilização de arroz em função da agitação e do CaCl_2 .

Fabiane G. da Silva^{1*} (IC), Cecília S. Fonseca¹ (IC), Cibele E. Lange¹ (IC), Tiago Zschornack¹ (IC), Ieda M. B. dos Santos¹ (PQ)

¹Laboratório Controle de Poluição – DCTA – FAEM – UFPEL. Campus Universitário s/n – CP 354 – CEP 96010-900.

*fabigs@ufpel.edu.br

Palavras Chave: ambiente, indústria, métodos.

Introdução

A indústria de parboilização utiliza em média quatro litros de água por quilograma de produto, gerando um efluente que possui alta concentração de fósforo (P), em torno de 100 mg L^{-1} , devido ao encharcamento dos grãos que promove a hidrólise da fitina, substância presente nos grãos rica em fósforo². A remoção de P das águas residuárias é de extrema relevância, pois a descarga de compostos fosfatados em ambientes aquáticos, resulta em problemas ao ambiente como a eutrofização. Os métodos mais utilizados para remoção de fósforo envolvem os processos químicos de precipitação utilizando sais de cálcio, ferro ou alumínio³. O objetivo deste trabalho foi a remoção físico-química de fósforo em efluente de parboilização do arroz, previamente tratado em reator UASB, utilizando agitação e agitação com cloreto de cálcio como precipitante (CaCl_2) em vários tempos de contato.

Resultados e Discussão

Materiais e Métodos:

- Efluente da indústria de parboilização de arroz;
- “Jartest” de seis provas;
- Béquer de 1000 mL;
- Precipitante químico, CaCl_2 a 200 mg L^{-1} ;
- Solução de NaOH 6,0 M;
- Tempos de contato testados: 3, 6, 9, 12, 15, 18, 24, 30, 45, 60 e 90 min com e sem a adição de CaCl_2 ;
- Análise de fósforo solúvel total¹.

Fig 1. “Jartest” de seis provas utilizado na



precipitação química de P.

Resultados obtidos:

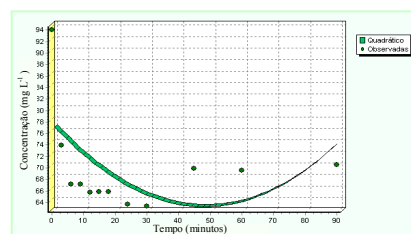


Fig 2. Concentração de fósforo em função da agitação no efluente de arroz parboilizado.

O sistema apresentou uma concentração mínima de P de $63,37 \text{ mg L}^{-1}$ aos 30 minutos.

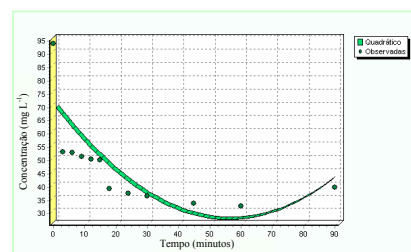


Fig 3. Concentração de fósforo em função da agitação com adição de CaCl_2 200 mg L^{-1} no efluente de arroz parboilizado.

No teste com agitação e adição de CaCl_2 a 200 mg L^{-1} a concentração mínima de P atingida foi de $32,95 \text{ mg L}^{-1}$ aos 60 minutos.

Conclusões

A máxima eficiência obtida foi no tempo de contato de 60 minutos, utilizando CaCl_2 a 200 mg L^{-1} , atingindo uma concentração mínima de P de $32,95 \text{ mg L}^{-1}$.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, FAPERGS.

¹ APHA - AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. 20ª edição. Washington: American Public Health Association. 1998.

² RIO GRANDE DO SUL. **Portaria SSMA nº 05/89**. Aprova a norma técnica SSMA nº 01/89, que dispõe sobre critérios e padrões de efluentes líquidos a serem observados por todas as fontes poluidoras que lancem seus efluentes nos corpos d'água interiores do Estado do Rio Grande do Sul. Diário Oficial do Estado do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 29 de março de 1989.

³ SARAIVA, L. B. **Pós-tratamento em efluentes de indústria de arroz parboilizado com reator SBR**. Rio Grande, 2001. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – FURG, 2001.

Quantificação de cloridrato de imipramina empregando espectros DRIFTS e regressão por mínimos quadrados parciais.

Janusa Goelzer Sabin¹ (IC)*, Marco Flôres Ferrão¹ (PQ), João Carlos Furtado² (PQ) e Rolf Fredi Molz² (PQ).

(1) Departamento de Química e Física; (2) Departamento de Informática - Universidade de Santa Cruz do Sul, Av. Independência, 2293, CEP: 96815-900 – Santa Cruz do Sul – RS. janusasabin@bol.com.br

Palavras Chave: infravermelho, quimiometria, cloridrato de imipramina

Introdução

Devido a constante evolução dos processos produtivos, cada vez mais se fazem necessários métodos analíticos que não provoquem impacto ambiental, bem como não necessitem de tratamentos demorados na amostra e que não alterem as características inerentes dos insumos industriais.

Neste sentido, o trabalho propõe a implementação de um método de quantificação do fármaco antidepressivo cloridrato de imipramina, a partir da espectroscopia por reflexão difusa no infravermelho com transformada de Fourier (DRIFTS)¹, combinada à regressão por mínimos quadrados parciais (PLS)²⁻³.

Resultados e Discussão

Espectros no infravermelho médio foram coletados em um espectrofotômetro FT-IR Magna 550 da Nicolet, sendo realizadas três réplicas para cada amostra, com resolução de 4cm^{-1} e 32 varreduras para cada espectro. O instrumento foi equipado com um acessório de reflectância difusa da PIKE, sendo os sinais coletados no formato $\log(1/R)$. De 35 amostras contendo o princípio ativo cloridrato de imipramina com concentrações entre 6 e 40% (obtidos por manipulação dos princípios ativos em amido P.A.), 24 amostras foram empregadas para a calibração e 11 para a validação. A calibração foi realizada com o método de regressão dos mínimos quadrados parciais (PLS) através do aplicativo Pirouette[®] 2.7 da Infometrix, utilizando os dados auto-escalados como pré-processamento. A validação dos modelos foi baseada na avaliação dos valores de RMSEV (*root mean square error of validation*). Foram selecionados oito modelos mais significativos, considerando os valores de RMSEV e o coeficiente de calibração (R^2). Uma avaliação da habilidade de quantificação destes modelos foi realizada fazendo-se a previsão das dosagens de formulações comerciais de diferentes fornecedores. Os resultados mostram que a escolha do tratamento dos dados, bem como o pré-processamento empregado refletem no desempenho dos modelos. Os conjuntos de dados modelados (espectros) apresentaram resultados mais satisfatórios para a modelagem na qual foi empregado os dados normalizados e com pré-processamento auto-

escalado, sendo o valor de RMSEV de 3,08% e o R^2 de 0,895. Para este modelo a curva de calibração é apresentada na **Figura 1**.

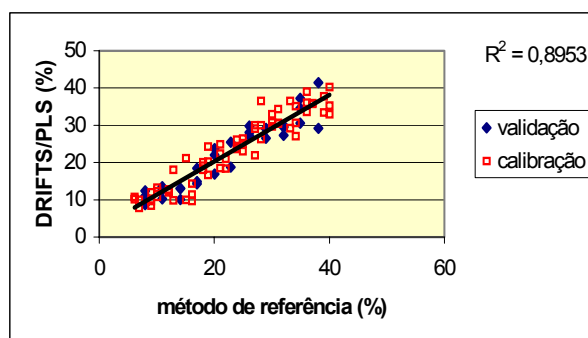


Figura 1. Distribuição das amostras de calibração e de validação para a previsão da concentração de cloridrato de imipramina do modelo com pré-processamento auto-escalado.

Conclusões

Através dos resultados pode-se concluir que os modelos de calibração, visando a quantificação de fármacos por meio dos métodos espectroscópicos de reflexão, são satisfatórios e constituem um método alternativo para a dosagem de princípios ativos em medicamentos, apresentando como principais vantagens a não destruição da amostra, a rápida execução da análise e a não geração de resíduos agressivos ao meio ambiente.

Agradecimentos

Os autores agradecem à empresa Cristália Produtos Químicos Farmacêuticos Ltda, pela doação das amostras dos fármacos e a Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado do Rio Grande do Sul.

¹ Ferrão, M.F. *Tecno-lóg*, **2001**, 5, 63.

² Carvalho, C.W. *et al. Redes*, **2002**, 7(esp.), 141.

³ Kozen, P.H.A., Furtado, J.C., Carvalho, C.W., *et al. Pesqui. Oper.*, **2003**, 23, 189.

Classificação de fármacos antidepressivos empregando modelagem SIMCA

Janusa Goelzer Sabin¹ (IC)*, Marco Flôres Ferrão¹ (PQ), João Carlos Furtado² (PQ) e Rolf Fredi Molz² (PQ).

(1) Departamento de Química e Física; (2) Departamento de Informática - Universidade de Santa Cruz do Sul, Av. Independência, 2293, CEP: 96815-900 – Santa Cruz do Sul – RS. janusasabin@bol.com.br

Palavras Chave: infravermelho, quimiometria, fármacos antidepressivos

Introdução

Nos últimos anos os Químicos Analíticos têm buscado desenvolver métodos analíticos que reduzam não só os procedimentos de preparação das amostras, como também a geração de resíduos nocivos ao ambiente na realização de determinada rotina de análise. As técnicas instrumentais no infravermelho próximo¹ e médio² vêm ampliando suas aplicações, principalmente com a popularização das técnicas de amostragem por reflexão. Neste sentido, o reconhecimento de dois diferentes fármacos utilizados como antidepressivos (cloridrato de imipramina e cloridrato de amitriptilina) foi estudado, empregando os espectros de reflexão difusa no infravermelho médio com transformada de Fourier (DRIFTS) em conjunto com o método quimiométrico de classificação SIMCA (*Soft Independent Modeling of Class Analogy*)³.

Resultados e Discussão

Espectros no infravermelho médio foram coletados em um espectrofotômetro Magna 550 da Nicolet, sendo utilizadas 2 réplicas para cada amostra, com resolução de 4 cm⁻¹, 32 varreduras para cada espectro e a região utilizada foi de 650-4000 cm⁻¹. O instrumento foi equipado com um acessório de reflectância difusa, e os sinais expressos em log (1/R). Foram utilizadas 18 amostras no total, 9 contendo o princípio ativo cloridrato de imipramina (18 espectros) e 9 contendo o princípio ativo cloridrato de amitriptilina (18 espectros), com diferentes concentrações compreendidas entre 6 e 40% do princípio ativo em amido. Os modelos foram desenvolvidos através do aplicativo Pirouette 2.7[®] da Infometrix empregando o método de classificação SIMCA. A modelagem SIMCA foi realizada com 10 amostras (20 espectros), correspondendo aos princípios ativos cloridrato de imipramina (classe 1) e cloridrato de amitriptilina (classe 2). O melhor modelo empregou os dados auto-escalados e 4 componentes principais para ambos os princípios ativos, acumulando 91,21% e 93,21% das informações, respectivamente. À matriz de dados foi empregado ainda, a técnica de tratamento de correção de espalhamento de luz (MSC). Na validação foram empregadas 8 amostras (16 espectros), sendo que 4 foram classificadas

como amostras de cloridrato de imipramina e 4 como amostras de cloridrato de amitriptilina, conforme **Figura 1**. Estes resultados indicam 100% de classificação correta das respectivas classes modeladas.

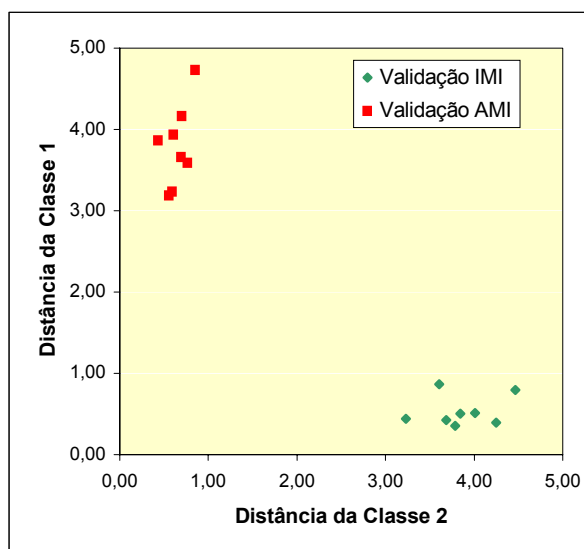


Figura 1: Representação gráfica das distâncias entre as classes modeladas para o SIMCA com quatro componentes principais e os espectros com MSC.

Conclusões

Com os resultados conclui-se que a técnica DRIFTS em conjunto com a técnica quimiométrica SIMCA constituem numa excelente ferramenta para a certificação de fármacos oriundos da produção em grande escala, independente da concentração.

Agradecimentos

Os autores agradecem à empresa Cristália Produtos Químicos Farmacêuticos Ltda, pela doação das amostras dos fármacos e a Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado do Rio Grande do Sul.

¹ Pasquini, C. J. *Braz. Chem. Soc.* **2003**, *14*, 198.

² Ferrão, M. F. *Tecno-lóg*, **2001**, *5*, 63.

³ Ferreira, M.M.C. *J. Braz. Chem. Soc.*, **2002**, *13*, 742.

Determinação de crômio total em efluente de curtume

Quienly Godoi¹ (IC)*, Sueli Pércio Quináia¹ (PQ), Edgard Moreira Ganzarolli¹ (PQ)

¹Universidade Estadual do Centro-Oeste – UNICENTRO

*qgodoi@yahoo.com.br

Palavras chave: crômio, curtume, absorção atômica

Introdução

Com o grande desenvolvimento industrial, o qual é um dos principais responsáveis pela contaminação das águas, seja por não haver um tratamento dos rejeitos antes de despejá-los nos rios, seja por acidentes e descuidos cada vez mais frequentes, contribui desta forma para que as águas naturais tornem-se residuárias. A indústria é a principal e mais diversificada fonte de introdução de metais pesados no ambiente aquático. A indústria de curtimento de peles tem dentre outros poluentes o crômio trivalente como rejeito, que mesmo após sua precipitação, permanece em pequenas quantidades no efluente a ser lançado no corpo receptor. Embora nos despejos de curtumes predominem os compostos de crômio trivalente, dependendo de alguns parâmetros característicos do corpo receptor, a oxidação de crômio trivalente a crômio hexavalente pode ser favorecida, colocando em risco a fauna, a flora e até mesmo as pessoas que utilizam estas águas¹. O objetivo deste trabalho foi determinar e avaliar o teor de crômio no efluente de um curtume na cidade de Guarapuava-PR e do córrego que passa próximo ao curtume. Este curtume apresenta baixa produção de couro curtido, não possui um tanque de tratamento para seu efluente e joga o mesmo em um córrego que passa ao lado.

Resultados e Discussão

Neste trabalho as medidas do Cr foram realizadas através da espectrometria de absorção atômica com chama (SpectrAA220-Varian) utilizando o método da adição de padrão. Utilizou-se uma solução padrão 1000 µg/ml em Cr para preparar as adições de 0,1 – 0,4 e 0,6 µg/ml. Para avaliar o método foi feito um estudo de adição e recuperação do crômio nas amostras. Os parâmetros instrumentais utilizados na análise foram: $\lambda = 357,9$ nm, fenda de 0,2 nm e chama ar/acetileno. Todas as amostras foram preparadas em triplicatas e as medidas realizadas em integração de área. As coletas das amostras foram feitas em frascos plásticos e conservadas sob refrigeração. Coletou-se as amostras em 3 pontos diferentes, sendo os dois primeiros em locais distintos do córrego e o terceiro diretamente do local aonde o efluente é descartado para o córrego. A Tabela I apresenta os resultados obtidos com o estudo da adição e recuperação de Cr. Na Tabela II, encontram-se os teores de Cr determinados nas amostras do efluente e córrego obtidos na 1° e 2° coletas (mensal).

Tabela I: Estudo da adição e recuperação de Cr

Cr original µg/ml	Cr adicionado µg/ml	Cr recuperado µg/ml	Recuperação De Cr %
2,58	0,1	2,61	97,3
2,58	0,4	2,89	97,1
2,58	0,6	3,09	97,2

Tabela II: Determinação de Cr nas amostras do curtume e córrego.

Primeira coleta µg/ml	Segunda coleta µg/ml
Ponto 1 < LD	Ponto 1: 0,07
Ponto 2 < LD	Ponto 2: 0,08
Ponto 3 = 0,17	Ponto 3: 2,58

Conclusões

Conforme os resultados apresentados na Tabela 1, pode-se concluir que a determinação direta de Cr total nas amostras citadas foi eficiente, pois a taxa de recuperação foi de aproximadamente 97 % para as três adições efetuadas. Os teores de Cr determinados nos pontos 1 e 2 sempre ficaram abaixo do permitido pela Resolução do CONAMA² que é de 0,5 µg/ml para Cr III. Nesses dois pontos é normal que o teor esteja abaixo do permitido, pois ocorreu a diluição do efluente na água corrente do córrego. No ponto 3 o teor apresentou-se elevado apenas na segunda coleta, enquanto que na primeira permaneceu abaixo de 0,5 µg/ml. Esta variação pode ser explicada devido à quantidade de material usado para o tratamento do couro e também ao momento que o mesmo foi descartado no córrego.

Agradecimentos

À UNICENTRO

¹ Jordão, C. P.; Silva, A. C.; Pereira, J. L. e Brune, W. *Química Nova*, 1999, 22, 47.

² CONAMA, Resolução nº20 de 18/06/1986.

Equilíbrio químico de compostos modelo de glutatona – cisteína e metionina – e Zn^{2+} , comparação com os dados da literatura.

Carina Schuch¹ (IC), Judith Felcman² (PQ), Ana Lucia Ramalho Mercê¹ (PQ)*

anamerce@ufpr.br

¹ Laboratório de Equilíbrio Químico – LEQ – UFPR – Curitiba – Paraná – Brasil - <http://www.quimica.ufpr.br/~leq>

² Departamento de Química – PUC-RJ.

Palavras Chave: cisteína, metionina, zinco.

Introdução

Glutatona, um tripeptídeo (γ -L-glutamil-L-cisteinil-glicina), existe no organismo em sua forma reduzida (GSH) e oxidada (GSSG), atua direta ou indiretamente em muitos processos biológicos importantes, incluindo a síntese de proteínas, metabolismo e proteção celular. Em particular, problemas na síntese e metabolismo da glutatona estão associados a algumas doenças, nas quais os níveis de glutatona e das enzimas que atuam no metabolismo podem ser bastante significativos no diagnóstico de alguns tipos de câncer, bem como em outras doenças relacionadas ao estresse oxidativo¹. Assim como a metionina, a cisteína é um aminoácido que contém um grupo sulfídrico (-SH) e quando oxidado pode dar lugar a uma ponte disulfídrica (-S-S-). O nível de metionina e de cisteína na alimentação é um fator determinante no que se refere à concentração das substâncias sulfurosas como a glutatona nas células. A glutatona explica uma importante lista de itens na defesa contra uma variedade de substâncias nocivas, agindo como componente da enzima antioxidante glutatona-peroxidase combinando-se diretamente com aquelas substâncias tóxicas para facilitar a sua eliminação. Em termos biológicos o zinco é o metal catalítico mais comum no citoplasma celular, e formador de uma grande variedade de enzimas reativas no citoplasma. Também está relacionado na formação estrutural de filamentos e nas funções reguladoras do DNA para os seres eucariontes. Humanos contém em torno de 2g de zinco em seu corpo, cerca de 20 enzimas são compostas por zinco, como por exemplo a carbônica que envolve a respiração, a carboxipeptidase presente no suco pancreático, responsável pela digestão de proteínas de animais e o metabolismo de plantas e animais². Este estudo tem como objetivo verificar a ocorrência e a estabilidade dos complexos de cisteína e metionina frente ao íon metálico Zn^{2+} , através da medição de suas constantes de equilíbrio e a especiação segundo a variação de pH.

Resultados e Discussão

Utilizou-se a titulação potenciométrica e titulou-se soluções de cisteína e metionina na presença e ausência de soluções aquosas de zinco. As proporções empregadas foram (mmol:mmol) 1:1 e

2:1 ligante:metal, sob atmosfera inerte (N_2) e temperatura constante de $25,0 \pm 0,1^\circ C$, e força iônica de 0,100 mol/L (KNO_3). Os programas de microcomputador empregados para os cálculos foram o Hyperquad e Hyss.

Tabela 1: Constantes de protonação e de formação de complexos da cisteína e metionina com o íon metálico $Zn(II)$. $T=25,0^\circ$; $I=0,100M$ (KNO_3).

Metal/ H^+	Log β	Cisteína	Metionina
Zn^{2+}	$[ML]/[M][L]$	$8,50 \pm 0,11$ $9,11 \pm 0,08^a$	$3,93 \pm 0,09$ $4,38 \pm 0,0^a$
	$[ML_2]/[M][L]^2$	$17,47 \pm 0,11$ $18,12 \pm 0,07^a$	$7,93 \pm 0,19$ $8,40 \pm 0,07^a$
	$[M_2LH]/[M_2L][H]$	$18,53 \pm 0,11$ n.d.	n.d.
H^+	$[HL]/[H][L]$	$9,96 \pm 0,11$ $10,30 \pm 0,05$	$8,76 \pm 0,04$ $9,08 \pm 0,04^a$
	$[H_2L]/[HL][H]$	$17,98 \pm 0,11$ $18,5 \pm 0,1^a$	$11,54 \pm 0,09$ $11,26 \pm 0,05^a$
	$[H_3L]/[H_2L][H]$	$20,18 \pm 0,11$ $20,4 \pm 0,1^a$	n.d.

n.d. – não detectado

^a dados da literatura³, $T=25^\circ C$; $I=0,1M$

Conclusões

Através da comparação preliminar com os dados da literatura e os obtidos nesse trabalho, nas condições especificadas, os resultados das constantes de protonação dos ligantes e de formação de complexos para os compostos modelo da glutatona estão em acordo, dentro das condições experimentais empregadas.

Agradecimentos

Prof^ª. Judith Felcman (PUC-RJ), UFPR e CNPq.

¹ Rover Jr., L., Hoehr N. F., Vellasco A. P. e Kubota L. T. *Química Nova*, vol. 24, nº1, 112-119, 2001.

² Silva, J.J.F. da and Williams, R.J.P., *The Biological Chemistry of Elements -The Inorganic Chemistry of Life*, Clarendon Press, Oxford, 1991, pp. 266, 525, 402- 410, 537,539, 541.

³ Martell, A.E. and Smith, R.M. *NIST Critical Stability Constants of Metal Complexes*, version 6.0, Gaithersburg, MD, USA, 2002.

Estudo dos complexos de carboximetil celulose e íons metálicos por UV-Vis

Ana Paula Franco¹ (PG), Ana Lucia Ramalho Mercê¹ (PQ)

¹Laboratório de Equilíbrio Químico - Departamento de Química, Universidade Federal do Paraná – CP 19081 – CEP: 81531-990 Curitiba-Pr, Brasil. <http://www.quimica.ufpr.br/~leq>

Palavras Chave: CMC, íons metálicos, UV-Vis.

Introdução

A Carboximetil celulose (CMC) é um polímero linear, que possui grupamentos hidroxilas e carboxilatos, amplamente utilizado em diversas indústrias [1]. O Cu^{2+} é encontrado ligado a proteínas de organismos, como metaloproteínas ou enzimas e sua deficiência em animais pode levar a anemia devido a incapacidade de aproveitar o ferro armazenado no fígado. O excesso, em humanos, pode levar a necrose do fígado, à doença de Wilson e hipertensão. O Co^{2+} é usado na medicina como remédio para homeostase e está presente na Vitamina B₁₂ sendo essencial à saúde. Em humanos e animais, os efeitos da sua deficiência são: anemia, anorexia, desenvolvimento da depressão e a doença do fígado branco em ovelhas. Já os efeitos relacionados com o seu excesso são: parada do coração e hipotireoidismo [2]. Neste trabalho utilizou-se a análise do espectro de UV-Vis para confirmar as espécies complexadas de acordo com a variação do pH do meio e tentativamente, identificar os sítios metálicos de coordenação. Os metais Cu^{2+} e Co^{2+} foram escolhidos neste trabalho devido a essencialidade como elemento traço em organismos vivos. A CMC, por sua vez apresenta sítios que possibilitam a formação dos complexos com íons metálicos, além de ser um produto atóxico e relativamente barato. Este trabalho tem como objetivo verificar a ocorrência e a estabilidade dos complexos de CMC frente aos íons metálicos Cu^{2+} e Co^{2+} , através de espectros de titulações no UV-Vis, em soluções aquosas.

Resultados e Discussão

Para o preparo das soluções utilizou-se a CMC comercial (Sigma, USA) de média viscosidade. Todas as amostras foram obtidas em soluções aquosas, as quais não foram re-aproveitadas. Foram utilizados os sais de nitrato (Beaker Analyzed, USA) para o Cu^{2+} e cloreto (Merck, Germany) para Co^{2+} , as concentrações das soluções utilizadas foram determinadas com EDTA e indicadores apropriados. Os espectros foram obtidos em equipamento Hewlett-Packard (modelo 8452-diode array spectrophotometer). Utilizou-se alíquotas de 3 mL de soluções puras aquosa de CMC na concentração de 10^{-5} mol/L e dos íons metálicos Cu^{2+} e Co^{2+} na concentrações de 10^{-3} e 10^{-5} mol/L respectivamente, e soluções destes

mesmos metais e nas mesmas concentrações com a CMC na proporção de 1:1. Estas soluções foram tituladas com KOH aquoso (0,1 mol/L) para variar o pH de 2,0 ao pH 11,0. Foram realizadas varreduras na faixa de 240 a 800 nm em alíquotas de diferentes valores de pH, em cubeta de quartzo, à temperatura ambiente [3]. Foram observados, nas soluções puras, picos de absorções máximas nas regiões de 193 nm (C=O, da CMC), 230 nm (NO_3^- do contra íon da solução de Cu^{2+}), 290 nm (transferência de carga do Cu^{2+} e Co^{2+}), 490 nm (transição $^4T_g \rightarrow ^4T_g$, Co^{2+}) e 590-690 nm (transição $^4T_{1g} \rightarrow ^4T_{1g}$ e do Cl^- do contra íon da solução de Co^{2+}). Observa-se que nas soluções que continham CMC e os íons metálicos, ocorreu a diminuição na intensidade das transições características dos metais de transição, indicando complexação. Observou-se também que em valores de pH mais elevados foram obtidos absorções máximas maiores.

Conclusões

Utilizando-se a espectrometria de UV-Vis, foi possível monitorar a formação das espécies complexadas segundo pH, na região do UV e do Visível, pelas mudanças observadas no comprimento de onda e nos máximos de absorção dos espectros obtidos. De maneira geral, pode-se observar o deslocamento do máximo de absorção a medida em que se aumentou o pH das soluções, demonstrando propriedades diferentes entre o material não complexado e complexado. Estas diferenças confirmam a complexação.

Agradecimentos

Prof^a. Judith Felcman (PUC-RJ), UFPR e CNPq pelo suporte financeiro.

¹ Flores, A.M., Alves, C.R., Filho, S.P.C. and Assis, O.B.G., Carboxymethylcellulose Interaction With Chemical Solutes In Water: A Polagraphic Study, In: Natural Polymers and Composites, Embrapa Instrumentação Agropecuária, São Carlos, SP, (2000), pp. 93-96.

² Silva, J.J.F. da and Williams, R.J.P., The Biological Chemistry of Elements -The Inorganic Chemistry of Life, Clarendon Press, Oxford, 1991, pp. 266, 525, 402- 410, 537,539, 541..

³ Mercê, A.L.R. and Lombardi, S. C., Properties of Complexes of Galactomannan of *Leucaena leucocephala* and Al^{3+} , Cu^{2+} and Pb^{2+} , Biores. Technol. (2003), vol. 89/1, 63-73.

Determinação de sulfato em águas por turbidimetria

Ismael Pedro Bortoluzzi⁽¹⁾ (PQ)*, Charlene Albino da Rosa⁽¹⁾ (IC), Daniela Gomes Fraga⁽¹⁾ (IC)

(1) Universidade do Sul de Santa Catarina – UNISUL, Av. José Acácio Moreira, 787 – 88704-900 – Tubarão - SC
ismael@unisul.br

Palavras Chave: Sulfato, Turbidimetria, Água

Introdução

O presente trabalho visa discutir metodologia para a determinação de sulfato por turbidimetria. Foram feitos testes em amostras com valores conhecidos e também com valores desconhecidos de sulfato. O teor de sulfato em águas permitido é de 250 mg/L. Em trabalho anterior foram feitos estudos semelhantes para a determinação por gravimetria e condutimetria que não se mostraram satisfatórias em amostras com excesso de ferro e alumínio.

Metodologia

O método para a determinação de sulfato por turbidimetria⁽¹⁾ consiste em vaziar 0,5, 1,0, 1,5, 2,5, 3,0 mL de solução padrão de sulfato de potássio, mediante uma bureta, em seis balões volumétricos de 100mL, respectivamente. A cada balão acrescentar 10mL do reagente de cloreto de sódio e ácido clorídrico e 20mL da solução de glicerol e etanol; diluir a 100mL de água destilada. Acrescentar a cada balão, 0,3g do cloreto de bário, arrolhar e agitar durante 1 minuto. Todo o cloreto de bário deve ficar dissolvido. Deixar cada balão em repouso durante 2-3 minutos e medir a turbidez. Preparar uma solução branca e repetir a seqüência descrita, sem porém adicionar a solução de sulfato.

Discussão e Resultados

A turbidez de uma suspensão de sulfato de bário é difícil de reproduzir. A velocidade da precipitação e também a concentração dos reagentes devem ser controladas pela adição de cloreto de bário sólido puro. A velocidade de solubilização do cloreto de bário controla a velocidade da reação. O cloreto de sódio e o ácido clorídrico são adicionados antes da precipitação, a fim de inibir o crescimento de microcristais de sulfato de bário. Para estabilizar a turbidez é útil uma solução de glicerol e etanol. Cada balão deve ser agitado da mesma forma e um igual número de vezes.

Foram utilizadas três amostras, representadas na Tabela 1. A concentração final de sulfato é encontrada pela equação da reta $C = 0,099.T + 2,9$, onde T representa a diferença entre a turbidez real da amostra e a turbidez encontrada através do procedimento citado acima. Para a confirmação do método, acrescentamos na amostra real, 5mg/L de sulfato como padrão interno.

Tabela 1. Resultados das análises feitas das amostras de águas coletadas

Amostra	Sulfato da amostra real (mg/L)	Média ± Desvio padrão (mg/Lsulfato)	Desvio relativo,%
1	23	31±3	9,7
2	74	81±1	1,2
3	3	9±1	11

Conclusões

Através dos estudos realizados verificamos que as amostras apresentaram um aumento da quantidade de sulfato após a adição de solução padrão superior ao realmente adicionado o que significa que o método apresenta razoável desvio para mais. Os métodos condutimétrico e gravimétrico⁽²⁾ apresentavam desvios para menos e com maior desvio, acima de 30%, sendo que pelo método gravimétrico não detectou presença de sulfato nas amostras reais e a condutimetria demonstrou valores encontrados para as amostras reais é próximo da concentração de sulfato contida em tais amostras. Assim, concluímos que o método aplicado é eficiente, pois demonstrou claramente o acréscimo da quantidade de sulfato na amostra. No caso as três amostras estavam dentro do limite permitido, que é de 250mg/L e o desvio é variável, indicando claramente as dificuldades de controle da formação do precipitado. O desvio relativo mostra que com as amostras se aproximando do valor limite tolerável (250mg/L) os resultados se aproximam mais da realidade.

Agradecimentos

GRUPERH – Grupo de Gestão e Pesquisa em Recursos Hídricos - UNISUL

¹ VOGEL, Arthur I. *Análise química quantitativa*. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora S.A. 5 ed. 1988. p. 587

² ARAÚJO, Jaqueline V.; BORTOLUZZI, Ismael P.; LIMA, Maria C.; GIACOMELLI, Bertília O.; KLUG, Marilene. *X Encontro de Química da Região Sul: Química & Indústria: conhecimento e qualidade de vida*. Joinville - SC. 2002. p. 213

Determinação de HPAs em sedimentos utilizando ultrassom e extração acelerada com solvente

Liliane Gruber¹ (IC), Kelen Daiane Zanin¹ (PG), Patricia Schossler¹ (PG) e Elina Bastos Caramão^{1*} (PQ)
*e-mail:elina@vortex.ufrgs.br

Laboratório de Química Analítica e Ambiental, Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS – Brasil

Palavras Chave: Sedimentos, HPAs, GC/MSD

Introdução

Hidrocarbonetos Poliaromáticos (HPAs) são encontrados em diferentes ambientes e podem ser formados em erupções vulcânicas, queima de florestas ou em qualquer combustão incompleta de hidrocarbonetos. Alguns HPAs são carcinogênicos, mutagênicos e/ou co-carcinogênicos e, conseqüentemente, é importante separá-los e identificá-los. Neste trabalho três amostras de sedimentos, provenientes do Lago Guaíba-RS/Brasil, foram extraídas usando Ultrassom (USE) e Extração Acelerada com Solvente (ASE). Os extratos obtidos foram analisados por GC/MSD a fim de encontrar uma possível contaminação com HPAs – poluentes prioritários segundo EPA/USA (Tabela 1) - e estudar a eficiência de extração das técnicas.

Resultados e Discussão

Os sedimentos foram coletados em três pontos: no centro do lago, entre o centro e a margem e próximo à margem do lago, nas proximidades da cidade de Porto Alegre. Na extração por USE (Thorton modelo V) 10g de cada sedimento foram extraídos com acetona\hexano (1:1 v/v) por 120 minutos (6 ciclos de 20 minutos). Na extração por ASE (Dionex ASE 300) 10g de cada sedimento foram misturadas com sulfato de sódio anidro e extraídas com pressão de 1500 psi a 100°C com acetona\hexano (1:1 v/v). Os extratos obtidos por USE e ASE foram passados por colunas de sulfato de sódio anidro e o volume reduzido a 1 mL em fluxo de nitrogênio para posterior análise por GC/MSD (Shimadzu QP5050A).

Tabela 1. Lista dos 16 HPAs Poluentes Prioritários de acordo com EPA USA

peak	tR	name	peak	tR	name
1	4.65	naphthalene	9	17.80	benzo(a)anthracene
2	6.98	acenaphthylene	10	17.94	crysene
3	7.32	acenaphthene	11	22.12	benzo(b)fluoranthene
4	8.37	fluorene	12	22.22	benzo(k)fluoranthene
5	10.59	fenanthrene	13	23.69	benzo(a)pyrene
6	10.70	anthracene	14	30.95	dibenzo(a,h)anthracene
7	13.57	fluorantene	15	31.12	benzo(ghi)perylene
8	14.15	pyrene	16	33.03	indene(1,2,3-cd)pyrene

Os sedimentos coletados na margem do Lago (sedimento1) e entre a margem e o centro do Lago (sedimento 2) apresentaram contaminação com hidrocarbonetos derivados de petróleo (Figura1). Mais de 7 dos 16 HPAs (Tabela 1) incluídos na lista de poluentes prioritários (EPA/USA) foram caracterizados nestes sedimentos .

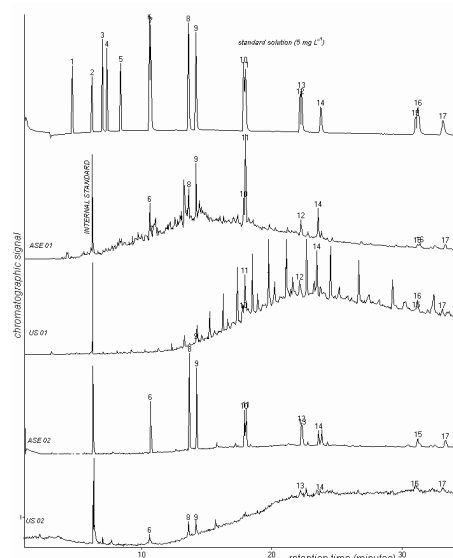


Figura 1. Cromatograma da Solução Padrão de HPAs e dos extratos dos sedimentos 1 e 2

Conclusões

Os resultados indicaram uma séria contaminação dos sedimentos 1 e 2 com hidrocarbonetos derivados de petróleo, que podem estar associados com o transporte de óleo, atividades de navegação, etc. O sedimento coletado no centro da Lago não apresentou nenhuma contaminação. É importante ressaltar que a técnica ASE apresentou melhores resultados qualitativos, se comparada com a técnica USE.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, FINEP

¹ Liu, K. L.; Heltsley, R.; Zou, D. H.; Pan, W. P.; Riley, J. T. *Energy & Fuels* **2002**, *16*, 330.

² Canton, J. O.; Grimalt, J. *of Chromatography*. **1992**, *607*, 279.

Determinação simultânea de brometo de n-butilescolamina e dipirona em fármacos utilizando espectroscopia NIR e calibração multivariada

Bárbara M. de Aguiar(IC), José L. Rufino^{*}(PG), Patricio G. P. Zamora (PQ) e Orliney M. Guimarães(PQ)

* rufino@quimica.ufpr.br

Departamento de Química da Universidade Federal do Paraná – CP 19.081 – Jardim das Américas – Curitiba/PR

Palavras Chave: Brometo de N-butilescolamina, dipirona, infravermelho próximo, calibração multivariada, PLS.

Introdução

As adulterações em produtos farmacêuticos são relativamente frequentes e diversificadas, incluindo a substituição do medicamento por placebos, que não contém o princípio ativo, ou por adulteração da quantidade deste princípio ativo o que reduz ou anula a ação do medicamento.

Em vista das graves consequências da comercialização de medicamentos adulterados e/ou falsificados é importante que técnicas rápidas, não destrutivas e de aplicação ampla possam ser desenvolvidas visando uma efetiva comprovação da composição destes produtos.

Neste trabalho foi utilizada a espectroscopia no infravermelho próximo, aplicando a técnica de reflectância difusa com o objetivo de desenvolver metodologia analítica simples, rápida e não destrutiva para a identificação e quantificação de teores de princípios ativos do Buscopan composto.

O método de regressão por mínimos quadrados parciais (PLS) foi usado para correlacionar a concentração dos componentes da mistura com os dados espectrais, assim como vários pré-tratamentos dos dados foram utilizados para otimizar o modelo de calibração.

Resultados e Discussão

As amostras dos padrões foram preparadas misturando-se cada um dos componentes, brometo de N-butilescolamina e dipirona sódica, em proporções adequadas às encontradas comercialmente (10 mg de brometo e 250 mg de dipirona).

Após homogeneização, espectros foram obtidos no espectrofotômetro Excalibur (modelo FTS-4000 Bio-Rad), no modo transmitância com acessório de reflectância difusa.

Os espectros de NIR-IR foram obtidos na faixa entre 1300 a 2500nm com uma média de 64 scans.

Os espectros em seguida foram convertidos em $\log(1/R)$ e calculada a primeira e segunda derivada de todos eles.

Construção do modelo via PLS

Para a construção dos modelos, os espectros na região do infravermelho próximo (NIR), foram centrados na média e feita a validação cruzada em ambiente MATLAB. Foi determinado que o modelo

apresenta um menor erro de previsão quando processado utilizando seis variáveis latentes.

A primeira variável latente é a mais significativa, pois explica 68.83% da variância do espectro e 35.02% da variância da concentração. A segunda variável latente explica 7.59% da variância do espectro, o que faz um total de 76.42%, responsável pela explicação de 89.77% da variância da concentração.

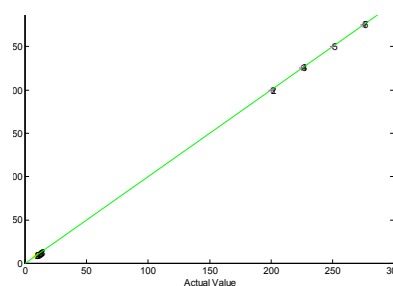


Figura 1 – Gráfico da regressão linear

Analisando o gráfico de regressão linear (fig.1), observa-se que o método é linear, pois todas as amostras estão sobre a reta com inclinação de 45°, mostrando que o modelo está bem ajustado e pronto para fazer a validação e previsão.

Os valores das concentrações do brometo de N-butilescolamina estão entre 8-12 mg, o que era esperado; já entre 200-300 mg estão os valores da dipirona que também era esperado.

Conclusões

A combinação entre calibração multivariada e NIR por reflectância difusa mostrou-se apropriada para determinações simultâneas de brometo de N-butilescolamina e dipirona sódica em fármacos por ser uma técnica rápida e não destrutiva.

Agradecimentos

UFPR e CNPq

¹Scafi, S. H. & Pasquini, C. *The Analyst*, **2001**, 126(12), 2218.

²Ferreira, M. M. C.; Antunes, A. M.; Melgo, M. S.; Volpe, P. L. O.; *Quím. Nova*, **1999**, 22 (5), 724.

Sistema de tratamento e destinação final dos resíduos gerados nos Laboratório da UNIVILLE.

Fabrcio Borges (IC), Charles Nossol Bazzanella (IC), Prof^a MSc. 'Nilza Martins Marcheze (PQ), Prof^a Dr^a Sandra Helena Westrupp Medeiros (PQ).
Quimica@univille.edu.br

Palavras Chave: *Resíduo, tratamento, laboratório.*

Introdução

Nos dias atuais, existe uma séria preocupação em relação aos resíduos gerados nos laboratórios nas Instituições de Ensino Superior. Também preocupados com esta situação, procuramos com este projeto minimizar e reduzir a geração destes resíduos, substituí-los, separá-los e tratá-los corretamente para uma possível reutilização ou descarte adequado.

A nível laboratorial, a dificuldade na implementação de um plano de gestão dos resíduos reside na grande diversidade de pequenos volumes de produtos químicos gerados. No entanto, a periculosidade potencial é relativamente alta, tornado necessário uma mudança de atitude quanto ao destino dos mesmos (Universidade de Sevilla, <http://www.forpas.us.es/uma>).

Segundo Silva, "um dos maiores problemas das universidades é a questão do descarte de resíduos, especialmente os líquidos. Não se pode jogar tudo no ralo da pia e a incineração é quase inviável pelo seu preço".

Seguindo as Normas da ABNT-NBR 10004, na primeira etapa utilizou-se a seguinte metodologia: identificação, separação, quantificação e classificação dos resíduos resultantes das aulas experimentais e pesquisas. Foi então elaborado um banco de dados que permitiu efetuar análises qualitativas e quantitativas dos resíduos gerados para possível tratamento, no qual utilizamos operações unitária simples como destilação, extração por solvente, precipitação, filtração e outros. Os resíduos de fácil recuperação, são encaminhados para o reuso, já os de difícil recuperação ou reciclagem estão sendo tratados e descartados segundo sua classificação, alguns dos reagentes estão sendo substituídos para evitar a produção deste tipo de resíduo.

Resultados e Discussão

Aplicando a metodologia nos Laboratórios de Química Inorgânica, Química Analítica, Química Geral, Química Orgânica e Físico-Química, obteve-se um banco de dados de tratamento residual produzidos nas aulas experimentais e pesquisas realizadas no ano de 2002.

A importância para com a substituição de reagente cresce com a preocupação ao meio

ambiente e ao risco à contaminação as águas subterrâneas. Alguns solventes clorados necessitam ser descartados isoladamente. Os metais pesados e as soluções ácidas e básicas também são tratados e descartados adequadamente ou então são reutilizados.

Segundo Coelho (2001), "gerenciar a produção, a estocagem e o destino dos rejeitos químicos gerados nos laboratórios das universidades públicas e privadas do país ainda é uma disciplina em aberto". Portanto, seria importante que o profissional da Química chegasse ao mercado de trabalho consciente de sua responsabilidade para com os rejeitos gerados nos laboratórios.

Alguns exemplos de resultados obtidos podem ser citados como, o resíduo do laboratório de Química Orgânica contendo n-hexano mais nitrobenzeno, que são separados, e, podendo assim ser reutilizados no mesmo laboratório. Outro exemplo, obtido no laboratório de Química Inorgânica, foi a obtenção de enxofre sólido do resíduo contendo reagentes como ácido sulfúrico e Tiosulfato de sódio.

Conclusões

Com base nos resultados obtidos, este projeto deve contribuir para a implantação e estabelecimento de um programa de gerenciamento dos resíduos gerados nos Laboratórios da UNIVILLE.

Pretende-se também, o desenvolvimento de uma política de educação ambiental entre os alunos, professores e funcionários atuantes nesses laboratórios.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR-10004: Resíduos sólidos – Classificação. Rio de Janeiro: ABNT, 1987. 63p.

COELHO, F. A. S. Segurança Química nas Instituições de Ensino Superior. *Ciência Hoje*, v. 29, n. 169, p.63-65 março de 2001.

DE PAOLI, M. A. Pesquisa Fapesp n°58. <www.fapesp.br/politica583.htm> Outubro 2000.

SILVA, L. C. Um problema, uma solução. <www.usp.br/jorusp/jusp550/caderno/pesquisa03.htm> Novembro 2001.

Estudo comparativo dos teores de Cádmio e Chumbo em amostras de *Ilex Paraguariensis* Industrializadas e in-natura.

¹Helton José Wiggers^(IC), Giseli Ducat^(PG), Sueli Pércio Quináia^(PQ)

¹heltonwiggers@yahoo.com.br

Departamento de química - Universidade Estadual do Centro Oeste – UNICENTRO – R. Simeão Camargo Varela de Sá, 03 Bairro Cascavel – Cep 85040-080 – Guarapuava-PR.

Palavras Chave: *Ilex paraguariensis*, cádmio (Cd), chumbo (Pb).

Introdução

A *Ilex paraguariensis* (Erva mate) desempenha um papel importante na economia da região centro-oeste do Paraná, sendo esta cultivada, industrializada e comercializada nessa região. O consumo da *Ilex paraguariensis* na forma de chimarrão é elevado na região sul do Brasil, dessa forma é interessante conhecer os teores de Pb e Cd na planta por se tratarem de metais pesados e acumulativos no organismo. O Pb é absorvido pelo aparelho gastrointestinal após a ingestão do chimarrão, sendo que os adultos absorvem aproximadamente 10% do Pb ingerido, e as crianças 40%; a intoxicação por Pb a longo prazo pode provocar o saturnismo ou plumbismo.⁽¹⁾ A absorção de Cd pelo sistema gastrointestinal está em torno de 5%,⁽²⁾ em níveis elevados o Cd pode causar diminuição do crescimento e da reprodução, hipertensão, disfunção renal e pulmonar.⁽¹⁾ O objetivo desse trabalho foi determinar os teores de Cd e Pb em amostras de *Ilex paraguariensis* industrializadas e in-natura, e avaliar se os mesmos são nocivos a saúde.

Resultados e Discussão

A *Ilex paraguariensis* para análise foi preparada a partir de amostras industrializadas e in-natura, pesando-se 10g de cada uma, adicionando-se 50 mL de H₂O destilada e aquecendo-se por 10min. a uma temperatura de aproximadamente 80°C. Após a infusão, filtrou-se o extrato e transferiu-se para um balão volumétrico de 50 mL, completando-se o volume; todas as amostras foram feitas em triplicatas. As amostras foram analisadas por espectrometria de absorção atômica com chama.

As quantidades de Cd e Pb encontradas nas amostras estão relacionadas na tabela I e II:

Tabela I. Quantidades de Cd e Pb nas amostras industrializadas. n = 3

Amostras	A	B	C	D	E
Cádmio(μg/g)	0,03	0,05	0,04	0,06	0,02
Chumbo(μg/g)	2,55	2,45	2,95	2,74	3,77

Tabela II. Quantidades de cádmio e chumbo nas amostras in-natura. n = 3

Amostras	1	2	3	4	5
Cádmio(μg/g)	0,02	0,02	0,02	0,04	0,03
Chumbo(μg/g)	0,92	1,47	1,48	0,80	0,78

Analisando as quantidades de Pb em amostras industrializadas e in-natura, percebeu-se um aumento do teor do mesmo em ervas industrializadas, o que leva a crer que há uma possível contaminação durante o processamento. Considerando a quantidade de chimarrão que uma pessoa ingere ao dia (infusão obtida a partir de aproximadamente 60g de erva-mate), estima-se que esta pessoa consome aproximadamente 150μg de Pb. O teor de Pb obtido na água de infusão do chimarrão está elevado, podendo apresentar um risco a saúde se o mesmo for ingerido em grandes quantidades e periodicamente. Os teores de Cd foram muito baixos tanto nas amostras industrializadas quanto nas in-natura, não apresentando nenhum risco a saúde.

Conclusões

Os teores de Pb encontrados nas amostras in-natura variaram entre 0,80 a 1,48μg/g e nas industrializadas entre 2,45 a 3,77μg/g. Os teores de Cd variaram entre 0,02 a 0,06μg/g tanto nas amostras industrializadas quanto nas in-natura.

Agradecimentos

Agradecemos a UNICENTRO pelo apoio financeiro.

¹ Larini, L.; *Toxicologia*. 124-133, 1987, 2ªed, Manoele Ltda - SP.

² Franco Guilherme. *Tabela de composição química dos Alimentos*. 232 e 238, 1997, 9ª ed, Atheneu – RJ.

Estudo preliminar da despoluição e aproveitamento do ácido de baterias usadas

Leidi Cecília Friedrich¹ (IC), Luzia Otilia Bortotti Favero¹ (PQ), Ervim Lenzi¹ (PQ)*

1 – Universidade Estadual de Maringá, Departamento de Química, Av. Colombo 5790, CEP 87.020-900, Maringá.

* - elenzi@maringa.com.br

Palavras Chave: baterias usadas, ácido de bateria, metais pesados.

Introdução

A despoluição e a conservação do meio ambiente para as presentes e futuras gerações é um desafio permanente aos homens de ciência. A maioria dos engenhos que o homem produz, quando não ligados à rede elétrica, exige para dar partida ou manutenção de sua atividade uma pilha e ou uma bateria¹, que com o tempo de uso gasta e precisa ser substituída. Seu descarte foi motivo da Resolução CONAMA N^o 257/1999. Neste sentido, o presente estudo, diga-se, preliminar, teve como objetivo primeiramente despoluir o ácido de baterias usadas de possíveis metais pesados e depois transformá-lo em um produto rentável.

Resultados e Discussão

O ácido de bateria é constituído de uma solução de ácido sulfúrico, que quando está em uso tem densidade variando entre 1.260 a 1.280 g L⁻¹ e 1.100 a 1.125 g L⁻¹ quando não serve, “gasto”². O meio fortemente ácido mantém os metais dissolvidos pelo processo eletrolítico, na ordem de traços, em princípio, na forma de cátions.

O experimento consistiu na:

- Determinação da concentração dos possíveis metais pesados presentes numa amostra composta e representativa do ácido de bateria, mediante o método da espectroscopia da absorção atômica.
- Precipitação e filtração dos respectivos hidróxidos mediante uma elevação do pH para 8,5 a 9,0, limite superior para efluentes descartados (Resolução CONAMA 20/86)³, pois, apresentam um Kps apropriado⁴, por exemplo: Pb(HO)₂ - Kps = 1,2.10⁻¹⁵; Cu(HO)₂ - Kps = 4,8.10⁻²⁰; etc.; Zn(HO)₂ - Kps = 3,0.10⁻¹⁶; etc.
- Determinação dos metais pesados do filtrado (1) por absorção atômica.
- Correção do pH, precipitação e filtração do sulfato, recuperando-o na forma de sulfato de bário BaSO₄, Kps = 1,1.10⁻¹⁰⁴.
- Determinação da concentração dos metais no filtrado (2).
- Eliminação final dos metais pesados do filtrado 2 (“polimento do efluente”) mediante troca catiônica numa coluna contendo um aluminossilicato (argila) recolhendo o percolado da coluna (eluato) e

finalmente, determinação da concentração dos metais.

O experimento foi repetido três vezes partindo-se de um volume inicial de 250 mL de solução de bateria, porém, as demais variáveis foram variadas para poder otimizá-las, por isto, os dados apresentados abaixo são ainda preliminares.

Os resultados obtidos na retirada de metais pesados, por precipitação na forma de M(OH)_n, em percentagem, foram os seguintes: Pb – 50,0; Fe – 99,3; Cu – 92,7; Zn – 92,3; Cr – 52,8 e Cd – 72,2.

A retirada de metais pesados por troca de cátions na coluna com a argila, baseada na CTC Capacidade de Troca Catiônica dos aluminossilicatos devida às trocas isomórficas, em percentagem, foi: Pb – 50,0; Cu – 10,3; Ni – 82,2; Co – 80,8; e Cd – 100. Em contrapartida os metais Zn e Cr foram deslocados para a solução. Esta parte precisa ser aprofundada.

Na recuperação do enxofre dos 250 mL de ácido da bateria, realizada após a precipitação dos metais pesados, no filtrado 1, na forma de sulfato de bário foram obtidos 90,60 g de BaSO_{4(ppt)}.

Conclusões

Pelos resultados preliminares conclui-se que o processo realmente retira os metais pesados e recupera o enxofre na forma de sulfato de bário.

Agradecimentos

A equipe de trabalho agradece ao Corpo Técnico do Laboratório de AGROQUÍMICA E MEIO AMBIENTE do Departamento de Química da UEM o apoio recebido.

¹ WESTGATE, D. *A eletricidade do automóvel*. São Paulo: Hemus Livraria Editora Ltda., 1975. p. 15-23.

² SAN PEDRO, R. *Electricidad del automóvil*. Buenos Aires: Editorial Libreria Mitre, 1973. p. 32-37.

³ JUNGSTEDT, L. O.C. *Direito Ambiental*. Rio de Janeiro: THEX Editora, 1999. p. 489-517.

⁴ HARRIS, D.C. *Análise Química Quantitativa*. 5ª ed. Rio de Janeiro: LTC Editora, 2001. p. 779-781.

Especação seqüencial de Mn nos sedimentos do lago da represa de Capivara, PR e solos adjacentes.

Sônia R. Giancoli Barreto^{1*} (PQ), Wagner J. Barreto¹ (PQ), Dílson N. Ishikawa¹ (PQ), Ieda S. Scarmínio¹ (PQ), João de Souza¹ (IC), Romilaine M. Nicolau¹ (IC). giancoli@uel.br

¹Universidade Estadual de Londrina, Departamento de Química, 86051-990.

Palavras Chave: Extração seqüencial, sedimento, manganês

Introdução

O lago da represa de Capivara, formado pelo represamento dos rios Tibagi, Congonhas e Paranapanema, está localizado no norte do PR próximo de Sertãozinho, Primeiro de Maio e Alvorada do Sul. O solo do tipo latossolo vermelho é utilizado para fins agrícolas. Este estudo foi realizado no braço da represa situado em Primeiro de Maio. A mobilidade e ecotoxicidade de metais traço dependem das estruturas químicas e de como estejam ligados. As extrações seqüenciais¹ permitem uma estimativa das 5 categorias com que o Mn se apresenta nos compartimentos e a disponibilidade. Realizar a especação seqüencial do Mn, verificar a disponibilidade deste em amostras de sedimentos coletadas na interface água-sedimento em 2 pontos (P1 e P2) distanciados cerca de 5km e do solo, e comparar as concentrações de Mn por extração seqüencial em fatias dos sedimentos foram os objetivos deste estudo. O ponto 1 sofre a influência do rio Tibagi e do ribeirão Primeiro de Maio e o ponto 2 do rio Tibagi. Os sedimentos foram coletados em coletor do tipo core. Os testemunhos do P1 foram fatiados a cada 3cm, obtendo-se 3 fatias que foram peneiradas e armazenadas no local. No P2 foram coletadas amostras da interface água-sedimento (fatia de 3cm) e os solos na profundidade de 5cm. Os metais das 5 frações dos sedimentos e solos foram extraídos usando o método Tessier¹ e as concentrações de Mn foram determinadas por EAA.. Foi realizado um estudo das correlações entre as variáveis e a Análise das Componentes Principais (ACP).

Resultados e Discussão

A ACP não discriminou os solos 1 e 2 na CP2 mas discriminou as amostras de solo e sedimento da interface na CP1, sendo as concentrações de Mn extraídas na Fr 5 (P1 e P2=365 e 248 µg/g de sedimento) e (P1 e P2=10 e 28 µg/g de solo) e Fr 2 (P1 e P2= 92 e 134 µg/g sedimento) e (P1 e P2=10 e 10 µg/g de solo) as responsáveis pela separação. Os sedimentos dos P1 e P2 foram discriminados na CP2 pelas concentrações de Mn na Fr 4 (P1 e P2= 8 e 34µg/g de sedimento), Fr 3 (P1 e P2= 208 e 800µg/g de sedimento) e Fr 1 (P1 e P2=737 e 168µg/g de sedimento). As variáveis pH e Fr 1

apresentaram elevadas correlações negativas ($r = -0,81$, $p < 0,05$) seguido da Fr 5 ($r = -0,61$) sendo os pH = 6,66 e 6,63 nos P1 e P2 dos sedimentos e 6,24 e 6,93 nos solos. A distribuição do metal nas fatias de sedimento do P1 mostrou que 52% do Mn da interface foi extraído na 1ª Fr contra 15% na última fatia (6 a 9cm), enquanto na 3ª Fr, 15% do Mn foi extraído da interface contra 62% na última fatia.

Conclusões

Nos solos o Mn está preferencialmente adsorvido nos óxidos de Fe e Mn (Fr 3; 78%) e nos sedimentos do P1 na fração trocável (Fr 1; 52%) e do P2 ligados à Fr 3 (58%). Para os P1 e P2 dos sedimentos e solos apenas 5% e 1% do Mn estão associados à matéria orgânica. A discriminação entre os P1 e P2 dos sedimentos provavelmente está associada aos diferentes tributários de cada ponto.

Agradecimentos

Os autores agradecem pelo auxílio da Fundação Araucária, PR.

¹ Tessier, A. ; Campbell, P. G. C. e Bisson, M. *Anal Chem.* **1979**, *51*, 844.

Melhoria da qualidade do efluente têxtil através do estudo de processos oxidativos avançados

Cléo Antônio Lopes Rosa(IC), Lucélia Hoehne(IC), Wolmar Alípio Severo Filho(PQ), Ênio Leandro Machado(PQ), Lourdes Teresinha Kist^{*}(PQ), *lourdes@unisc.br*

Departamento de Química e Física da Universidade de Santa Cruz do Sul- Caixa Postal: 188 Santa Cruz do Sul/RS.

Palavras Chave: POA's, Fenton, Efluentes Têxteis

Introdução

As operações de limpeza, tingimento e acabamento na indústria têxtil dão origem a uma grande quantidade de despejos. Pelo fato do efluente gerado no processo de tingimento conter grande quantidade de corantes e ser constituído basicamente por compostos orgânicos, torna-se de grande importância a busca de alternativas para a remoção da cor final do efluente e a eliminação dos demais compostos orgânicos contidos no efluente. Estudou-se a tratabilidade dos efluentes de uma empresa de tingimento de peças de roupas. A alternativa proposta inclui o processo Fenton, aplicado com sucesso em vários sistemas de descolorimento, inclusive de indústrias têxteis, mas que merece o estudo caso a caso para um projeto de tratamento de efluentes bem sucedido.

Resultados e Discussão

Na empresa estudada, três pontos de amostragem foram avaliados. A localização dos pontos são as seguintes: * ponto 1: efluente bruto que sai da lavanderia, * ponto 2: efluente lançado pela empresa após tratamento físico-químico, * ponto 3: melhor situação de abatimento de cor com o processo Fenton. Dentre os parâmetros de avaliação de descarte de efluentes têxteis em corpo receptor considerou-se: Dureza total, DQO, fósforo total, nitrogênio total, sólidos totais dissolvidos, sólidos sedimentáveis, surfactantes, cor aparente e real (determinados conforme Standard Methods, 2000). Foi desenvolvido um reator de PVC, de forma cilíndrica, com capacidade de 10 litros, e com poço de irradiação de vidro borossilicato, com lâmpada de pressão média de mercúrio. Como pode ser observado pela Tabela 1 o processo de tratamento Fenton reduziu satisfatoriamente todos os parâmetros analíticos de caracterização do efluente de descarte. Destacam-se a DQO, que foi reduzida em 82%, o que é muito importante já que o efluente têxtil caracteriza-se pela grande quantidade de compostos químicos adicionados no processo de beneficiamento, o que conseqüentemente eleva o valor da DQO. Já a dureza, a qual a remoção do efluente de descarte era um dos objetivos deste trabalho, foi constatada como baixa, caracteriza-se com água mole pois a dureza total ficou abaixo de 50 mg L⁻¹.

Tabela 1. Comparação de redução de parâmetros analíticos entre efluente bruto e efluente tratado com processo Fenton

Parâmetro	Efluente bruto	Processo Fenton	% de Redução
DQO (mg O ₂ L ⁻¹)	673,6	122,3	82,5
N Total (mg L ⁻¹)	2,01	1,09	45,7
F Total (mg L ⁻¹)	2,96	0,27	90,7
SS (mg L ⁻¹)	120,0	0,65	94,4
SD (mL L ⁻¹)	1,7	0	100
Dureza (mg L ⁻¹)	14,35	8,7	39,3
Surfactantes (mg L ⁻¹)	0,29	0,005	99,9
pH	8,4	7,0	12,5

Conclusões

A introdução do tratamentos com reagente de Fenton constituiu-se como a grande alternativa de remediação dos parâmetros mais importantes. A DQO foi reduzida em 82% da quantidade inicial, o que é muito importante, pois um efluente têxtil caracteriza-se pelo grande número de reagentes químicos que, adicionados ao processo de beneficiamento, que incorporam elevados teores de DQO. O ensaio de dureza, que no efluente bruto foi constatada ser baixa, foi reduzida em torno de 40%, com o emprego desta metodologia. Observou-se coagulação intensa após início da oxidação, com cinética rápida e com formação de flocos de rápida sedimentação (10 min). Acredita-se que a coagulação atue prioritariamente na remoção de cor ao invés da oxidação.

Agradecimentos

PUIC/UNISC e PROGRUPE-Meio Ambiente/UNISC.

APHA - American Public Health Association. Standard methods for the examination of water and wastewater, 18^a edition, Washington, 1992.
López, R.; Gutarra, A. Descoloração de águas residuais da indústria têxtil. Revista Química Têxtil. Ano XXII, Junho de 2000.
Kunz, A.; Zamora, P. Novas tendências no tratamento de efluentes têxteis. Revista Química Nova. 2002, 25-1, 78-82.

Analise de pesticidas organofosforados em sedimento dos recursos hídricos do Vale do Taquari

Ismael Storck dos Passos^{1*} (IC), Sandro Marmitt^{1*} (IC), Marne Luiz Zanotelli¹ (PQ), Dra. Elina Bastos Caramão² (PQ), Dra. Simone Stülpe¹ (PQ), Eduardo Ethur¹ (PQ),

¹ UNIVATES – Centro Universitário * isstpa@fates.tche.br sandromarmitt@bewnet.com.br

² UFRGS

Palavras Chave: Organofosforados, Sedimentos, Cromatografia

Introdução

No Brasil os pesticidas vem sendo utilizados a cerca de cinquenta anos. Os benefícios que eles trouxeram na produção e conservação de alimentos, no controle de muitos animais nocivos ao homem, representaram uma enorme contribuição social e econômica para o país. No entanto, o fato de serem substâncias tóxicas vem causando incalculáveis prejuízos ao homem e meio ambiente, representando um sério risco ao equilíbrio ambiental.

Com as limitações comerciais dos organoclorados, expandiram-se consideravelmente a utilização de outras classes de praguicidas principalmente os organofosforados que foram os primeiros a substituírem os organoclorados. Os organofosforados, que serão o grupo de pesticidas de nosso interesse nesta pesquisa, são ésteres, amidas ou derivados tiol dos ácidos de fósforo.

O consumo exagerado de organofosforados é preocupante, pois apesar de serem degradados com mais facilidade que os organoclorados, sua ação no organismo humano e meio ambiente não é completamente conhecida.

Este trabalho pretende possibilitar o desenvolvimento de diferentes técnicas de extração, bem como averiguar as de maior eficiência para identificação dos compostos procurados. Através de metodologias analíticas, utilizando a cromatografia gasosa com detector NPD, desenvolver um monitoramento de pesticidas organofosforados em sedimentos dos arroios do vale do Taquari.

Resultados e Discussão

Foram feitas 3 coletas de sedimento do arroio Boa Vista, no município de Estrela, e realizadas extrações por dois métodos, líquido-líquido e soxhlet, em amostras de sedimento contaminadas com o pesticida Malatol 500 CE (Malathion) da Bio Carb a uma concentração de 500g/L e em amostras não contaminadas. Utilizaram-se dois solventes (acetona e hexano) em proporções variadas, possibilitando assim um gradiente de polaridade. As partições foram feitas em florisil 60-100 mesh utilizando-se hexano e diclorometano puros e em mistura de proporções variadas. As análises foram

realizadas em um Agilent 6890N GC, com detector NPD. Foram feitas vinte análises de amostras contaminadas e não contaminadas e comparadas com padrões extraídos do pesticida comercial.

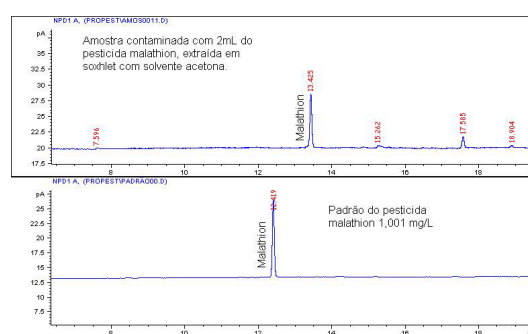


Figura 1. Comparação dos cromatogramas da amostras contaminada e do padrão puro.

Conclusões

O monitoramento da qualidade dessas águas, se for feito de forma criteriosa e transparente, poderá ser um instrumento bastante poderoso na identificação dos principais fatores que contribuem para a sua degradação, este instrumento pode ser utilizado como indutor de um processo de controle de poluição mais efetivo, como a implantação de saneamento básico, disposição adequada de lixo, disciplinamento no uso de agrotóxicos, até mesmo na criação de programas de educação ambiental.

A partir dos resultados obtidos e a serem obtidos, serão identificados os métodos de extração mais eficientes e de maior reprodutibilidade de análise, bem como a identificação de resíduos de pesticidas organofosforados em amostras de sedimento dos arroios da bacia do Vale do Taquari.

Agradecimentos

UNIVATES – Centro Universitário
FAPERGS

Carson, M.C.; J. C. A **2000**, 885, 343.
Snijders, H.; Janssen, H. –G; Cramers, C.; J. Chromatogr. A **1996**, 732, 51.

NOVA METODOLOGIA PARA DETERMINAÇÃO DE ÁLCOOIS POR SPME UTILIZANDO NOVA FIBRA DE VIDRO RECOBERTA COM Nb₂O₅

Aline Fernandes de Oliveira^{1*} (PG), Cristian Berto da Silveira¹ (PG), Eduardo Carasek¹ (PQ), Sílvia Denofre de Campos¹(PQ), Elvio Antônio de Campos² (PQ).
alineqmc@yahoo.com

1- Departamento de Química UFSC – C.P. 476 - UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA.

2- Centro de Engenharias e Ciências Exatas. UNIOESTE - CAMPUS DE TOLEDO PR

Palavras Chave: SPME, CG, Nb₂O₅

Introdução

A Micro-Extração em Fase Sólida (SPME) é uma técnica de extração relativamente nova, e representa um valioso avanço na preparação de amostras, especialmente para cromatografia gasosa, pois não utiliza-se solventes, tem alto poder de concentração, aplica-se a muitos analitos e facilita o transporte do material extraído para o cromatógrafo.

Nesta técnica, a superfície de uma fibra de sílica fundida é recoberta com uma fase estacionária seletiva, que permite a difusão do analito. A retirada do analito da fase estacionária ocorre por dessorção térmica no injetor aquecido do cromatógrafo a gás.

A possibilidade de novos materiais de recobrimento para aplicação em SPME expande o desenvolvimento da técnica bem como o seu campo de aplicação. Além disso, a busca por novas fibras pode levar a um aumento na própria seletividade da SPME.

O objetivo geral deste trabalho é testar o recobrimento de Nb₂O₅ como fase extratora em SPME, o qual foi desenvolvido pela técnica de Deposição de Vapor Químico (CVD), em amostras gasosas de álcoois (metanol, etanol e 1-butanol).

Resultados e Discussão

A nova fibra de vidro⁽¹⁾ foi obtida através do processo de estiramento⁽²⁾ e recoberta com Nb₂O₅ partindo-se do reagente precursor NbCl₅, utilizando-se da técnica de CVD para o recobrimento. A partir de uma mistura de álcoois com concentrações conhecidas foram realizadas extrações via SPME para estudos de otimização do tempo de extração (tempo de equilíbrio de 35 minutos), repetibilidade (apresentou valores de RSD menores que 10%), efeito de múltiplas extrações (mostrou a diminuição dos analitos na amostra), efeito de interferentes

(água e tolueno, sendo que a presença de água afeta consideravelmente a adsorção dos analitos pelo recobrimento da fibra, para tolueno não se observa o mesmo efeito, sendo este adsorvido pelo recobrimento de óxido de nióbio(V)) e curva de calibração (realizada através de amostras de concentrações variadas de álcoois, obtendo os valores de coeficiente de correlação (r), limite de detecção (LD) e limite de quantificação (LQ) encontrados na tabela 1)

Tabela 1 : Valores encontrados através da curva de calibração

Analitos	r	LD (mg L ⁻¹)	LQ (mg L ⁻¹)
Metanol	0,9978	0,85	2,83
Etanol	0,9915	1,67	5,58
1-Butanol	0,9971	0,49	1,66

Conclusões

Os experimentos realizados mostraram que o recobrimento de Nb₂O₅ pode ser utilizados em SPME. A nova fibra apresentou adequada linearidade (r > 0,99) e repetibilidade, (com desvios padrões relativamente baixos) e mesmo após cerca de 140 análises, a fibra ainda apresenta recobrimento de óxido de nióbio sobre sua superfície.

Agradecimentos

CNPq - FUNPESQUISA 2000

1 - SILVEIRA, C. B.; DENOFRE, S. C.; e Col.; Materials Research Bulletin, 34, 1661-1671, 1999.

2 - SILVEIRA, C. B.; Oliveira, A F. , E Col.; 25ª Reunião Anual de Química, 2002, Poços de Caldas (MG), TC-021

Caracterização física e química da cinza volante de carvão mineral coletada na UTPM – Candiota - RS.

R. P. Santos*, M.A.R. Miranda, J.R. Pinheiro, V. N. Freire, J.M. Sasaki, S. Sombra¹; C. A. de A. Gadelha, B. S. Cavada²; J.L. Martins³; P.B.A. Fachine⁴; M.A. Melo, Z.R. Silva, J.D.G. Fernandes⁵; W. Achar, J.A.P. da Costa⁶; J. L. Lima Filho, M.M. Maia, R.F. Dutra, D.B. Martins, P.F. Maia, M.M. Fé⁷; E.F.S. Junior⁸; S. William⁹.

* rpsfisico@bol.com.br

1-Departamento de Física – Universidade Federal do Ceará (UFC); 2-Biomol – Universidade Federal do Ceará (UFC); 3-QuiAmb-Lab – IQG Universidade Federal de Pelotas (UFPe); 4-Departamento de Química Inorgânica – Universidade Federal do Ceará (UFC); 5-Laboratório de Análise Térmica e Materiais – Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN); 6-Departamento de Física – Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN); 7-Laboratório de Imunopatologia Keizo Asami – Universidade Federal de Pernambuco (UFPE); 8-Departamento de Física – Universidade Federal de Pernambuco (UFPE); 9-Núcleo de Física Aplicada – Instituto de Física – Universidade de Brasília (UnB).

Palavras Chave: Cinza volante; carvão mineral; propriedades químicas e físicas

Introdução

Carvão mineral é uma substância sólida de origem orgânica, resultante da transformação de restos vegetais soterrados há milhões de anos. Sua utilização mais importante é na produção de aço e na geração de energia. Da sua queima resulta uma cinza composta principalmente por silicatos, alumínio silicatos e metais traços, os quais podem constituir um problema ambiental. Apesar disso, a cinza pode ser usada como aditivo no concreto, materiais de construção e refratários, cerâmicas, filtros para gases, na agricultura, entre outros. Um dos objetivos do trabalho foi caracterizar, física e quimicamente, as cinzas provenientes da queima de carvão mineral da Usina Termelétrica Presidente Médici (UTPM), Candiota, RS.

Resultados e Discussão

Dos elementos químicos presentes na cinza UTPM, o silício (27%) e o alumínio (11,3%) são os mais abundantes, sendo as mesmas compostas de nanocristais (49,71%), predominantemente de mulita, quartzo, anortita e calcita, imersos em uma matriz vítrea cenosférica (50,29%) (Fig.1 e 2 e Tab.1).

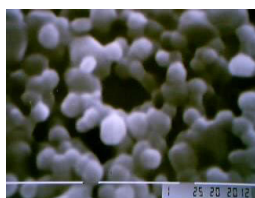


Figura 1. Presença de cenosferas vítreas (35000x)

Tabela 1. Composição química da cinza volante de carvão mineral gerada na UTPM.

Si	Al	Fe	K	Ti	C	Ca	Na	Mg	P	N	S
%											
27	11,3	3,7	0,64	0,50	0,42	0,38	0,11	0,03	0,01	< 0,01	0,006
Mn	Zn	Ni	Cr	B	Mo	Cu	Pb	Cd			
mg kg ⁻¹											
368	70	62	48	24	< 30	20	< 10	< 3			

A granulometria média da cinza UTPM é de 43,98 μm variando desde 0,30 até 400 μm . Sua densidade média aparente é de 2,50 g cm^{-3} , sendo que pela espectroscopia Raman pode-se identificar as fases cristalinas quartzo e anortita, bem como presença de fases amorfas.

A transformação termogravimétrica significativa ocorreu a aproximadamente 720°C, devido a queima da calcita com liberação de CO₂.

Medidas elétricas mostraram valores para a constante dielétrica oscilando entre 2,6 e 3,6, sendo o fator de perdas encontrado característico dos melhores isolantes.

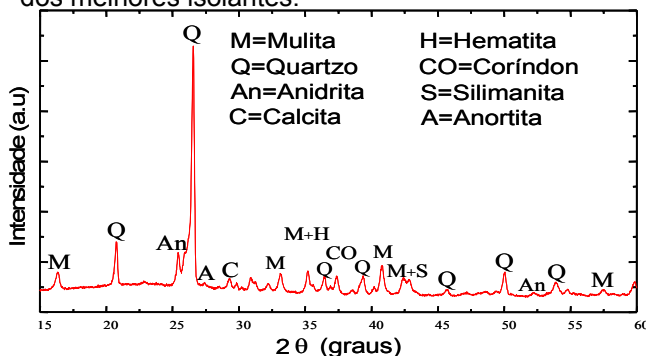


Figura 2 - Difratograma da cinza UTPM, mostrando alguns compostos cristalinos.

Conclusões

Pelas suas propriedades físicas e químicas, as cinzas UTPM demonstraram ser um excelente material para o preparo de cerâmicas, com potencial para diversas aplicações, inclusive, algumas já sendo desenvolvidas.

Biodegradação de efluente de indústria de papel e celulose na presença de Lacase de *Aspergillus* sp e Peroxidase de raiz forte (HRP).

Sabrina Moro Villela ¹(IC)*, Carlos H. L. Soares ¹(PQ) . Email: sabrinavillela@yahoo.com.br

¹ Departamento de Bioquímica, CCB, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, Brasil, CEP 88040-970.

Palavras Chave: Lacase, Peroxidase, Biodegradação.

Introdução

Os efluentes de indústrias de papel e celulose possuem materiais orgânicos e compostos organoclorados que acarretam significativo efeito tóxico à comunidade biológica e são de difícil biodegradação. Estudos revelam que esses compostos podem ser biodegradados por fungos, especialmente da classe (Basidiomicetos), que possuem sua capacidade de biodegradação diretamente relacionada à produção de enzimas lignolíticas como a Lacase e a Peroxidase. O objetivo do trabalho foi avaliar as possíveis modificações químicas causadas por essas enzimas no efluente de uma indústria de papel e celulose de Santa Catarina.

Resultados e Discussão

A Lacase(Novozymes) e Peroxidase(Merck), foram inicialmente caracterizadas. Resultados obtidos através de estudos cinéticos demonstraram uma melhor atividade das enzimas no pH=4,0.

Com o uso de um cromatógrafo Shimadzu (HPLC) equipado, com um detector SPD-10A UV-VIS e uma coluna de exclusão Diol-150 da Shimadzu, foram determinadas as MM das enzimas. A MM da Lacase obtida foi de 65kDa e a Peroxidase de 45kDa. Os experimentos relativos à caracterização das enzimas revelaram que estas possuem as mesmas características quanto ao perfil de atividade x pH e MM das Lacases e Peroxidases citadas na literatura.

A descoloração do efluente foi monitorada através da redução da absorbância em um comprimento de onda de 465nm, com um espectrofotômetro Hewlett Packard. A Lacase reduziu a cor do efluente em 60% e a Peroxidase em 42%, como demonstrado na figura 1.

Concomitante ao processo de descoloração, a concentração de fenóis foi medida por dois métodos, o método Folin e o método da 4-aminoantipiridina. Os resultados revelaram uma redução na quantidade total de compostos fenólicos do efluente tratado com as duas enzimas.

Através de curvas obtidas para cinética de degradação dos compostos fenólicos observa-se que as enzimas possuem diferentes taxas de degradação para cada tipo de estrutura fenólica, isto é, as enzimas degradaram de maneira eficaz os fenóis de alta e/ou baixa MM, porém as taxas de

redução e a velocidade com que estes compostos são degradados são diferentes.

Análise da distribuição de MM dos componentes do efluente foi realizado por HPLC, utilizando o mesmo equipamento já citado. Após um período de incubação de 45 minutos, as enzimas promoveram uma intensa degradação do material orgânico contido no efluente, indicado por uma acentuada diminuição da área total obtida em cromatogramas monitorados a 240, 280 e 310nm.

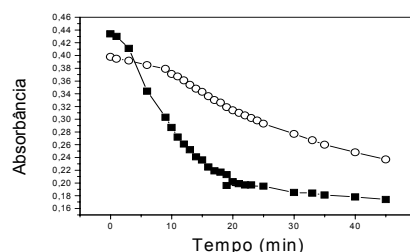


Figura 1. Efluente antes e após 45 minutos de tratamento em pH=4,0 com a Lacase □, e Peroxidase ○.

Conclusões

As enzimas Lacase e Peroxidase apresentaram grande eficiência na redução de cor, de fenóis totais e conseqüentemente dos compostos de alta MM contidos no efluente, indicando que ocorre a despolimerização destes compostos. Portanto, a utilização de enzimas em procedimentos de remediação de efluentes industriais mostra-se uma atraente alternativa, principalmente em função dos bons resultados obtidos.

Agradecimentos

Os autores agradecem a Novozymes e a Merck pela concessão as enzimas.

¹ Soares, C.H.L. e Durán. *N.Environmental Technology*. 1997, 883, 891.

² Soares, C. H.L. *Applied Biochemistry and Biotechnology*. 2001, 135, 149.

Extratores químicos para avaliação de boro em solos do estado do Paraná.

Waldemar de Oliveira Neto¹ (PG), Fábio Rogério Ortiz² (PG), Valquíria Cecílio da Silva^{3*} (IC), César de Castro⁴ (PQ). valquiriacecilio@yahoo.com.br

^{1,2,4}Embrapa-Soja, Londrina, PR. ³Universidade Estadual de Londrina, UEL.

Palavras Chave: Fertilidade do Solo, Boro, Extratores Químicos

Introdução

O conhecimento da concentração, das reações e das dinâmicas dos nutrientes no solo é de suma importância para entender o comportamento e a disponibilidade desses nutrientes no sistema solo-planta.

A seleção do melhor método de extração está baseada na eficiência agronômica, na calibração dos resultados, na uniformização dos procedimentos analíticos e principalmente na correlação entre os valores obtidos pelos métodos e os conteúdos absorvidos pelas plantas. Além disso, deve-se conhecer os fatores que afetam a disponibilidade do boro no solo, tais como: pH, matéria orgânica, compostos de ferro e alumínio, tipo de argila, textura, umidade do solo e interações com outros íons. O objetivo deste trabalho foi avaliar os teores de B no solo, obtidos por três métodos: BaCl₂ (quente), HCl 0,05 M e Mehlich-1 e verificar a correlação entre os extratores e algumas características físicas e químicas dos solos.

Resultados e Discussão

Observam-se, na tabela 1, os coeficientes de correlação para o teor de B entre os métodos testados, função de algumas características físicas e químicas dos solos.

Tabela 1. Matriz de correlação entre os teores de B obtidos por três métodos de extração e as características físico-químicas dos solo.

	BaCl ₂	HCl	Mehlich-1	Argila	pH	MO	T. Folha
BaCl ₂	1,00	0,16	0,09	0,01	-0,32	0,71**	0,66**
HCl		1,00	0,75**	-0,78*	-0,02	0,14	-0,37
Mehlich-1			1,00	-0,62**	0,03	0,03	-0,23
Argila				1,00	0,29	-0,31	0,39
PH					1,00	-0,27	-0,06
MO						1,00	0,59**
Teor na Folha							1,00

Observa-se que não houve correlação significativamente entre o método BaCl₂ e os demais métodos testados, enquanto que os métodos HCl e Mehlich-1 apresentaram correlação entre si, ao nível de (r=0,75). Com relação às características de teor de argila, matéria orgânica e pH e teor na folha, o método do BaCl₂

correlacionou-se positivamente com o teor de matéria orgânica do solo e o teor na folha indicando que esse método é mais eficiente em demonstrar a importância desse componente no solo e na disponibilidade de B. Os teores extraídos pelos métodos HCl e Mehlich-1 apresentaram correlação negativa com os teores de argila, indicando que esses métodos foram sensíveis à teores de argila no solo. Provavelmente, as soluções extratoras sofrem desgaste à medida que se aumenta a quantidade de argila no solo. Os teores de B no solo obtidos pelos métodos HCl e Mehlich-1 foram mais elevados quando comparados com os obtidos com o BaCl₂.

Conclusões

- Os extratores HCl e Mehlich-1 são sensíveis à textura do solo, enquanto o extrator BaCl₂ é sensível ao teor de matéria orgânica do solo e o teor de B na folha;
- A matéria orgânica é sensível ao teor de B na folha;
- Os teores obtidos pelos métodos HCl e Mehlich-1 são equivalentes.

Agradecimentos

Trabalho desenvolvido no Laboratório de Solos e Nutrição de Plantas da Embrapa-Soja.

ABREU, C.A.; ABREU, M.F.; RAIJ, B. VAN; BATAGLIA, O.C & ANDRADE, J.C. Extraction of boron from soil by microwave heating for ICP-AES determination *Commun. Soil Sci. Plant Anal.*, **1994**. 25 (19/20): p.3321-3333.

BATAGLIA, O.C. & RAIJ, B. VAN. Eficiência de extratores na determinação de boro em solos. *R. Bras. Ci. Solo*, **1990**. 14:p.25-31.

BARTZ, H.R. & MAGALHÃES, A.F. Avaliação da disponibilidade de boro através de soluções em alguns solos do Rio Grande do Sul. *Agron. Sultriongr.*, 11:89-96, **1975**

LEITE, H.G. & OLIVEIRA, F.H.T. Statistical Procedure to Test the Identity between of Analytical Methods. *Comm. Soil Sci. Plant Anal.*, v.33,n. 7/8, p.1105-1118, **2002**.

Determinação físico-química e perfil de ácidos graxos em bovinos imunocastrados, castrados cirurgicamente e intactos.

*Marcos R. Ruiz¹ (PG), Nilson E. de Souza¹ (PQ), Makoto Matsushita¹ (PQ), Jesui V. Visentainer¹ (PQ), Jennifer A. Hernandez² (PG), Massami Shimokomaki³ (PQ), Jerry J. Reeves² (PQ).

E-mail: marcosruiz@bol.com.br

¹Universidade Estadual de Maringá, Departamento de Química Maringá, Paraná, Brazil, CEP 87020-950. E-mail: nesouza@uem.br

²Universidade Estadual de Washington, Pullman, WA 99164. (USA)

³Universidade Estadual de Londrina, Departamento de Zootecnia TAM/CCA, Londrina, Paraná, Brazil, CEP 86051-990.

Palavras Chave: imunocastração, ácidos graxos, nelore.

Introdução

O objetivo do trabalho foi determinar a composição físico-química e o perfil dos ácidos graxos nos bovinos (raça nelore) que receberam vacina LHRH-fusão protéica para esterilização (T₁), também de animais castrados cirurgicamente (T₂) e intactos (T₃). A qualidade da carne bovina é de grande importância devido ao alto consumo, desta forma, se faz necessário uma avaliação, principalmente no perfil dos ácidos graxos e colesterol, nos bovinos que passam por processo de castração comum ou imunocastração, para detectar possível alteração na composição.

Resultados e Discussão

Um total de 70 touros Nelore, foram utilizados no trabalho. Umidade, cinza e proteína foram determinados como descrito por métodos de AOAC (Cunniff, 1998), para lipídios do tecido do músculo foi utilizado método Bligh e Dyer (1959). A extração e quantificação do colesterol foram feita pelo método de Al-Hasani et al. (1993), com modificações (Rowe et al., 1999).

O perfil de ácidos graxos foi identificado em um cromatógrafo a gás Shimadzu 14A (o Japão) equipado com detector de ionização de chama e coluna recheada com sílica fundida CP Sil-88, coluna capilar (100 m, 0,25 mm e 0,25 µm de cianopropil polisiloxano).

A composição físico-química apresentada na tabela 1, o teor de proteína foi maior para imunocastração, fato que pode ser explicado, pois a vacina continha uma fusão protéica. Lipídios foi menor para intactos, provavelmente por causa desses animais possuírem maior atividade, isto implica em maior consumo de energia.

O perfil dos AG trouxe a razão PUFA/SFA maior para imunocastrados (0,14), segundo Departamento do coração da Inglaterra que recomenda > 0,45.

A maior razão n-6/n-3 foi apresentada por intactos (1,67), segundo o Departamento do Coração essa razão deve ser inferior a 4.

Tabela 1. Composição físico-química

	Imunocastrado	castrado	Intacto
Umidade(g)	75.24 ^a ± (1.44)	74.36 ^a ± (0.93)	76.16 ^b ± (1.66)
Cinzas (g)	0.94 ^a ± (0.05)	0.95 ^a ± (0.09)	0.95 ^a ± (0.08)
Proteínas (g)	20.75 ^a ± (1.62)	19.76 ^a ± (1.57)	19.00 ^a ± (1.81)
Lipídios (g)	1.62 ^a ± (0.50)	1.87 ^a ± (0.53)	1.20 ^b ± (0.56)
Colesterol (mg)	51.84 ^a ± (1.63)	48.96 ^a ± (1.35)	50.00 ^a ± (1.48)

Tabela 2: Perfil dos ácidos graxos

Ácido Graxo	Imunocastrado	Castrado	Intacto
PUFA	6.93 ^a (± 0.99)	5.00 ^b (± 0.57)	7.07 ^a (± 1.27)
MUFA	43.38 ^a (± 2.44)	43.05 ^a (± 3.16)	42.29 ^a (± 2.78)
SFA	49.61 ^a (± 1.62)	51.06 ^a (± 2.90)	52.60 ^a (± 3.60)
n-6	3.00 ^a (± 0.18)	2.81 ^b (± 0.18)	3.02 ^a (± 0.15)
n-3	1.90 ^b (± 0.17)	1.80 ^a (± 0.16)	1.82 ^a (± 0.17)
PUFA/SFA	0.14 ^a (± 0.02)	0.10 ^b (± 0.01)	0.13 ^a (± 0.01)
n-6/ n-3	1.59 ^a (± 0.14)	1.61 ^a (± 0.09)	1.67 ^b (± 0.11)

Conclusões

Imunocastração apresentou resultados físico-químicos e de perfil de ácidos graxos semelhantes a animais intactos. Desta forma, a imunocastração com LHRH-fusão protéica pode ser aplicado com segurança na administração do processo de castração de bois em regime de pasto.

Agradecimentos

Agradecimento ao CAPES.

¹Cunniff, P. A. (Ed.). *Official methods of analysis of the AOAC 16.ed Bligh & Dyer. (1959). J. Biol. Chem., 226, 497.*
 HASANI, S. M.; SHABANY, H.; HLAVAC, J. (1990). *Rapid determination of cholesterol in selected frozen foods.*
 ENGLAND. Department of Health. *Nutritional aspects of cardiovascular disease.* London..

Efeito da concentração de nitrito de sódio na produção de ácido láctico

Luiza Lux Lock (IC), Valeriano Antonio Corbellini (PQ) e Marco F. Ferrão (PQ)*

Departamento de Química e Física, Universidade de Santa Cruz do Sul – RS, ferrao@unisc.br

Palavras Chave: nitrito de sódio, bactérias lácticas, fermentação

Introdução

A conservação de produtos cárneos pode ser promovida através da utilização de sais de cura ou fermentos lácticos, os quais consistem em culturas lácticas responsáveis pela acidificação do meio. É possível conciliar ambos os métodos de conservação, buscando minimizar a quantidade de nitritos (sais de cura) a fim de obter produtos menos prejudiciais à saúde. Neste trabalho, pretende-se estudar a resistência das bactérias lácticas isoladas de produtos coloniais da região do Vale do Rio Pardo, RS, buscando identificar qual a faixa de concentração de nitrito de sódio mais adequada para promover o processo de maturação de produtos cárneos fermentados.

Resultados e Discussão

Duas amostras de bactérias lácticas isoladas de queijo (Q6-1) e embutido (E3-1) coloniais foram selecionadas para o estudo. Primeiramente padronizou-se as amostras de bactérias através da técnica *pour plate* de inoculação em placa. Ambas foram padronizadas em função da diluição 10^{-8} , que foi aquela que apresentou entre 30 a 300 UFC, visualmente identificáveis. Inoculou-se 0,1mL do inóculo padronizado de cada bactéria em tubos contendo 9,8mL de leite desnatado a 11% e 0,1mL de concentrações de nitrito de sódio, variando entre 0ppm e 3000ppm. Os experimentos foram realizados em triplicata. Os tubos foram incubados por 48h à 35°C. Foram determinados os valores de acidez total (pH) e concentração de ácido láctico obtendo-se os resultados apresentados nas Figuras 1 e 2.

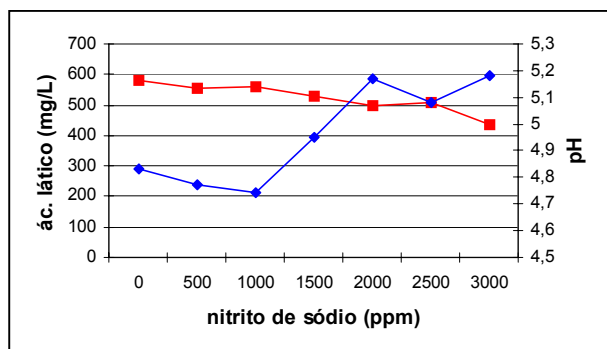


Figura 1. Gráfico da variação do pH (azul) e da concentração de ácido láctico (vermelho) em função da concentração de nitrito de sódio para a amostra Q6-1.

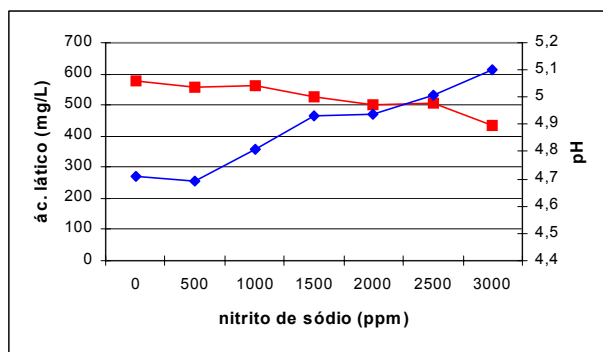


Figura 2. Gráfico da variação do pH (azul) e da concentração de ácido láctico (vermelho) em função da concentração de nitrito de sódio para a amostra E3-1.

Em ambas as amostras é possível perceber que a adição de soluções de nitrito de sódio de concentrações baixas (500 e 1000ppm) não prejudicam a produção de ácido láctico, sendo que para a amostra Q6-1 verificou-se ainda um aumento na produção de ácido láctico nessas concentrações. Para concentrações mais elevadas, verificou-se um declínio na produção de ácido láctico, sendo a amostra E3-1 mais sensível ao nitrito de sódio que a amostra Q6-1, pois esta demonstrou interferência apenas na concentração de 3000ppm.

Conclusões

Verificou-se que a presença de nitrito de sódio interfere na produção de ácido láctico, pois inibe o crescimento microbiano. Porém, em pequenas concentrações, é possível utilizar sais de cura em conjunto com os fermentos lácticos para aumentar a vida útil de prateleira de produtos cárneos fermentados.

Agradecimentos

Os autores agradecem à bolsa de Iniciação Científica da FAPERGS (Processo 02516470), pelo financiamento da SCT-RS e pelo apoio do PMT/VRP.

¹Balduino, R. et al. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 1999, 19(3), 356.

²Balduino, R. et al. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 1999, 19(3), 363.

Potencial de produção de ácido láctico por bactérias em diferentes temperaturas

Luiza Lux Lock (IC), Valeriano Antonio Corbellini (PQ), André Luís Frietto (IC) e Marco F. Ferrão (PQ)*

Departamento de Química e Física, Universidade de Santa Cruz do Sul – RS, ferrao@unisc.br

Palavras Chave: *determinação de ácido láctico, bactérias lácticas, fermentação*

Introdução

As bactérias lácticas podem ser encontradas em leite, queijo, salames, iogurtes e outros diversos alimentos. O ácido láctico é usado em vários ramos da indústria, principalmente na indústria de alimentos, têxtil e na fabricação de plásticos. As culturas lácticas iniciadoras são de grande utilidade para a indústria de produtos cárneos fermentados. Estudos direcionados especificamente para a utilização de bactérias lácticas na produção de gêneros alimentícios são de grande importância tanto para indústria quanto para consumidores. No presente trabalho pretende-se determinar a temperatura ideal de incubação de culturas lácticas isoladas com a finalidade de obter uma boa produção de ácido láctico no embutido produzido.

Resultados e Discussão

Cinco amostras de bactérias isoladas de queijos e salames coloniais comercializados no Vale do Rio Pardo, RS, foram escolhidas para o ensaio de temperatura. O critério utilizado para a escolha das cinco amostras foi a produção de um coágulo rígido. As bactérias foram inoculadas em triplicata em leite desnatado a 11% e incubadas em estufa bacteriológica durante 48h, nas temperaturas de 25, 35 e 45°C. Realizaram-se as medidas de acidez total e produção de ácido láctico nos tempos de 24 e 48h de incubação. A acidez total foi determinada diretamente pela medida do pH do meio de cultura com um eletrodo de ponta rígida. Para o teste de produção de ácido láctico utilizou-se a complexação do mesmo com FeCl_3 e posterior medida de sua absorbância em espectrofotômetro na região do visível. As amostras foram centrifugadas durante 10 minutos. Retirou-se 1mL do sobrenadante de cada amostra e diluiu-se em balão volumétrico de 10 mL. Cada amostra foi tratada com 1 mL de FeCl_3 , deixando em repouso por 15 minutos. Realizou-se a medida da absorbância das cinco amostras em triplicata, para as temperaturas mencionadas acima, no comprimento de onda de 425 nm. Os valores médios são apresentados em forma gráfica nas figuras 1 e 2 para 24 e 48 horas, respectivamente.

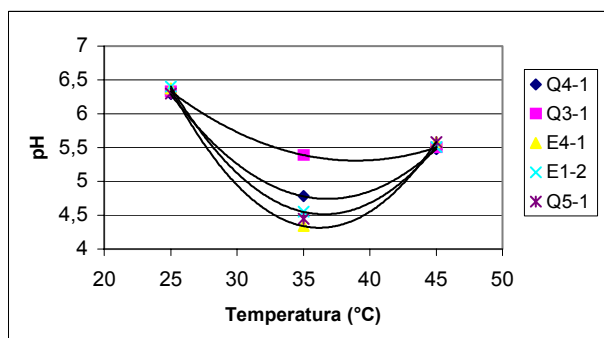


Figura 1. Gráfico da variação do pH em função da temperatura para 24 horas.

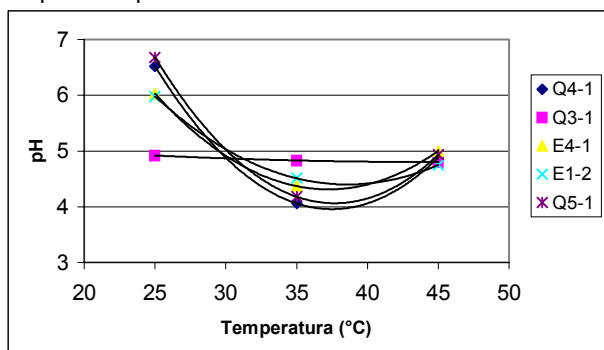


Figura 2. Gráfico da variação do pH em função da temperatura para 48 horas.

Conclusões

Verificou-se que a melhor temperatura de incubação para as bactérias lácticas corresponde a 35°C, o que está de acordo com a temperatura de incubação do embutido após sua produção (maturação). Observou-se também uma relação direta entre o pH e a produção de ácido láctico, pois de uma forma geral as culturas que apresentaram pH mais ácido foram aquelas que produziram maior quantidade de ácido láctico.

Agradecimentos

Os autores agradecem às bolsas de IC FAPERGS (Processo 02516470) e CNPq, pelo financiamento da SCT-RS e pelo apoio do PMT/VRP.

¹Balduino, R. *et al. Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 1999, 19(3), 356.

²Balduino, R. *et al. Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 1999, 19(3), 363.

Aplicação da digestão ultravioleta na determinação simultânea de alumínio e ferro em fluidos pós-hemodiálise empregando calibração multivariada.

Paulo Cícero do Nascimento* (PQ), Leandro Machado de Carvalho (PQ), Denise Bohrer do Nascimento (PQ), Cristiane Luisa Jost (IC).

Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, 97110-000 Santa Maria, RS – Brasil
e-mail: npaulo@quimica.ufsm.br

Palavras Chave: Digestão ultravioleta, fluidos pós-hemodiálise, calibração multivariada

Introdução

Em trabalho apresentado anteriormente¹, a determinação de Al e Fe empregando calibração multivariada mostrou-se uma alternativa eficiente para avaliar, de forma não invasiva, a razão Al:Fe em fluidos pós-hemodiálise após o tratamento com Desferal®. Entretanto, a determinação destas espécies nos fluidos pós-hemodiálise só se mostrou possível em amostras degradadas pelo tempo (3 semanas), onde os analitos se encontravam na forma livre (não mais complexados com Desferal). Portanto, para a determinação do Al e Fe empregando calibração multivariada em fluidos de hemodiálise logo após a sessão, uma etapa de pré-tratamento da amostra envolvendo a liberação dos metais ligados ao Desferal se faz necessária. Um dos métodos mais eficientes empregado para a liberação de metais ligados a matrizes orgânicas, envolve a irradiação de amostras com luz UV (digestão UV) por um determinado tempo. Durante a irradiação, compostos orgânicos presentes na amostra são decompostos sob ação da luz UV e o metal é liberado em solução. O presente trabalho apresenta uma nova metodologia para a determinação rápida e simultânea de Al e Fe em amostras de fluidos de hemodiálise, empregando a digestão UV como etapa de pré-tratamento.

Resultados e Discussão

Devido à complexidade e à diversidade em termos de composição que os fluidos de hemodiálise apresentam após cada sessão, o tempo de espera necessário para a medida de Al e Fe nas amostras após a coleta é um parâmetro ainda variável e de difícil controle. Para isto, a digestão UV dos fluidos de hemodiálise foi empregada como etapa de pré-tratamento das amostras. As condições experimentais otimizadas para a digestão foram as seguintes: tempo de digestão 2½ h, temperatura de 85°C, adição de 50 µL de H₂O₂ 30% a cada 30 minutos em 10 mL de amostra, utilizando-se o Digestor UV 705 (Metrohm). Amostras sintéticas contendo Al e Fe em concentrações entre 0,2 e 0,8 mg L⁻¹ e Desferal 2,0 mg L⁻¹ foram irradiadas nas

condições descritas. A utilização da calibração multivariada com regressão por mínimos quadrados parciais (PLS)¹ mostrou-se adequada à determinação simultânea de Al(III) e Fe(III) em fluidos pós-hemodiálise após a liberação dos metais durante a etapa de digestão UV. Os espectros de absorção molecular foram obtidos com um espectrofotômetro com arranjo de diodos (HP-8453 A) e o tratamento multivariado com o programa The Unscrambler 6.11 (CAMO A/S, Trodheim, Norway). O modelo de calibração foi obtido utilizando-se os valores de absorvância entre 190 e 1100 nm com resolução de 1 nm. Nesta condição, 4 variáveis latentes foram utilizadas para a previsão de Al e Fe e os coeficientes de correlação linear entre as concentrações dos analitos, em amostras sintéticas, medidas por este método foram 0,998 para Al e 0,994 para Fe. Amostras reais de fluidos pós-hemodiálise foram contaminadas com quantidades conhecidas dos analitos e analisadas pela metodologia proposta após a digestão UV. Os valores de RMSEP para Al e Fe foram, respectivamente, 0,0145 e 0,0258 e os valores de RMSEC de 0,0159 e 0,0200.

Conclusões

A digestão UV possibilita a degradação dos complexos Al/Fe-Desferal em fluidos pós-hemodiálise. Após a etapa de digestão, os metais são liberados da matriz e a determinação simultânea de Al e Fe é feita por calibração multivariada com regressão por mínimos quadrados parciais (PLS), empregando violeta de pirocatecol como agente complexante.

Agradecimentos

CAPES (ProDoc/2002), PIBIC/CNPq, Metrohm Ltd. (Herisau)

1. Anais da 25^a. Reunião Anual da SBQ, 2002, QA-025.

Análise multivariada aplicada na identificação de medicamentos contendo diclofenaco

Jorcem Simon de Souza (IC)¹, Graciele Parisotto (IC)¹, João Carlos Furtado (PQ)², Rolf Fredi Molz (PQ)² e Marco F. Ferrão (PQ)^{3*} ferrao@unisc.br

¹Curso de Farmácia, ²Departamento de Informática e ³Departamento de Química e Física, Universidade de Santa Cruz do Sul - UNISC - RS

Palavras Chave: diclofenaco, análise de medicamentos, quimiometria

Introdução

A metodologia atualmente utilizada na quantificação e qualificação de fármacos baseia-se no emprego de ferramentas analíticas clássicas que necessitam de procedimentos demorados na preparação da amostra, bem como alteração de suas características inerentes. Com a constante evolução do mercado farmacêutico mundial, associada a maiores exigências de qualidade, novas metodologias capazes de suprimir estas circunstâncias, vem sendo estudadas. Neste sentido o presente trabalho propõe ferramentas analíticas para a caracterização dos produtos nas diferentes etapas de industrialização dos medicamentos.¹⁻² Em especial, técnicas espectroscópicas baseadas na radiação infravermelha, como a espectroscopia por reflexão difusa no infravermelho médio com Transformada de Fourier (DRIFTS)³, aliada a ferramentas quimiométricas como a análise hierárquica de agrupamentos (AHA).

Resultados e Discussão

Neste trabalho, a identificação de dois fármacos anti-inflamatórios semelhantes foi pesquisada, empregando-se espectros de DRIFT obtidos em um espectrofotômetro NICOLET Magna 550, com resolução de 4cm⁻¹ e 32 vareduras. Coletou-se 9 espectros de diclofenaco de sódio 50mg manipulado (sódio 2-[O-(2,6-dicloroanilino)fenil] acetato), sendo obtidos de tres fornecedores (classes 1,2 e 3), 9 espectros de diclofenaco de potássio 50mg (potássio [O-(2,6-dicloroanilino)fenil] acetato), (classes 4,5 e 6) e também 9 espectros contendo apenas o excipiente de cada fornecedor (classes 7,8 e 9) utilizado na manipulação dos medicamentos analisados. Modelos de AHA, utilizando as regiões espectrais 993-1214 cm⁻¹ e 2809-2992 cm⁻¹, foram desenvolvidos no programa Pirouette® 2.7 da Infometrix, apresentando separação entre cada uma das classes modeladas, excetuando-se duas dentre as classes de excipiente. Os melhores resultados foram àqueles com os dados autoescalados, e correção do espalhamento de luz (MSC). A figura 1

apresenta um dendograma no qual podemos observar a separação das classes. Dentre os medicamentos formulados os diclofenacos pertencentes aos fornecedores 1 e 3 se agruparam em função do cátion, enquanto que os do fornecedor 2 se agruparam em função da presença de um mesmo excipiente.

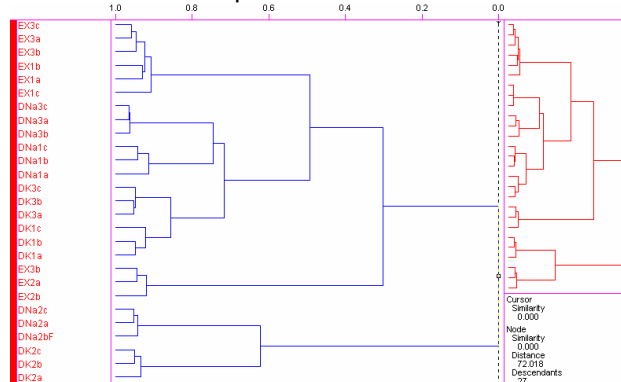


Figura 1 – Dendograma para o conjunto de dados empregando a construção tipo incremental.

Conclusões

Os resultados de similaridade obtidos indicam as potencialidades dos métodos DRIFTS/AHA, pois quando semelhantes excipientes foram utilizados, os diclofenacos manipulados foram discriminados em função da presença de potássio e de sódio em sua estrutura. Por outro lado, a presença de outras substâncias na matriz excipiente permitem uma nítida separação destas. Como vantagens nesta metodologia têm-se a não destruição das amostras, a não geração de resíduos, o baixo custo e maior rapidez na análise.

Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPERGS e ao FUNDAP-UNISC.

¹Blanco, M. et al., Analytica Chimica Acta, **1999**, 392, 237.

²Pasquini, C., J. Braz. Chem. Soc. **2003**, 14, 198.

³Ferrão, M.F., Técnico-lógica, **2001**, 5, 63.

Utilização de argilas naturais na remoção de Zn^{+2} de soluções aquosas.

Diego I. Petkowicz (IC), Chaline Detoni (IC), Rosângela A. Jacques (PQ), Sibele B. C. Pergher (PQ)*

Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões – URI – Campus Erechim
AV. Sete de Setembro, 1621 – 99700-000 Erechim – RS – pergher@uri.com.br

Palavras Chave: Argila, Remoção, Efluentes.

Introdução

A argila tem mostrado uma boa eficiência na remoção de metais em soluções aquosas, justificando os estudos que a envolve. Em base nessa informação o objetivo deste trabalho foi avaliar a eficiência de duas argilas naturais em remover metais de soluções aquosas, bem como os parâmetros que influem na remoção, para sua futura utilização em remoção de metais de efluentes industriais.

Resultados e Discussão

Os testes foram feitos utilizando as argilas Mina e a AD44 – CR, fornecidas pela Mineração Tabatinga Ltda situada no município de Tabatinga do Sul – PR, sendo que a análise mineralógica das argilas consta 79 e 85% de Caulinita respectivamente. Os experimentos foram realizados em batelada a uma temperatura de 50°C mantida por banho de óleo, as soluções de Zn^{+2} foram preparadas a partir de uma solução padrão de 1000mg/L, nas concentrações que variaram de 50 a 500 mg/L, e tiveram o pH ajustado a 4 com HNO_3 , foi utilizado um sistema de refluxo onde 100 mg de argila postas em contato com 30 ml de cada padrão reagiram em tempos que variaram de 1 a 4 horas sob constante agitação. O teor de do metal zinco nas soluções foi analisado por FAAS.

Na análise pode-se observar que o teor de Zn retido não foi influenciado por tempos superiores há 1 hora, e o pH que inicialmente fora de 4 agora tem uma pequena variação que vai de 4 a 4,5 variação que pode estar ocorrendo devido a uma pequena troca de H^+ da solução pelos metais compensadores de carga as argilas que é evidenciado pelo aumento do pH.

O teor de Zn retido nos materiais aumentou com o aumento da concentração da solução, para as soluções com concentrações menores que 100 mg/L a retenção obtida foi de 55% de Zn, para uma solução de 200 mg/L a retenção obtida foi de 70%, e para uma solução de 500 mg/L a retenção foi de 85% de Zn.

Figura 1. Retenção do Zn(%) na argila AD44 a diferentes tempos

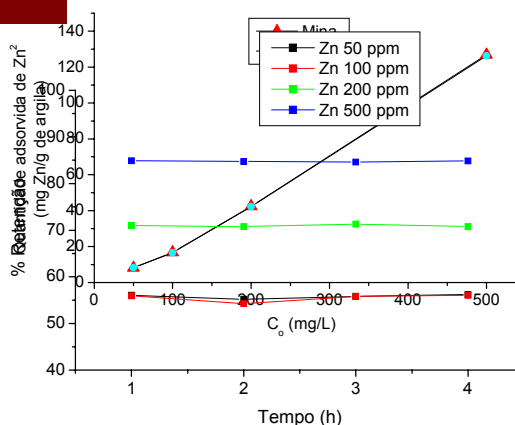


Figura 2. Quantidades adsorvidas de Zn^{+2} retido por grama de zeólita nas argilas à diferentes tempos

Conclusões

Ambas argilas mostraram o mesmo comportamento, obtendo valores de remoção de Zn^{+2} muito próximos. Observa-se que empregando o método batelada a 1h e a 50°C se obtém remoções acima de 85% para a solução de 500 mg/L. Conclui-se que as argilas naturais podem ser uma alternativa eficiente e econômica para remoção de metais em efluentes industriais.

Agradecimentos

Diego Ivan Petkowicz e Chaline Detoni agradecem à URI e FAPERGS pelas bolsas de iniciação científica.

Determinação dos constituintes de resíduos de caldeira por espectrometria de emissão pela chama e no visível, Raio X e complexometria com EDTA.

Engelbert de Souza Foukuenig¹ (IC*), Wilson Costa (PQ), Mariza Boscacci Marques (PQ), José Caetano Zurita da Silva (PQ) & Jorge Augusto de Moura Delezuk (IC).

Universidade Estadual de Ponta Grossa ¹wcosta@uepg.br.

Palavras Chave: Resíduo, Cinza, Caldeira.

Introdução

Para a produção de energia, muitas indústrias utilizam em caldeiras e fornos, óleo BPF (baixo ponto de fluidez), que além de ter o preço sujeito às variações cambiais, apresenta um teor de enxofre que no Brasil chega geralmente a 1 %. Para resolver os problemas ambientais e de custos, as indústrias estão substituindo este combustível por restos de madeira ou "cavacos", mas estes últimos produzem um resíduo, que numa das empresas, chega a 900 toneladas/ano. O objetivo deste trabalho é inicialmente caracterizar o resíduo e a cinza, para que se consiga um emprego adequado, evitando que ele seja simplesmente descartado no meio ambiente.

Resultados e Discussão

Por gravimetria determinou-se que esse material apresenta 26,71% de água e 72,37% de carbono, tendo sua massa reduzida em 99,08% pós-calcinação. No difratograma de RX do resíduo após calcinação (cinza) não foram detectados metais pesados e sais de Mg, K, Na e fosfatos. Por complexometria com EDTA determinou-se as concentrações de Ca^{2+} e Mg^{2+} ; por espectrometria de emissão por chama Na^+ e K^+ e por espectrometria na região do visível PO_4^{3-} , no resíduo e na cinza. Também foi avaliado o pH. Os dados encontram-se na tabela abaixo:

Tabela I - Dados obtidos para resíduo e cinza

	resíduo (%)	cinza (%)
Mg^{2+}	0,0705	10,04
Ca^{2+}	nd	nd
Na^+	0,0066	0,41
K^+	0,025	1,32
PO_4^{3-}	0,00359	0,186
pH	8,96	11,40

*nd - não detectado

A desidratação do resíduo foi conduzida em estufa a 100 °C por 2 horas, ou seja, até obtenção de massa constante. A redução significativa da massa do resíduo após ser submetida à calcinação

por 1 hora a 1000 °C, em atmosfera estática, constitui um resultado importante em virtude da alta

produção anual do resíduo, ou seja, passa de 900 para aproximadamente 9 ton/ano para uma empresa produtora. A alcalinização, decorrente do aumento de concentração dos íons determinados, poderia ser útil na correção de solos ácidos.

Conclusões

- 900 ton/ano de resíduo produzido por uma única caldeira poderiam ser reduzidas em aproximadamente 99% de sua massa, sendo suficiente uma calcinação a 1000 °C por 1 hora;
- as 9 ton de cinza/ano, cuja composição engloba sais de Mg, K, Na e PO_4^{3-} e pH alcalino, poderiam ser utilizadas para correção de solos ácidos;
- o resíduo bruto- não submetido à calcinação, devido ao seu alto teor de carbono poderia ser aplicado em áreas cujo solo se encontra em processo de degradação;
- processos simples e de baixo custo, como desidratação e calcinação, poderiam reduzir o risco de dano ao meio ambiente e baratear insumos agrícolas.

Assumpção, R.M.V. & Morita, T. *Manual de Soluções, Reagentes e Solventes- Preparação e Purificação*. Edgard Blucher, SP/SP, 1969.
 Baccan, N; Andarde, J.C.; Godinho, O.E.S. & Barone, J.S. *Química Analítica Quantitativa Elementar*. 2ª edição, Editora da Unicamp, SP/SP, 1979.
 Bayard, C. *Química Ambiental*, 2ª edição, Bookman Companhia Editora, Porto Alegre/RS, 2002.
 Ohlweiller, O.A. *Química Analítica Quantitativa*. Vol 1 e 2, 3ª edição. LTC, RJ/RJ, 1982.
 Vogel, A.I. *Química Analítica Quantitativa*, 5ª edição. Mestre Jou, SP/SP, 1981.

Comparação dos efeitos da filtração e decantação na determinação de micronutrientes em amostras de solo.

Fábio Rogério Ortiz¹ (PG), Waldemar de Oliveira Neto² (PG), Clóvis Manuel Borkert³ (PQ), Fabiana Cristina Cabrera da Silva⁴ (IC), Moisés de Aquino⁵ (TC). fabiana@cnpso.embrapa.br

^{1,2,3,5}Embrapa-Soja, Londrina-PR. ⁴Universidade Estadual de Londrina.

Palavras Chave: Fertilidade do Solo, Micronutrientes, Extratores Químicos.

Introdução

Deficiências ou excessos dos micronutrientes no solo podem ser diagnosticados por diversos procedimentos. A análise química é um instrumento de destaque, uma vez que possibilita avaliação prévia da disponibilidade desses nutrientes para as plantas. Apesar de muitos laboratórios já realizarem análises de micronutrientes, a falta de padronização de metodologias de avaliação pode comprometer a confiabilidade dos resultados.

Uniformizar procedimentos analíticos e garantir a qualidade dos resultados é uma necessidade indiscutível, para garantir a credibilidade da análise de micronutrientes do solo.

Dessa forma, este trabalho foi conduzido com o objetivo de comparar procedimentos analíticos para determinação de micronutrientes, visando contribuir com a padronização metodológica dos laboratórios de análises de solo.

Resultados e Discussão

TABELA 1. Teores de zinco, ferro, cobre e manganês de dois solos do Estado do Paraná, em função dos procedimentos utilizados para obtenção dos extratos.¹

Solos ²	Métodos	
	Filtração	Decantação
 Zn mg kg ⁻¹	
Mamborê	0,70 Ba	1,27 Aa
Ponta Grossa	0,82 Ba	1,49 Ab
DMS = 0,12 **	CV = 23,9 %	
 Fe mg kg ⁻¹	
Mamborê	31,99 Bb	113,35 Aa
Ponta Grossa	47,84 Ba	90,03 Ab
DMS = 4,87 **	CV = 10,9 %	
 Cu mg kg ⁻¹	
Mamborê	0,85 Bb	1,32 Ab
Ponta Grossa	1,41 Ba	1,59 Aa
DMS = 0,13 **	CV = 15,8 %	
 Mn mg kg ⁻¹	
Mamborê	9,29 Bb	27,19 Aa
Ponta Grossa	12,64 Ba	27,51 Aa
DMS = 1,74 **	CV = 14,5 %	

¹Médias seguidas da mesma letra maiúscula nas linhas e minúscula nas colunas não diferem entre si, pelo teste de Tukey a 1%, como indicado para DMS. ²Mamborê = LVd, textura média, Ponta Grossa = LVd, textura argilosa.

Os teores de zinco, ferro, cobre e manganês, obtidos nos dois solos testados, encontram-se na Tabela 1. Para todos os micronutrientes analisados, observou-se diferenças significativas, entre os procedimentos testados. A decantação resultou sempre na definição de maiores teores de micronutrientes nos solos. Esses resultados permitem a inferência de que os procedimentos utilizados são diferentes, não possibilitando uso alternativo. Uma vez definida e adotada pela rede de laboratórios de uma determinada região, deve ser padronizada, para possibilitar a comparação de resultados. A escolha entre um ou outro procedimento fica por conta da facilidade de execução, desde que seja padronizado para os diferentes solos e adotado como referência para o programa de análises químicas do solo.

Conclusões

- A filtração e a decantação utilizadas para obtenção de extratos límpidos de amostras de solo resultam na determinação de diferentes teores de zinco, ferro, cobre e manganês.
- Somente com a padronização metodológica entre laboratórios, será possível a comparação de resultados.

Agradecimentos

Trabalho desenvolvido no Laboratório de Solos e Nutrição de Plantas da Embrapa-Soja.

FERREIRA, M.E. ; CRUZ, M.C.P. da. Seleção de extratores químicos para avaliação da disponibilidade de zinco em solos do Estado de São Paulo. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*. Brasília, v.27, n.2, p.293-304, 1992.

SOULTANPOUR, P.N. ; KHAN, A. ; LINDSAY, W.L. Factors affecting DTPA-extractable Zn, Fe, Mn, and Cu from soils. *Communications in Science and Plant Analysis*. New York, v.7, p.797-821, 1976.

NELSON, W.L. & MEHLICH, A. The Development, evaluation, and use of soil tests for phosphorus availability. *Agronomy*. v.4, p. 153-188, 1953.

Controle de qualidade de produtos liofilizados

Maurício Rodrigo Back (IC)*¹, Nádia de M. Baccar (PQ)¹, Ana Lúcia B. Rohlfes (PQ)¹, Cláudia Mendes Mählmann (PQ)¹, Liliane Marquardt (PQ)², Valeriano A. Corbellini (PQ)¹, Marco F. Ferrão (PQ), Luciano Dornelles (PQ)¹ e Mari Sílvia R. de Oliveira (PQ)¹.
m26634@mx.unisc.br

¹Departamento de Química e Física, ²Departamento de Engenharia, Arquitetura e Ciências Agrárias – Universidade de Santa Cruz do Sul - UNISC.

Palavras Chave: liofilização, alimentos, controle de qualidade

Introdução

A retirada de água dos alimentos para aumentar o tempo de conservação é bastante antigo e eficaz, sendo um processo já utilizado pelo homem desde os primórdios da história da alimentação. Entre os processos mais utilizados com este objetivo destaca-se a liofilização, que se caracteriza pela retirada de água do alimento sem submetê-lo a altas temperaturas. Retirando-se água do alimento, retira-se o nutriente essencial para o desenvolvimento microbiano e assim, impede-se que os mesmos deterioram o alimento. Paralelamente ao controle microbiano, há necessidade de se fazer o acompanhamento físico-químico dos produtos liofilizados. Assim, este trabalho objetivou verificar se as metodologias analíticas oficiais para produtos não liofilizados podem ser utilizadas em produtos liofilizados. Dentre as análises importantes para o controle de qualidade de produtos liofilizados, destacam-se: teor percentual de umidade, cinzas, proteínas, fibras e gorduras. Foram estudadas as determinações analíticas em produtos liofilizados comercializados em Santa Cruz do Sul. Dentre estes, encontram-se café em pó, arroz com calabresa e arroz com galinha.

Resultados e Discussão

A determinação do teor percentual de umidade das amostras analisadas foi realizada em estufa a 105 °C, por três horas. Para a determinação do teor percentual de cinzas as amostras foram calcinadas em mufla a 550°C, até obtenção de cinzas branco acinzentadas. Na determinação do teor percentual de proteínas foi utilizado o método de Kjeldahl, com destruição da matéria orgânica por ataque ácido seguido da destilação do nitrogênio presente no alimento. Na determinação do teor percentual de gordura foi utilizado o extrator sohxlet e a extração das fibras deu-se por refluxo em meio ácido e básico¹.

A Tabela 1 apresenta os resultados obtidos na determinação do teor percentual de umidade e cinzas para as amostras de café e arroz com galinha e a Tabela 2, os teores percentuais de umidade, cinzas, proteínas, fibras e gorduras para a amostra de arroz com calabresa.

Tabela 1. Análise percentual de cinza e umidade

Amostra	Umidade (%)	Cinzas (%)
Café	2,6	14,1
Arroz c/ galinha	1,7	19,7

Tabela 2. Resultados analíticos obtidos para o produto liofilizado arroz com calabresa

Amostra	Umid.	Cinzas	Gord.	Fibras	Prot.
Arroz com calabr.	4,7	9,3	75,7	20	3,64

Os resultados obtidos com as amostras de produtos liofilizados analisados demonstram que as metodologias analíticas oficiais para produtos não liofilizados podem ser utilizadas para o controle de qualidade dos produtos liofilizados em estudo.

Conclusões

As amostras analisadas, em função de seu estado físico, não necessitaram de procedimentos de abertura de amostra, o que em termos analíticos é importante pois diminui o tempo de análise e a probabilidade de contaminação por interferentes.

Agradecimentos

Ao PUIC/UNISC, SCT-RS e PMT/VRP

¹ Portaria número 108, de 04 de setembro de 1991. Ministério da Agricultura e Reforma Agrária.

Estudos de compostos nitrogenados em diferentes cortes de destilação de petróleo marlim

Leandro da Conceição (IC), Cristina Lopes de Almeida (IC), Nascimento, I.F. (PQ)*

Departamento de Química, URI – campus de Erechim, Av. Sete de Setembro, 1621, CEP: 99700-000, Erechim – RS, fone 54-520-9000, ramal 9133, e-mail: iraja@uri.com.br

palavras-chave: petróleo Marlim, troca iônica, nitrogenados

Introdução

O petróleo Marlim caracteriza-se pelos altos teores de compostos nitrogenados. Em decorrência disto, as correntes derivadas de refino na faixa de gasóleo tem um conteúdo muito acima do que se considera usual em ternos de nitrogenados. Esse fato tem um impacto negativo sobre os catalizadores de Hidrotratamento(HDT), obrigando à redução de carga para manter o teor de nitrogenados no diesel. O presente trabalho tem o objetivo de determinar a distribuição de compostos nitrogenados em diferentes cortes de destilação de petróleo Marlim (GOP e AR5).

Resultados e Discussão

As áreas percentuais relativas das classes funcionais identificadas nas amostras foram as seguintes: petróleo Marlim: hidrocarbonetos, 43%, nitrogenados, 18%, ácidos carboxílicos, 3%, e sulfurados, 7%. GOP: hidrocarbonetos, 14%, nitrogenados, 2%, e halogenados 1,6%. AR5: hidrocarbonetos 36%, e nitrogenados 21%.

Entre os compostos identificados nas frações de neutros, destacam-se: o propil decano (área percentual de 20,15% com massa de 0,4334g/g de amostra). A tabela 1 apresenta a concentração (g/g de amostra) das principais classes funcionais identificadas nas amostras

Tabela 1: Distribuição das classes de compostos das frações de neutros em g/g de amostra

Amostra	Hidroc.	ácidos	Nitrog.	Sulf.	Halog.
Marlim	0,433	0,028	0,180	0,071	-
GOP	0,142	-	0,021	-	0,016
AR5	0,361	-	0,216	-	-

Os compostos majoritários identificados nas amostras (biblioteca do sistema GC/MS) foram: propildecano (área relativa 20,15%), ácido benzeno dicarboxílico (área relativa 2,76%), norizocopalona (área relativa 6,74%), metano sulfanato (área relativa 5,31%), ciclohexano (área relativa 3,04%), nitrobiciclo nonano (área relativa 1,03%), dodecano difluor (área relativa 1,57%), antraceno (área relativa 15,27%).

Conclusões

As conclusões parciais são de que as variáveis de processo devem exercer uma grande influência na distribuição das classes químicas, originalmente presentes na amostra bruta (petróleo Marlim). A presença de compostos nitrogenados, em quantidades significativas, ainda é um fator preocupante, um vez que estes compostos, além de atuarem como venenos de catálise, contribuem para a contaminação ambiental. Muitos desses compostos são considerados carcinogênicos e mutagênicos. As próximas etapas do trabalho compreendem, entre outras atividades, o desenvolvimento de métodos de extração com alta especificidade para a retenção de compostos nitrogenados.

Agradecimentos

Pró-reitoria de Ensino e Pesquisa, URI – campus de Erechim
Diretório Central de Estudantes – URI – campus de Erechim

BIBLIOGRAFIA

Bernard, C.; Guido, P.; Colin, J.; AnneL, D. , *Chemosphere*, **1996**,33, 2303.

Brown K.W.; Donnelly, K.C. *Hazardous waste & hazardous materials*,**1988**,5, 1.

James, K.J.; Stack, M.A., *Chemosphere*, **1997**,34,1713.

Nascimento I.F.; von Mühlen, C.; Schossler, P., Caramão, E.B. *Chemosphere*,**2003**,50, 657.

Nascimento I.F.; von Mühlen, C.; Caramão, E.B. *Química Nova*,**2001**,24 ,554.

Efeito da temperatura na composição química dos alimentos

Sislaine Franco (IC), Patrícia Beatriz Raasch (IC) e Marco F. Ferrão (PQ)*

Departamento de Química e Física, Universidade de Santa Cruz do Sul – RS, e-mail: ferrao@unisc.br

Palavras Chave: composição química dos alimentos, análise de alimentos, quimiometria

Introdução

Atualmente, e ainda por todo este século muitos estudos continuam a demonstrar a importância de uma dieta adequada para a saúde. O homem reconhecia que o alimento era essencial à sobrevivência, mas não fazia discriminação acerca do valor nutritivo dos diferentes alimentos.¹ Também não estava claro se o processamento dos alimentos alteravam significativamente sua composição.² Para se verificar o comportamento de diferentes alimentos com relação as variáveis analisadas optou-se pela utilização da Quimiometria empregando-se a análise por componentes principais (ACP).³

Resultados e Discussão

Empregou-se 30 amostras de diferentes tipos de alimentos (alface, abóbora, abacate, arroz, banana caturra, batata, beterraba, chuchu, carne de gado, carne de porco, carne de galinha, cebola, couve-flor, couve, cenoura, fubá, filé de peixe, feijão preto, laranja, mandioca, milho verde, maçã, mamão, massa, pimentão verde, pão branco, pão integral, repolho, tomate e vagem). As variáveis estudadas e levantadas para o problema são referentes às temperaturas (ambiente e a 100°C) para as quais foram determinadas as quantidades de fibras, proteínas e gordura nas amostras.⁴ A ferramenta empregada para a avaliação quimiométrica foi o ACP através do aplicativo Pirouette[®] da Infometrix. A melhor modelagem foi a que utilizou como pré-processamento os dados autoescalados, conforme apresentado nas Figuras 1 e 2.

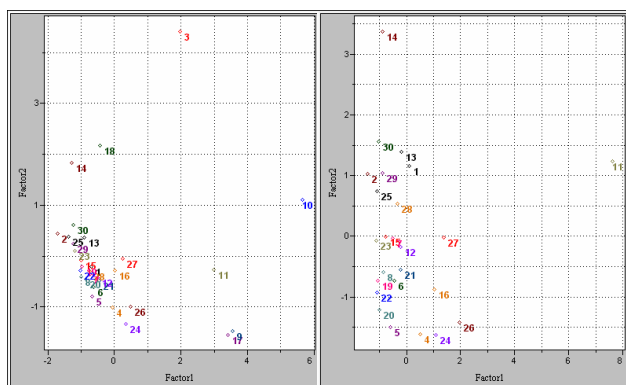


Figura 1. Gráfico dos scores (PC1 x PC2) para os dados autoescalados sem (esquerda) e com exclusão das amostras anômalas (direita).

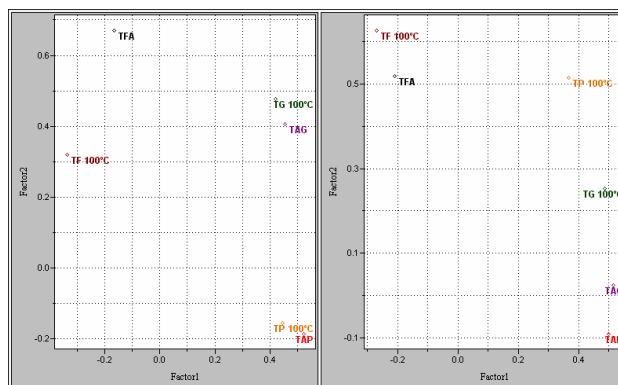


Figura 2. Gráfico dos loadings (PC1 x PC2) para os dados autoescalados sem (esquerda) e com exclusão das amostras anômalas (direita)

Nestes gráficos são apresentados dois comportamentos: o primeiro para os scores e loadings a esquerda, onde a PC1 distingue as variáveis proteínas e gorduras da variável fibra, enquanto que PC2 distingue proteínas das gorduras, independente da temperatura; já os gráficos a direita, nos quais as amostras consideradas anômalas foram retiradas (feijão preto, com alto resíduo e as carnes de porco e de gado, o filé de peixe e o abacate, com alto peso na modelagem), observou-se apenas a influência da PC1, separando as variáveis proteínas e gorduras, da variável fibra.

Conclusões

Considerando o modelo que utilizou todas as amostras, conclui-se que a composição relativa dos alimentos estudados pouco variou com a temperatura, apesar dos valores absolutos das variáveis estudadas terem sido diferentes. A desidratação dos alimentos, não modificou a modelagem neste caso. Porém, se forem retiradas as amostras que apresentam valores elevados de gordura e proteína, independente da temperatura, o modelo tende a diminuir sua dimensionalidade, fazendo com que os teores de gordura e proteína representem apenas uma nova variável no sistema.

¹Favier, J.C. et al. *Repertório geral dos alimentos. Tabela de Composição*. São Paulo: Roca, 1999, 895p.

²Coenders, A. *Química culinária, Estudio de lo que les sucede a los alimentos antes, durante y después de cocinados*. Zaragoza: Editorial Acribia, S.A., 1996, 290p.

³Morgano, M.A., Queiroz, S.C.N. e Ferreira, M.M.C. *Ciênc. Tecnol. Aliment.*, 1999, 19, 344.

⁴Instituto Adolfo Lutz. *Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. Vol. 1*. São Paulo: O instituto, 1985.

A natureza multivariada da composição química dos alimentos

Sislaine Franco (IC), Patrícia Beatriz Raasch (IC) e Marco F. Ferrão (PQ)*

Departamento de Química e Física, Universidade de Santa Cruz do Sul – RS, e-mail: ferrao@unisc.br

Palavras Chave: *composição química dos alimentos, análise de alimentos, quimiometria*

Introdução

A legislação referente a composição química dos alimentos comercializados, particularmente àqueles que são submetidos à algum processo de industrialização, evoluiu sensivelmente nos últimos anos. Hoje não só os prazos de validade devem estar bem claros nas embalagens como também os principais constituintes presentes.¹ Assim, são apresentadas as características nutricionais, indispensáveis a prescrição de qualquer dieta, bem como tornam-se transparentes as possíveis transformações que os alimentos processados por ventura venham a sofrer. Para avaliar às características comuns a determinados grupos de alimentos este trabalho propõe a utilização da Quimiometria, a partir da análise hierárquica por agrupamentos (AHA)² para avaliar o resultados de análises comuns de constituintes alimentares.

Resultados e Discussão

Neste trabalho foram utilizadas 30 amostras de diferentes tipos de alimentos (alface, abóbora, abacate, arroz, banana caturra, batata, beterraba, chuchu, carne de gado, carne de porco, carne de galinha, cebola, couve-flor, couve, cenoura, fubá, filé de peixe, feijão preto, laranja, mandioca, milho verde, maçã, mamão, massa, pimentão verde, pão branco, pão integral, repolho, tomate e vagem). As variáveis estudadas e levantadas para o problema foram as quantidades de fibras, proteínas e gordura em condições ambientais e também nas mesmas amostras submetidas a desidratação à temperatura de 100 °C em estufa.³ A ferramenta usada para a avaliação quimiométrica foi a AHA através do aplicativo Pirouette® da Infometrix. A matriz de dados assim constituída foi submetida a diversos tipos de pré-processamentos nos dados disponíveis no programa Pirouette, sendo selecionado àquele que empregou os dados autoescalados, devido a ser o método que apresentou maior similaridade entre as amostras agrupadas. Nas figuras 1 e 2 são apresentados dois dendogramas obtidos diferindo-se na forma de construção empregada, sendo estas simples ou incremental, respectivamente. Destaca-se o modelo incremental onde claramente são agrupados os alimentos analisados em 5 grupos.

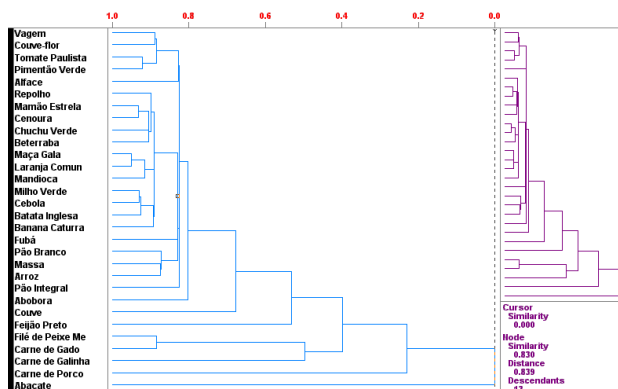


Figura 1. Dendrograma com construção simples.

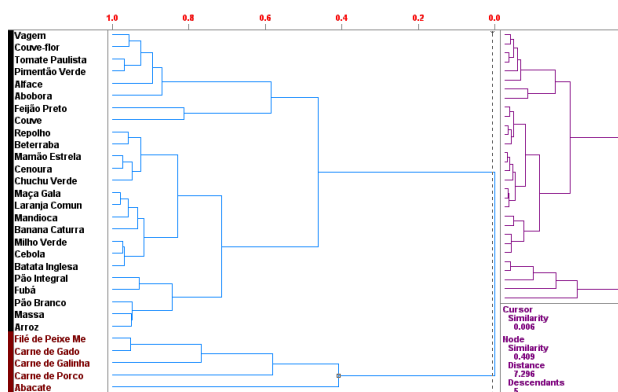


Figura 2. Dendrograma com construção incremental.

Para agrupar as amostras foram empregadas todas as informações analisadas referentes a composição dos alimentos e não somente uma determinada variável.

Conclusões

Como vantagem da presente avaliação, temos o fato da análise multivariada empregada possibilitar a avaliação simultânea de mais de um dos parâmetros, o que retrata, quando avaliamos a similaridade, um contexto bem mais representativo para a substituição e prescrição de determinados alimentos na elaboração de uma determinada dieta.

¹ Favier, J.C. et al. *Repertório geral dos alimentos. Tabela de Composição*. São Paulo: Roca, 1999, 895p.

² Morgano, M.A., Queiroz, S.C.N. e Ferreira, M.M.C. *Ciênc. Tecnol. Aliment.*, 1999, 19, 344.

³ Instituto Adolfo Lutz. *Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. Vol. 1*. São Paulo: O instituto, 1985.

A QUÍMICA DA VITAMINA C

Verônica Caldeira Leite¹(IC)*, Rubia M. Siqueira da Silva¹(IC), Ari da Silva dos Santos¹ (PQ)

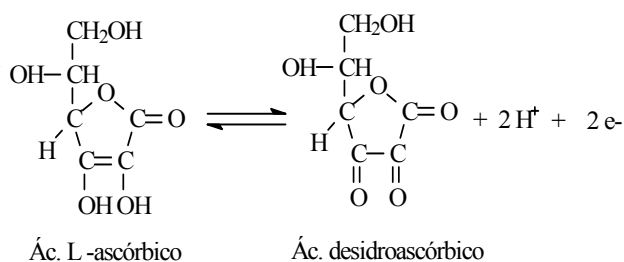
* veronica_leite@ig.com.br

1. Instituto de Química e Geociências / UFPel

Palavras Chave: ácido ascórbico, determinação, propriedades

Introdução

A vitamina C no ácido ascórbico é uma vitamina solúvel em água encontrada especialmente em frutas cítricas e vegetais verdes. Muitos organismos sintetizam essa vitamina a partir da glicose, mas o homem e outros primatas e várias outras espécies precisam obtê-la a partir da dieta. Deficiência de Vitamina C resulta em escorbuto. O ácido ascórbico torna-se muito conhecido desde que Linus Pauling recomendou a sua ingestão em grandes quantidades a fim de diminuir o número e a severidade dos resfriados e para tratar doenças como o câncer. É um poderoso agente redutor, podendo ser reversivelmente convertido em ácido desidro-ascórbico, o produto oxidado.

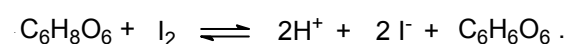
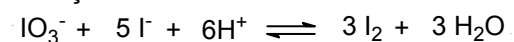


O objetivo do trabalho é determinar o teor de vitamina C e em sucos de frutas industrializados e comparar com os valores indicados pelos fabricantes. Adicionalmente pretende-se determinar o conteúdo de Vitamina C em sucos de frutas recentemente extraídos. O procedimento experimental se fundamenta no caráter redutor do ácido ascórbico.

Resultados e Discussão

Amostras de comprimidos de Vitamina C foram dissolvidos em água e tratados com iodeto de potássio e com solução de amido (como indicador) em meio ácido (HCl). As soluções foram tituladas com iodato de potássio.

O iodato reage com iodeto produzindo iodo que é prontamente reduzido pelo ácido ascórbico segundo a reação:



Após toda Vitamina C ter reagido a concentração de iodo começa a aumentar e formar I_3^- com o iodeto presente. O triiodeto se combina com o amido para formar um complexo de cor azul. O aparecimento da cor azul indica o ponto final da titulação do ácido ascórbico. Nos comprimidos foi encontrado que, em média, o teor de vitamina C é de 10,6%, maior que o especificado na embalagem. Para cada amostra foram feitas 5 repetições.

Quanto ao suco de pêsego foi encontrada a concentração de $1,2 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ (0,21 mg mL⁻¹), correspondendo ao valor indicado pelo fabricante. Foram feitas três repetições.

Em suco de limão recentemente preparado o teor encontrado foi de $3,0 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ (0,53 mg mL⁻¹). Foram feitas três repetições.

Conclusões

Nos comprimidos examinados o teor de vitamina C encontrado foi superior ao indicado no rótulo. No suco de pêsego industrializado o valor encontrado corresponde ao especificado na embalagem. No suco de limão recentemente extraído o teor de ácido ascórbico é 2,5 vezes maior do que no suco de pêsego industrializado. A simplicidade e a reprodutibilidade do método indicam a possibilidade de sua utilização em outros produtos de origem natural.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Departamento de Química Analítica do IQG/UFPel pela cedência do laboratório, materiais e reagentes utilizados na pesquisa.

Utilização da argila de Candiota no tratamento de águas residuais de indústrias de curtumes

Fernanda Andréia Rosa^{*1} (IC), Ruth Néia Teixeira Lessa¹ (PQ), Jozi Godoy Figueiredo¹ (IC), Daiane Gouveia Gonçalves¹ (IC)

Fe.quimica@bol.com.br

¹Departamento de Química Analítica e Inorgânica - IQG, UFPel – Campus Universitário

Palavras Chave: troca iônica, argila, antipolvente

Introdução

A argila de Candiota, rejeito na extração de carvão mineral, é uma mistura de argilas montmorilonita e de caulinita, que contém espaços intermoleculares, favorecendo a CTC, sua ação como coagulante e de remoção de cor em efluentes industriais. Essa característica lhe confere um material trocador de cátions como, por exemplo, o cromo hexavalente, um agente carcinogênico, e outros metais pesados de efluentes de indústrias de curtumes.

A concentração de íons Cr^{6+} das amostras de águas residuais coletadas no curtume foi de $1,035\text{mol.L}^{-1}$. Após a passagem pela coluna de troca iônica de 3:1 de sílica e argila, em coluna alternativa adaptada a técnica, as amostras apresentaram um teor médio de $0,340\text{mol.L}^{-1}$ de cromo hexavalente, indicando assim, uma satisfatória eficiência, pois houve uma redução de 34% na concentração inicial de íons Cr^{6+} da amostra do efluente.

Resultados e Discussão

As amostras de argilas foram coletadas na profundidade de 10,50m da cobertura vegetal, na mina de céu aberto de Candiota, abaixo da camada de carvão. Após fez-se a maceração da argila, utilizando gral e pistilo, e a passagem por peneiras obtendo granulometria de 0,105mm e 0,225mm. Estas amostras de argila macerada passaram por análises químicas e físicas, obtendo-se os teores apresentados na tabela 1.

Tabela 1. Características físico-químicas da argila de Candiota.

	COMPOSIÇÃO (%)
SiO ₂	56,5 a 63,4
Al ₂ O ₃	20,3 a 24,3
Fe ₂ O ₃	0,01 a 2,2
FeO	0,4 a 1,1
CaO	TRAÇOS a 0,6
MgO	TRAÇOS a 0,7
MnO	TRAÇOS a 0,9
TiO ₂	0,1 a 1,0
Na ₂ O	0,01 a 0,9
K ₂ O	0,9 a 2,1
P ₂ O ₅	TRAÇOS a 0,04
H ₂ O	10,8 a 15,4
*PF	7,7 a 9,4

*PF: perda ao fogo

Conclusões

Com o presente trabalho, pode-se concluir, num primeiro momento, que a argila de Candiota serve como trocador catiônico sendo possível tratar resíduos de indústrias de curtume contendo íons Cr^{6+} e, minimizando, assim, problemas ambientais decorrentes da presença desses metais pesados, oriundos das atividades industriais, dispostos no ambiente acidentalmente ou intencionalmente.

Agradecimentos

Ao curtume YURGEL (Pelotas-RS) que disponibilizou as amostras de águas para serem analisadas.
(Órgão Financiador CNPq)

¹ Teixeira, A. R. – Manual para Técnicos Encarregados de Plantas de Tratamento de Água.

² Cunha, A. A. DA. ET ALIL - Manual de Práticas de Química Analítica – Pelotas, Editora da Universidade Federal de Pelotas, 1984.

³ Ohweiler, O. A. – Química Analítica Quantitativa - Editora LTC, Rio de Janeiro, 1994.

⁴ Santos, P. S. – Tecnologia das Argilas – Vol 1 e 2, Edgard Blucher, 1975.

Determinação de proteínas e lipídios totais, metais, cinzas e umidade: um estudo comparativo entre amostras de soja transgênicas e não-transgênicas

Cristiane Novacki (IC), Daniel Antônio Turini (IC), Neide K. K. Kamizake* (PQ) e-mail: kamizake@uel.br, Dimas A. M. Zaia (PQ)

Departamento de Química-CCE, Universidade Estadual de Londrina, 86051-990, Londrina-PR

Palavras Chave: soja, transgênicos, nutrientes.

Introdução

O freqüente uso de organismos geneticamente modificados (OGM's), como a soja transgênica que em muitos países já é legalmente comercializada, obriga que se aprofunde os estudos relacionados à saúde humana e aos impactos ambientais, já que pouco se sabe a respeito dos efeitos do consumo de transgênicos à longo prazo. A urgência multiplica-se ao considerar que a maioria dos alimentos mais importantes do mundo é o grande alvo da engenharia genética, tais como feijão, soja, batata, milho, tomate, canola, enfim, alimentos estes que, por serem usados como base de muitos produtos industrializados, podem acabar sendo consumidos pelo homem³. O OGM em estudo é a soja Roundup ReadyTM (RR), resistente ao herbicida a base de glifosato da Monsanto, Roundup[®], que contém material genético de pelo menos quatro organismos diferentes: vírus do mosaico da couve-flor, da petúnia e duas seqüências genéticas derivadas de *Agrobacterium*, que lhe conferem a característica desejada². O objetivo deste trabalho é comparar os teores de proteínas e lipídios totais, alguns metais, como potássio (K^+), cálcio (Ca^{2+}), magnésio (Mg^{2+}), manganês (Mn^{2+}), ferro (Fe^{3+}), cobre (Cu^{2+}) e zinco (Zn^{2+}), cinza e umidade entre amostras de sojas transgênicas e não-transgênicas e verificar se existe alguma alteração. As amostras de soja foram cedidas pela EMBRAPA Soja – Londrina-PR e os cultivares utilizados foram: não-transgênicos: EMBR-59, BRS-133, BRS-137; e transgênicos: EMBR-59RR, BRS-133RR, BRS-137RR.

Resultados e Discussão

As metodologias empregadas em todas as determinações foram as seguintes: para proteínas totais: Kjeldhal; lipídios totais: Soxhlet; metais: Espectrofotometria de Absorção Atômica; cinzas e umidade: gravimetria. Os resultados foram expressos através das médias das triplicatas, cujo $p < 0,05$. Foram obtidos os seguintes resultados, na respectiva ordem: proteína total (%), lipídio total (%), cinza (%), umidade (%) e minerais ($mg.kg^{-1}$): EMBR-59 (43,45; 22,87; 4,99; 7,24, K-19751,3; Ca-2229,2; Mg-2391,7; Mn-25,78; Fe-138,83; Cu-11,45; Zn-144,5); EMBR-59RR (43,80; 19,83; 5,24; 8,02; K-19354; Ca-2337,5; Mg-2375; Mn-26,13; Fe-126,17; Cu-14,35; Zn-151,8); BRS-133 (43,77; 18,86; 4,64; 7,36; K-18427,3; Ca-2545,8; Mg-2320,8; Mn-27,47; Fe-186,5; Cu-10,95; Zn-149,3); BRS-133RR (45,68;

17,47; 4,54; 8,23; K-19089,2; Ca-2262,5; Mg-2306,2; Mn-27,05; Fe-137,5; Cu-137,5; Zn-159,0); BRS-137 (42,33; 21,74; 4,51; 6,09; K-20016; Ca-2033,3; Mg-2308,3; Mn-30,58; Fe-167,0; Cu-12,82; Zn-191,8); BRS-137RR (43,86; 21,55; 4,55; 7,11; K-18824,5; Ca-2512,5; Mg-2308,3; Mn-29,23; Fe-110,0; Cu-11,67; Zn-140,5). Observou-se uma diminuição significativa no teor de lipídio nas seguintes variedades EMBR-59RR e BRS-133RR. Quanto aos minerais observou-se um aumento significativo de Ca^{2+} na variedade transgênica BRS-137RR e de Cu^{2+} na variedade BRS-133RR. Foi observada, também, uma diminuição significativa de Ca^{2+} na variedade BRS-133RR, de K^+ na variedade BRS-137RR, de Mn^{2+} na variedade BRS-137RR e de Fe^{3+} na variedade BRS-137RR. Já quanto à umidade é difícil de se avaliar a diferença de teor, pois este é um parâmetro sujeito a alterações no plantio, na estocagem, no transporte e até mesmo no laboratório de análise, portanto, não é possível determinar a origem da diferença no teor de umidade que a variedade BRS-133RR apresentou. No estudo com relação à proteína pode-se observar que a soja transgênica não apresentou diferença significativa com relação à não-transgênica.

Conclusões

Estes resultados preliminares mostram que as indústrias de extração e produção de óleo deveriam evitar utilizar a soja transgênica, já que este estudo concluiu que de fato há uma diminuição no teor de óleo que chega até 13,29% no caso da variedade EMBR-59RR. Quanto aos metais devemos fazer uma melhor avaliação do impacto desta diferença na alimentação de humanos e animais. Isto requer experimentos controlados de ingestão alimentar que está fora do objetivo imediato deste trabalho.

Agradecimentos

D.A.T. e C.N. agradecem a bolsa CPG/UEL.

¹FRANCO, G. Tabela de Composição Química dos Alimentos – 8ª edição – Livraria Atheneu Editora – Rio de Janeiro – 1989. ²MITA'Y – Revista de jornalismo e divulgação científica e tecnológica da Fundação Araucária do Paraná – p.19-27, agosto de 2002. ³www.cib.org.br - CIB: Conselho de Informações sobre a biotecnologia - artigo: Biotecnologia: Biossegurança.

Extração de compostos xantinos (teobromina e cafeína) em erva mate: comparação de metodologias

Rogério Marcos Dallago (PQ)^{*}, César Frizo (IC), Leandro da Conceição (IC) e Clarissa Dalla Rosa (PQ)

^{*} URI - Campus Erechim - Centro de Ciências Exatas – Av. Sete de Setembro, 1621 – 99700-000 -Erechim – RS. dallago@uri.com.br

Palavras Chave: Erva Mate, Compostos Xantinos, Extração

Introdução

A erva mate (*Ilex paraguariensis* St. Hill) é uma espécie nativa da América do Sul^{1,2}. No Brasil sua área de dispersão abrange principalmente a região Sul. O Brasil apresenta uma produção anual de erva mate de ≈ 500.000 toneladas³. Por sua vez, o Rio Grande do Sul contribui com 48 % desta produção, das quais 15% (≈ 77.000 toneladas) são produzidos na micro região do Alto Uruguai-RS, região de abrangência da URI - Campus Erechim⁴. Na Região Sul do Brasil, a erva mate é utilizada rotineiramente no preparo do chimarrão, uma bebida de efeito estimulante, devido às elevadas concentrações de cafeína, preparada pela infusão de suas folhas e talos moídos. O trabalho tem como objetivo comparar diferentes sistemas de extração (I- infusão em água quente, II- ataque com ácido sulfúrico seguido de extração em HCCl_3 e III- fluido supercrítico) de cafeína da erva mate.

Resultados e Discussões

Procedimento Experimental

I- 5,0 gramas de amostra + 70 mL H_2O foram deixadas em ebulição por 20 minutos. Em seguida a infusão ($T = 298 \text{ K}$) foi filtrada a vácuo e analisada.

II- 2,0 gramas de amostra foi levado a ebulição (banho Maria) durante 25 min. com 4 mL de H_2SO_4 conc.. Adicionaram-se 50 ml de água fervente, continuando a ebulição por mais 20 minutos. Em seguida, a solução foi filtrada a quente. O filtrado ($T = 298 \text{ K}$) foi neutralizado com NaOH 40% e o extrato resultante extraído com HCCl_3 (4 x 20 mL). O HCCl_3 foi evaporado até a secura, re-diluindo o resíduo em 100 mL de uma mistura água: metanol (1:1).

III- 23,0 gramas de amostra, após secas, foram submetidas a extração com fluido supercrítico (303 K a 175 atm). 0,1063 g do extrato resultante (0,279 g) foi diluído com 100 mL de metanol a quente, resultando uma solução amarela translúcida e $\approx 0,0386 \text{ g}$ de óleo insolúvel. Todas as amostras foram analisadas por HPLC, com detecção espectrofotométrica no UV (280 nm).

Das três metodologias ensaiadas, a II foi a única que permitiu a análise qualitativa e quantitativa da teobromina ($\approx 0,09\%$). Com relação a cafeína, as amostras extraídas por infusão e ataque ácido, apresentaram teores médios de cafeína de 2,21 e 1,56%, respectivamente. Valores estes significativamente superiores ao valor médio obtido por extração com fluido supercrítico (0,12%) (Tabela I).

Tabela I. Valores de Cafeína obtidos por diferentes sistemas de extração

	Infusão	Ataque Ácido	Fluido Supercrítico
Cafeína (%)	2,21	1,56	0,12
Teobromina (%)	-	0,09	-

Esta diferença sugere que o fator determinante na extração seja a polaridade dos solventes empregados. Tanto a água quanto o ácido, com propriedades polares, apresentam maior afinidade pela cafeína (polar) que o CO_2 (apolar). O CO_2 favorece a extração de compostos apolares, como óleos essenciais e ceras. O que justifica o óleo residual observado durante a solubilização em metanol a quente.

Conclusões

O fluido supercrítico não extrai efetivamente a cafeína, devido a sua incompatibilidade de polaridade. O ataque ácido, conduziu a um extrato mais limpo, permitindo a quantificação da teobromina, no entanto apresenta uma baixa seletividade, degradando até mesmo os produtos de interesse.

Agradecimentos

URI-Campus Erechim

¹Mazzafera, P. *Rer. Bras. Fisiol. Veg.* 6, 149, 1994.

²Mazzafera, P., *Food, Chem.* 60, 67, 1997.

³Valduga, A. T., *Tese de Doutorado* - Universidade Federal de São Carlos, São Carlos – São Paulo, 2002.

⁴Moselli, S. H., *Dissertação de Mestrado*, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2002.

Uma experiência de tratamento e análise de resíduos gerados no laboratório de QA da UFSC.

Cristina Campos Cordeiro* (IC), **Heloisa França Maltez** (PG), **Eduardo Carasek** (PQ) e-mail: cristina_campos_cordeiro@hotmail.com

Departamento de Química – Universidade Federal de Santa Catarina, 99040-900, Florianópolis, SC .

Palavras Chave: resíduos, metais pesados, tratamento

Introdução

A crescente contaminação do meio ambiente por metais pesados, tem estimulado a pesquisa de diferentes materiais e tratamentos no sentido de possibilitar a remoção ou redução a níveis considerados aceitáveis desses metais no solo, em dejetos e na água.¹

As atividades de laboratório realizadas nas Universidades, seja em aulas experimentais ou atividades de pesquisa, geram resíduos com composição e volume diversificados que podem oferecer riscos ao meio ambiente e à saúde e portanto, necessitam de soluções para o monitoramento, a redução e o tratamento. Tendo em vista este fato, a Universidade Federal de Santa Catarina vem trabalhando nos últimos cinco anos para reverter esta situação. O processo de classificação e coleta dos resíduos na UFSC foi normatizada com a portaria 0323/GR/97.²

Dentro desta perspectiva, iniciou-se este trabalho que tem como meta a redução do volume de resíduos contendo metais pesados gerados no laboratório de Química Analítica do Departamento de Química da UFSC. Este trabalho propõe a criação de um sistema integrado entre as disciplinas de graduação para o tratamento e análise dos rejeitos químicos gerados nos laboratórios de ensino.

Resultados e Discussão

O laboratório alvo deste trabalho foi o de Química Analítica Qualitativa do Departamento de Química – UFSC que atende a diversos cursos de graduação desta universidade. Neste laboratório são gerados semestralmente cerca de 20 litros de rejeito contendo metais pesados em alta concentração, o qual é adequadamente armazenado e posteriormente incinerado. Nesta fase de implantação do trabalho optou-se pela disciplina de estágio supervisionado (QMC5510) para a realização de todas as etapas deste projeto. Em um segundo momento, as disciplinas de métodos instrumentais poderão ser envolvidas para que os alunos de graduação realizem as análises dos resíduos tratados.

A primeira etapa deste trabalho foi a coleta e pré-estocagem dos resíduos, separados por grupo de

cátions. Estes resíduos foram filtrados e quantificados por espectrometria de absorção atômica em chama (FAAS). A seguir, os resíduos filtrados foram tratados através de destilação. Os sólidos da filtração e os resíduos da destilação foram estocados. Os destilados foram quantificados por FAAS e apresentaram valores de concentração de metais abaixo do limite de detecção do instrumento. A seguir foi realizada, para alguns metais, uma etapa de pré-concentração em sistema em fluxo, e quantificação por FAAS. Os resultados obtidos mostraram que a concentração de metais no destilado estava abaixo dos valores máximos estabelecidos pela legislação brasileira.³ Desta forma, após o tratamento dado ao resíduo do Laboratório de Graduação de Química Analítica, foi possível uma redução de cerca de 90% do volume de rejeito químico. Além disto, houve o envolvimento de alunos de graduação neste processo de tratamento de resíduos químicos.

Conclusões

Através do envolvimento de alunos de graduação e/ou disciplinas de graduação é possível a redução dos resíduos químicos gerados nos laboratórios de ensino. Neste trabalho, foi possível, através de destilação, a redução de resíduos de um laboratório de química. Além disto, houve a participação de alunos de graduação que utilizaram “resíduos” como amostras para o aprimoramento de seus conhecimentos de graduação.

Agradecimentos

FUNGRAD 200/UFSC ; CAPES

¹Amaral, S. T.; Machado, P. F. L.; Pralba, M. C. R.; Camara, M. R.; Santos, T.; Berleze, A. L.; Falcão, H. L.; Martinelli, M.; Gonçalves, R.; Oliveira, E. R.; Brasil, J. L.; Araújo, M. A.; Borges, A. C. A.; *Quim. Nova* 2001, 24, 419.

²Debacher, N. A.; *Resumos do VIII Encontro de Química da Região Sul*, Santa Cruz do Sul, Brasil, 2000.

³<http://www.sc.gov.br/webfatma> acessada em junho de 2001.

Estudo da remoção de Cu^{+2} de soluções aquosas empregando a zeólita NaY.

Chaline Detoni (IC)¹, Manuela Castilho de Córdova (PG)², Rosângela Assis Jacques (PQ)^{1,2}, Sibebe B. C. Pergher(PQ)^{1,2*}

¹ Departamento de Química - URI -Campus Erechim.

² Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos - URI - Campus Erechim.

Av. Sete de Setembro, 1621, CEP:99700-000 Erechim - RS; email: pergher@uri.com.br.

Palavras Chave: adsorção de metais, zeólita NaY, Química Ambiental.

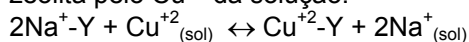
Introdução

O presente trabalho consiste em avaliar a eficiência da zeólita NaY na remoção de Cu^{+2} de soluções aquosas, bem como a influência das variáveis para sua possível utilização em remoção de metais em efluentes industriais.

Resultados e Discussão

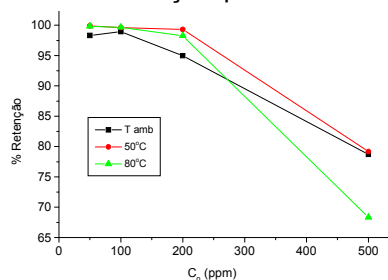
A zeólita NaY empregada foi uma zeólita comercial com relação $\text{Si}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 5,2$ e $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1,02$. O material possui uma área superficial específica (BET) de $654 \text{ m}^2/\text{g}$ sendo que $607 \text{ m}^2/\text{g}$ se referem à contribuição de microporos. Foram preparadas soluções aquosas de 50 a 600 mg/L de Cu. Os experimentos foram realizados em batelada empregando 100mg da NaY a diferentes temperaturas: ambiente, 50°C e 80°C . Estudou-se o tempo de contato de: 1, 2, 3 e 4 horas. O pH das soluções iniciais (20mL) foi igual 4,0 acertado com ácido nítrico. O teor de metal foi analisado por AAS.

Primeiramente foi avaliada a Capacidade de troca catiônica (CTC) máxima da NaY. Obtivemos um valor de CTC de 104,78mg de Na/L. O processo de troca iônica envolvido neste trabalho é de Na^+ da zeólita pelo Cu^{+2} da solução:



Então, de acordo com o valor da CTC máxima poderemos adsorver no máximo 180,92 mg Cu/ g de NaY. Observou-se que tempos superiores a 1 h não influencia na remoção, então a Figura 1 compara os resultados no tempo de 1 hora a diferentes temperaturas. Observa-se que o aumento da temperatura para soluções com teores de Cu < 200 mg/L favorece uma maior remoção dos metais, para soluções com teores de Cu de 500 mg/L não se observam diferenças significativas entre a temperatura ambiente e 50°C , e a 80°C diminui a remoção. Observa-se que como aumento da concentração de Cu na solução ocorre um aumento da quantidade de Cu retido, o que é lógico uma vez que não atingimos a CTC máxima. A Figura 2 compara estes resultados a 1 hora nas diferentes temperaturas e observa-se que a retenção é mais favorecida a temperatura ambiente e 50°C do que a 80°C . Os pH iniciais foram para todos os experimentos iguais a 4,0 e os finais foram entre 4,0 e 6,0.

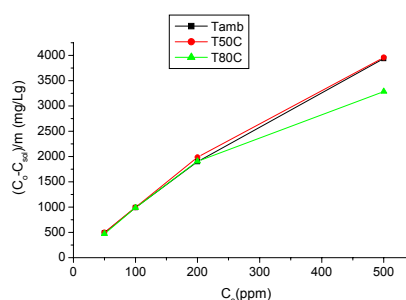
Depois do experimento, se analisou o teor de Na^+ . Como para cada 2Na^+ em solução 1 Cu^{+2} deve ter sido retido na zeólita, devemos ter uma relação molar $\text{Na}^+_{(\text{sol})}/\text{Cu}^{+2}_{(\text{retido})} = 2,0$. Esta relação igual a 2,0 foi obtida para todos os experimentos realizados a temperatura ambiente, já a 50°C e 80°C esta relação varia de 5,0 até 2,0 (indo da solução de 50 mg/L a 500 mg/L). Isto significa que a temperatura 50°C e 80°C ocorre liberação de Na^+ e esta vai diminuindo com o aumento da concentração da solução de Cu^{+2} . Acreditamos que está ocorrendo troca de H^+ da solução por Na^+ da zeólita o que é



evidenciado pelo aumento do pH.

Figura 1. Retenção do Cu(%) em 1 hora a diferentes temperaturas.

Figura 2. Quantidades adsorvidas de Cu^{+2} por grama



de zeólita em 1 hora a diferentes temperaturas.

Conclusões

Conclui-se que é possível utilizar a NaY para remoção de Cu, observa-se que a temperatura ambiente favorece a troca de Cu^{+2} por Na^+ não ocorrendo competição do H^+ pelos sítios da zeólita.

Agradecimentos

Chaline Detoni agradece à URI e FAPERGS.

Classificação de tintas de impressão empregando SIMCA

André Marcelo Diehl (IC), Guilherme Freiburger (IC) e Marco Flôres Ferrão (PQ)*

Departamento de Química e Física, Universidade de Santa Cruz do Sul – UNISC - RS, ferrao@unisc.br

Palavras Chave: tintas de impressão, SIMCA, quimiometria.

Introdução

Nos últimos anos, soluções para a análise de conjunto de dados multivariados têm se tornado bastante comuns pela aplicação de métodos quimiométricos, sejam estes dados oriundos da natureza multivariada da composição química, ou pela grande quantidade de informações originadas pelas técnicas analíticas. As diferentes variáveis que podem existir na composição de uma tinta devem-se aos diversos componentes necessários para compor o produto, onde destacam-se as resinas, pigmentos, óleos secantes ou fotoiniciadores e solventes, resultando numa vasta gama de tintas. Uma vez que as tintas são formulações por vezes complexas, estão sujeitas a critérios de padronização afim de se manter a qualidade do produto final e garantir o sucesso de sua aplicação. Neste trabalho o método *Soft Independent Modeling of Class Analogy* (SIMCA)^{1,2} foi utilizado afim de desenvolver um modelo para classificar diferentes tipos de tintas gráficas.

Resultados e Discussão

Foram analisadas 20 amostras de tintas de cura por ultravioleta (diferentes lotes de um mesmo fornecedor) e 20 amostras de tintas de cura em estufa a 130°C (10 diferentes lotes de dois fornecedores). Para cada amostra foram realizados ensaios de viscosidade e dispersão (empregando viscosímetro de Laray) e ângulo tonal (ΔH), transparência (ΔC), reflectância (ΔL), e variação de cor (Δa , Δb e Δc_{mc}) empregando espectrofotômetro U.V.. Os dados obtidos foram modelados no aplicativo Pirouette 2.7[®] da Infometrix. Inicialmente a técnica quimiométrica de análise por componentes principais (ACP) foi utilizada para verificar a potencialidade de diferenciação duas variedades de tintas, bem como dois diferentes fornecedores, com base nos resultados dos ensaios realizados. Diversos pré-processamentos foram testados, sendo aquele no qual os dados foram centrados o que apresentou a melhor separação dos três tipos de amostra, acumulando 99% da variância explicada quando do emprego de 2 componentes principais (Figura 1). Foram então retiradas 6 amostras de tinta de cura por ultravioleta e 3 amostras de cada fornecedor de tinta por cura em estufa.

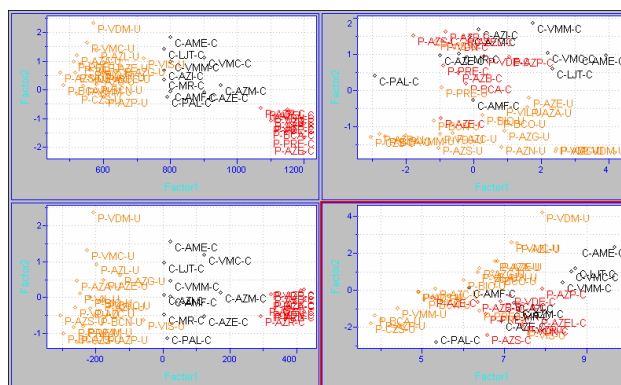


Figura 1 – Gráficos 2D dos scores para os modelos ACP sem pré-processamento, autoescalado, centrado na média e escalado pela variância.

Com as amostras restantes foi construído um modelo SIMCA, empregando 2 componentes principais para cada classe. Na seqüência as amostras excluídas foram previstas e como resultado todas as amostras foram previstas em suas respectivas classes. Todavia o gráfico de distância entre as classes indicou um pequeno desvio para uma das amostras de um dos diferentes fornecedores de tinta de cura em estufa, indicando semelhança desta amostra com a outra classe de tinta de cura em estufa. Com relação as amostras de cura por ultravioleta, duas delas se aproximaram da classe de cura em estufa, mantendo o mesmo fornecedor. Estes comportamentos não chegaram a comprometer o resultado final da classificação, mas podem ser facilmente explicados pelas interfaces existentes entre as classes aqui definidas.

Conclusões

Como conclusão final, este estudo revela potencialidade dos métodos de reconhecimento de padrões frente a possíveis não homogeneidades de lotes de tintas utilizadas para impressão, assim como na identificação da origem da respectiva formulação (fornecedor), inferindo sobre os principais constituintes presentes.

¹ Sabin, J.G., Banet, E.V. e Ferrão, M.F. *Tecno-Lógica*, **2003**, 7, 69.

² Morgano, M.A., Queiroz, S.C.N. e Ferreira, M.M.C. *Ciênc. Tecnol. Aliment.*, **1999**, 19, 344.

Utilizando o ácido húmico extraído da turfa como despoluidor de efluentes contaminados com metais pesados

Daiane Goveia Gonçalves¹ (IC)*, Ruth Néia Teixeira Lessa² (PQ), Jozi Godoy Figueiredo (IC)¹, Fernanda Andreia Rosa¹ (IC)

*daí.and@bol.com.br

¹ Alunas do departamento de Química Analítica e Inorgânica, IQG, Campus Universitário S.Nº, Capão do Leão-UFPEl.

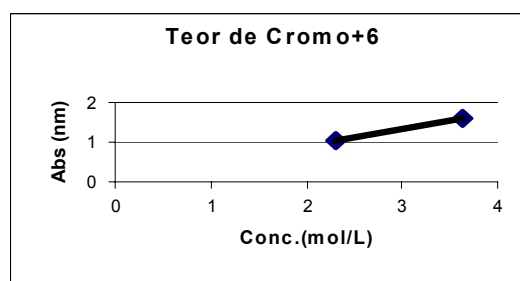
² Professora UFPEl, Orientadora do projeto.

Palavras Chave: Ácido Húmico, contaminação, troca iônica.

Introdução

A turfa, acúmulo de resíduos orgânicos, é um combustível fóssil, sólido e composto por substâncias húmicas que após sofrer extrações alcalinas se dividem em três frações: ácido fulvico, humina e ácido húmico. O ácido húmico por conter na sua estrutura, grupos funcionais orgânicos conferem a esta estrutura a capacidade de troca iônica, podendo assim ser empregado como trocador iônico de metais pesados em efluentes de indústrias de curtumes, tanto do lodo do processo de curtimento e recurtimento, quanto daquele resultante da operação de acabamento e coloração do couro. Os resultados preliminares dos testes de cromo+6 possibilitam ampliando igualmente o processo para outro tipo de amostras contaminadas, podendo assim ser empregado como mais um método industrial anti-polvente.

Figura1. Gráfico demonstrativo do decaimento dos teores de Cromo +6 antes e depois de eluir pela coluna de troca iônica, nas amostras contaminadas com metais pesados.



Conclusões

Neste trabalho verificou-se as características de troca iônica dos ácidos húmicos, onde observou-se a queda nos teores de cromo+6, apresentando assim viabilidade e vantagens de emprego industrial, podendo ser utilizado no controle de problemas ambientais decorrentes da presença de metais pesados.

Agradecimentos

Ao curtume Yurgel (Pelotas-RS) que disponibilizou as amostras de águas residuais para serem analisadas.

Orgão financiador (CNPQ).

Resultados e Discussão

As amostras de turfa foram coletadas na planície costeira do Rio Grande do Sul, na turfeira da região de Povo Novo- Rio Grande e, na profundidade de 20 cm, secas ao ar e separadas em peneiras de 0 a 0,125 mm, armazenadas em frascos de vidro. A coluna de kjedal foi empacotada com a proporção de 2:1 de sílica e ácido húmico para troca iônica. A coluna de troca iônica apresentou uma vasão lenta mas perceptível. O teor médio das amostras de águas residuais coletadas no curtume foi de 3,623 mg/L de cromo +6 que após eluição pela coluna trocadora de íons teve um decréscimo, apresentando um teor de 2,317 mg/L de cromo +6 (gráfico 1), registrando assim uma queda média de 36% de íons trocados.

¹ Stevenson, F.J.; Humus Chemistry, Genesis, composition, reactions, New York, John Wiley, 1994.

² Standard Methods For the Examination of Water And Wastewater.

³ Meurer, E. José; Fundamentos de Química do Solo. Editora do Departamento de Solos da UFRGS, V. único. Porto Alegre, 2000.

Técnicas multivariadas na caracterização de bactérias lácticas empregando espectroscopia no infravermelho

Valdir Bruxel Junior (IC)¹, Pedro Henrique A. Konzen (IC)¹, Luiza L. Lock (IC)², Janusa G. Sabin (IC)², Valeriano A. Corbellini (PQ)², João Carlos Furtado (PQ)¹, Maria Lúcia Scroferneker e Marco F. Ferrão (PQ)^{2*}

(1) Departamento de Informática, (2) Departamento de Química e Física, Universidade de Santa Cruz do Sul – UNISC, ferrao@unisc.br, (3) Instituto de Ciências Básicas da Saúde – Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS

Palavras Chave: bactérias lácticas, algoritmos genéticos, espectroscopia no infravermelho

Introdução

As técnicas de espectroscopia vibracional (NIRR, FT-IR e Raman) vem sendo aplicadas para a diferenciação, classificação e identificação de microorganismos¹. Estas ferramentas analíticas têm evoluído nos últimos anos, expandindo-se e diversificando-se através de distintas técnicas de aquisição dos espectros, onde destacam-se a reflexão difusa (DRIFTS) e a reflexão total atenuada (HATR)². Concomitantemente, os métodos de análise multivariada também se tornaram mais robustos na avaliação de espectros, os quais apresentam muitas variáveis (frequências ou números de onda). Neste trabalho a espectroscopia DRIFT e a técnica de análise por hierarquia de agrupamentos foram empregadas para caracterizar bactérias lácticas isoladas de queijos e salames.

Resultados e Discussão

Amostras de embutidos e de queijos coloniais foram adquiridas no município de Santa Cruz do Sul, RS, na primeira semana de Abril de 2003. Cada amostra foi inoculada em ágar MRS, e repicadas. As bactérias identificadas com as letras “MQ” foram isoladas a partir de queijos e as identificadas com as letras “ME” de embutidos coloniais. As quinze bactérias foram incubadas por 48h a 35°C. A Superfície de cada meio foi lavada com água deionizada, formando uma suspensão. As amostras foram centrifugadas e coletou-se a fase sólida, a qual foi seca em estufa bacteriológica a 40°C por 5 dias. Os espectros DRIFT foram obtidos em duplicata através do uso de um espectrofotômetro Magna 550 da Nicolet, empregando-se um acessório de reflexão difusa da Pike. A matriz de dados foi aplicada a correção de espalhamento de luz (MSC) para minimizar os efeitos de tamanho de partícula e de empacotamento. As frequências do espectro foram selecionadas através de uma rotina via algoritmo genético empregando-se MATLAB, eliminando-se àquelas que apresentaram maior desvio com relação aos conjuntos de replicatas. A matriz de dados resultante foi importada para o Pirouette® da Infometrix com o qual foram construídos os dendogramas, (figuras 1 e 2).

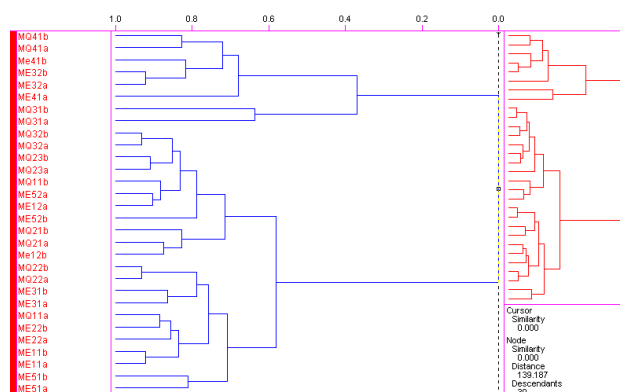


Figura 1. Dendrograma sem seleção (1193 frequências).

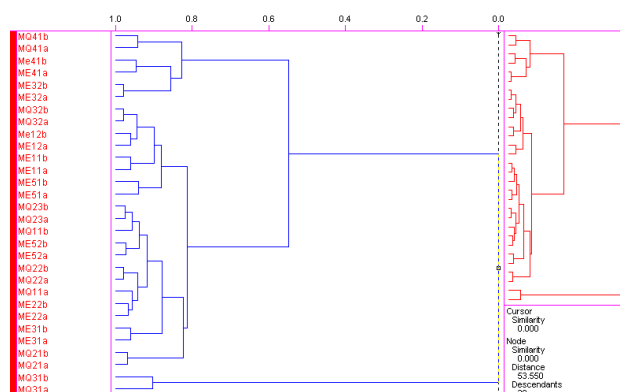


Figura 2. Dendrograma com seleção (100 frequências).

Conclusões

Conforme pode-se observar nos dendogramas, a seleção das frequências aumentou a similaridade, devido a redução daquelas com maior ruído experimental, sem perda da informação singular de cada amostra. Esta redução na dimensão dos dados pode ser útil para a construção de modelos de classificação ou quantificação de parâmetros de interesse.

Agradecimentos

Os autores agradecem a SCT-RS, a FAPERGS e ao PROGRUPE/UNISC.

¹Wenning, M.; Seiler, H. & Scherer, S. *Appl. Environ. Microbiol.*, **2002**, *68*, 4717.

²Ferrão, M.F., *Técno-lógica*, **2001**, *5*, 63.

Determinação de Co e Ni em sedimento marinho e de estuário por ETV-ICP-MS, usando amostragem de suspensão com fusão *in situ*.

Gilson R. de Miranda (IC), Edson L. Seibert (PQ), Vera L. A. Frescura (PQ), Adilson J. Curtius (PQ)*

Departamento de Química - Universidade Federal de Santa Catarina - Florianópolis - SC, * curtius@gmc.ufsc.br

Palavras Chave: ETV-ICP-MS, sedimento, fusão *in situ*.

Introdução

Uma nova metodologia usando amostragem na forma de suspensão, com fusão *in situ*, é proposta para a determinação direta de Co e Ni por ETV-ICP-MS em sedimento marinho e de estuário. A suspensão da amostra é preparada em solução aquosa contendo uma mistura de agentes fundentes. Após agitação com uma sonda ultrassônica, a suspensão é introduzida em um vaporizador eletrotérmico acoplado ao ICP-MS. A matriz do sedimento é decomposta pelo processo de fusão *in situ* e os elementos são determinados, usando-se calibração por adição do analito. Como forma de validação da metodologia, três amostras de sedimento certificado foram analisadas: MESS-2, PACS-2 e Estuarine Sediment (1646a).

Resultados e Discussão

A suspensão da amostra é preparada adicionando-se 15,0 mg de sedimento, pulverizado em partículas $\leq 50 \mu\text{m}$, a uma solução aquosa de ácido bórico (H_3BO_3), carbonato de lítio (Li_2CO_3) e tetraborato de lítio ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$). A massa total dos fundentes foi de 75,0 mg e a suspensão foi diluída para 15 mL. A proporção ótima das massas dos fundentes, 30%:70%:0% (H_3BO_3 : Li_2CO_3 : $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$), foi estudada, usando-se um modelo cúbico, com 10 ensaios, todos em duplicata, e determinada pela equação:

$$y = b^*_1 x_1 + b^*_2 x_2 + b^*_3 x_3 + b^*_{12} x_1 x_2 + b^*_{13} x_1 x_3 + b^*_{23} x_2 x_3 + b^*_{123} x_1 x_2 x_3 \quad (1)$$

onde y é a intensidade do sinal analítico. Os coeficientes, b^* , são calculados pela substituição da intensidade dos sinais, e pelos valores de x_1 , x_2 e x_3 , de cada ensaio, na Equação (1). Os valores de x_1 , x_2 e x_3 são mostrados na Tabela 1 para cada ensaio.

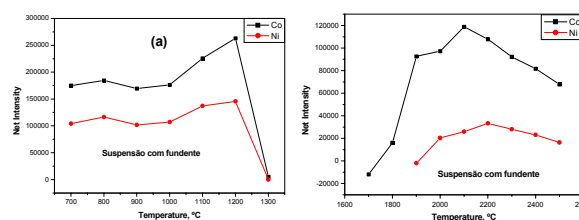
Tabela 1. Modelo cúbico empregado na otimização da proporção ótima de fundentes.

Fund./Ensaio	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
H_3BO_3 (x_1)	1	0	0	1/2	1/2	0	1/3	2/3	1/6	1/6
Li_2CO_3 (x_2)	0	1	0	1/2	0	1/2	1/3	1/6	2/3	1/6
$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ (x_3)	0	0	1	0	1/2	1/2	1/3	1/6	1/6	2/3

Curvas de pirólise foram construídas para soluções aquosa e para a suspensão, contendo ou

não os fundentes, avaliando-se assim o efeito do fundente na estabilidade térmica dos analitos. A temperatura de pirólise de 1100 °C foi adotada, analisando-se os gráficos da Figura 1. Foram construídas também curvas para a determinação da temperatura ótima de atomização e do tempo de pirólise.

Figura 1. Curvas de pirólise (a) e atomização (b) para Co



e Ni em suspensão do CRM MESS-2, contendo fundentes.

A comparação entre resultados obtidos para suspensões, contendo ou não os fundentes, comprovam a importância da fusão *in situ*, conforme mostrado na Tabela 2, na exatidão do método.

Tabela 2. Resultados analíticos para MESS-2, PACS-2 e Estuarine Sediment, analisados na forma de suspensão por ETV-ICP-MS, com ou sem fusão *in situ*.

Método	MESS-2		PACS-2		Estuarine Sediment	
	Co ($\mu\text{g.g}^{-1}$)	Ni ($\mu\text{g.g}^{-1}$)	Co ($\mu\text{g.g}^{-1}$)	Ni ($\mu\text{g.g}^{-1}$)	Co ($\mu\text{g.g}^{-1}$)	Ni ($\mu\text{g.g}^{-1}$)
Com fusão	14,5 \pm 0,9	48,6 \pm 3,6	10,7 \pm 1,7	39,2 \pm 2,8	4,5 \pm 0,3	19,1 \pm 0,8
Sem fusão	26,0 \pm 0,9	62,6 \pm 2,0	14,5 \pm 1,8	39,3 \pm 5,0	4,4 \pm 0,1	15,5 \pm 0,3
Valor Certificado	13,8 \pm 1,4	49,3 \pm 2,3	11,5 \pm 0,3	39,5 \pm 2,3	(5) [†]	(23) [†]

Conclusões

A metodologia de fusão *in situ* mostrou-se uma alternativa atraente para a determinação de elementos traço em sedimento, visto sua praticidade em comparação aos métodos clássicos de dissolução empregados na análise de materiais geológicos.

Agradecimentos

CNPQ, CAPES e FINEP pelo suporte financeiro e/ou bolsas de estudo.

Análise por componentes principais aplicada ao controle de qualidade de produtos cárneos fermentados

Luisana O. Vieira (IC)¹, Luiza L. Lock (IC)¹, Maurício Rodrigo Back (IC)¹, André Luís Fretto (IC)¹, Marcelli Lanzoni (IC)¹, Paula Juliana O. de Oliveira (IC)¹, Ana Lúcia B. Rohlfes (PQ)^{1*}, Nádia M. Baccar (PQ)¹, Valeriano Antonio Corbellini (PQ)¹, Mari Silvia R. Oliveira (PQ)¹, Liliane Marquardt (PQ)² e Marco F. Ferrão (PQ)¹ lvieira@piq.com.br

(1) Departamento de Química e Física (2) Departamento de Engenharia, Arquitetura e Ciências Agrárias – Universidade de Santa Cruz do Sul, Av. Independência, 2293, CEP: 96815-900 - Santa Cruz do Sul - RS.

Palavras Chave: produtos cárneos, análises físico-químicas, quimiometria

Introdução

Preocupados com uma maior garantia na qualidade de processos tecnológicos economicamente viáveis na industrialização dos produtos cárneos, seja nas indústrias de médio e grande porte ou até em pequenas indústrias de economia familiar, o Grupo de Pesquisa em Ciência e Tecnologia de Alimentos da UNISC teve como princípio a investigação e determinação de parâmetros de qualidade no processo de fermentação de salames. Num segundo momento, os dados obtidos para diferentes bactérias fermentativas foram avaliados empregando-se análise por componentes principais (ACP) para avaliar quais as bactérias mais eficientes.

Resultados e Discussão

Neste trabalho a técnica quimiométrica de análise por componentes principais (ACP) foi utilizada para avaliar e ratificar os resultados físico-químicos de diferentes produções de embutido, empregando bactérias lácticas isoladas de produtos coloniais comercializados na região do Vale do Rio Pardo, RS. As produções de embutido foram realizadas no período de 10/2002 a 12/2002, totalizando 5, sendo estudados o desempenho de 5 cepas de bactérias lácticas isoladas e uma cultura starter padrão comercializada. Dentre as análises físico-químicas foram realizados: pH, ácido lático, acidez total, umidade, cinzas, proteínas, atividade de água e pigmentos. Estes parâmetros foram avaliados a partir da produção em 4 amostragens (2 dias, 9 dias, 16 dias e 23 dias). Os dados obtidos foram modelados no aplicativo Unscrambler[®] 6.11 da CAMO ASA. Os estudos realizados nas três primeiras produções e modelados através da ACP, indicaram que das 5 cepas de bactérias isoladas, três delas apresentaram melhor desempenho na produção do ácido lático. Estas foram selecionadas e utilizadas nas duas últimas produções em comparação à cultura starter padrão.

A análise por componentes principais realizada com os resultados destas duas últimas produções, conforme Figura 1, apresentou 23% de informação

para a PC1, 16% para a PC2 e 14% para a PC3, totalizando 53% para as três primeiras componentes principais. A avaliação dos gráficos de scores e loadings (PC1xPC2) distinguem 4 conjuntos para as variáveis empregadas, sendo os parâmetros de acidez total, ácido lático, umidade e atividade de água relacionados a PC1; pigmentos para a PC2; pH inversamente relacionado a PC1 e proteína e cinzas inversamente a PC2. Nesta avaliação observou-se que o processo fermentativo, representado pela formação do ácido lático, está relacionado a PC1, pois as produções que apresentaram maior contribuição da PC1, se referem àquelas com maior peso das variáveis do primeiro grupo, enquanto que as produções de menor eficiência, apresentaram maior pH, estando relacionadas à variável descrita no terceiro grupo.

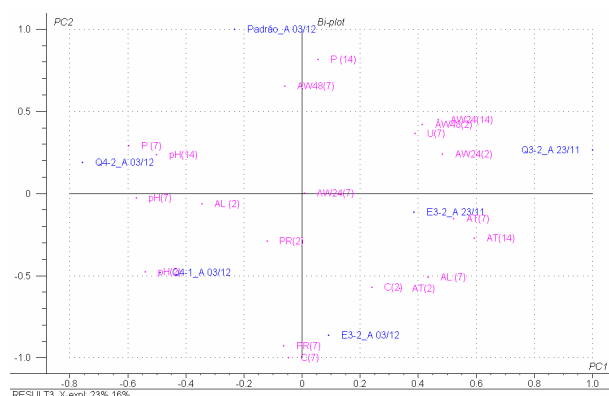


Figura 1 - Gráfico bi-variado PC1xPC2 dos loadings e scores das produções dos dias 23/11/2002 e 03/12/2002.

Conclusões

A avaliação conjunta dos resultados das análises físico-químicas, quando estudados através da ACP, permite verificar a eficiência do processo fermentativo, bem como indicar quais das bactérias lácticas empregadas apresentam melhor desempenho.

Agradecimentos

SCT-RS, PIBIC-CNPq, PMT/VRP, PUIIC, FAP e PROGRUPE-UNISC

Utilização de culturas lácticas obtidas de produtos coloniais regionais para produção de salame

Fernanda Fiegenbaum¹(IC); Luisana O. Vieira¹(IC); Mauricio Rodrigo Back¹(IC); Luiza L. Lock¹(IC); André L. Frietto¹(IC); Valeriano Antonio Corbellini¹(PQ); Liliane Marquardt²(PQ); Marco F. Ferrão¹(PQ); Nádia M. Baccar¹(PQ); Ana Lúcia B. Rohlfes¹(PQ). fe.fi@bol.com.br

(1) Departamento de Química e Física (2) Departamento de Engenharia, Arquitetura e Ciências Agrárias – Universidade de Santa Cruz do Sul, Av. Independência, 2293, CEP: 96815-900 - Santa Cruz do Sul - RS.

Palavras Chave: análises físico-químicas, salame, bactérias lácticas

Introdução

Produtos cárneos fermentados, do tipo salame colonial, vêm sendo estudados e desenvolvidos utilizando bactérias lácticas isoladas de produtos coloniais regionais, que além de apresentarem a função de conservar os mesmos à temperatura ambiente, são responsáveis pelas características sensoriais, das quais destaca-se o *flavour* característico da fermentação láctica. Através de análises físico-químicas realizadas no salame pode-se avaliar a eficiência destas culturas, bem como determinar aquelas com melhor desempenho.

Resultados e Discussão

Inicialmente, realizou-se a seleção de bactérias com vistas à produção de embutidos, isolando-as de produtos agro-industriais provenientes da região do Vale do Rio Pardo, RS. Esta escolha deveu-se, particularmente, ao número acentuado de pequenos produtores, e com o propósito de identificar bactérias características da flora microbiana comumente encontrada na região, buscando, assim, enaltecer os produtos com fatores bióticos e culturais típicos da colonização ítalo-germânica. Normalmente, utilizam-se como conservantes de produtos cárneos processados, sais de cura, que são compostos basicamente de nitrito e nitrato de sódio. O uso abusivo destes sais, além de escurecer o produto, poderá formar o nitrito residual que, junto às aminas secundárias existentes na carne, origina as nitrosaminas que são compostos cancerígenos. Assim, a substituição parcial do sal de cura por bactérias lácticas isoladas de produtos coloniais regionais elimina esta problemática. Para tanto, foram elaborados salames a partir de culturas lácticas padrão e de culturas lácticas isoladas a partir de diferentes amostras de queijo e embutidos codificadas, respectivamente, pelas letras Q e E. A eficiência desta substituição foi acompanhada a partir de metodologias analíticas adaptadas à amostra (salame) dentre as quais destacam-se: determinação de pH, dosagem de ácido láctico, atividade de água, teor de umidade, acidez total e teor de pigmentos. A partir dos resultados analíticos obtidos, observou-se que o processo fermentativo adotado foi eficiente, apresentando correlação entre

os valores de pH, acidez total e ácido láctico. As demais análises físico-químicas utilizadas no controle de qualidade dos produtos cárneos fermentados apresentaram, igualmente, correlação entre os resultados para os embutidos fermentados a partir de cultura láctica padrão e a partir das isoladas. Também foi possível identificar que as culturas isoladas E₃₋₂ e Q₃₋₂ mais se destacaram no processo fermentativo, pois houve um decréscimo do valor de pH de 6,2 para 5,22 e para 5,16, respectivamente, nas primeiras 48 h. Ocorreu, ainda, um aumento médio de 91% e 46,6% na dosagem de ácido láctico, respectivamente, com a utilização das culturas E₃₋₂ e Q₃₋₂.

Conclusões

Através das análises físico-químicas realizadas nos produtos elaborados a partir das culturas lácticas padrão e isoladas pode-se observar a eficiência da substituição das culturas isoladas a partir de produtos coloniais regionais, sendo que as que mais se destacaram foram as isoladas das amostras de queijo e embutido.

Agradecimentos

SCT-RS, PIBIC-CNPq, BIC-FAPERGS, FAP-UNISC, PROGRUPE-UNISC, PUIC-UNISC, PMT/VRP

Controle da qualidade de água de arroios do município de Lajeado/RS.

Sandriane Salvadori^{1*}(IC), Cristiano Pochmann da Silva¹(IC), Maria Tereza Campezzato^{1*}(PQ), Marne Luiz Zanotelli¹(PQ).

¹ UNIVATES – Centro Universitário – Lajeado/RS *sandri@univates.br; tecampezzato@ecologia.ufrs.br.

Palavras

Chave:

Monitoramento,

Cianotoxinas

Introdução

O controle da qualidade das águas de nosso planeta é fundamental para o futuro da vida na Terra. A água é usada direta e indiretamente no dia-a-dia de todos os seres vivos.

A expansão da atividade humana e a crescente urbanização tem acarretado em uma enorme quantidade de resíduos das mais variadas procedências sendo lançados nos arroios e conduzidos até o manancial de água do rio Taquari onde é feita a captação para o consumo de várias cidades, tornando o monitoramento cada vez mais necessário.

O objetivo deste projeto de pesquisa é o de monitorar a qualidade dos arroios Engenho e Saraquá que passam pelo perímetro urbano do município de Lajeado/RS.

Com base nos resultados obtidos poderá ser avaliada a situação de degradação ambiental destes arroios e propor alguns mecanismos para minimizar o impacto ambiental já estabelecido.

Resultados e Discussão

O monitoramento é feito em seis pontos dos referidos arroios (nascente, 4 pontos intermediários e foz) em dois períodos do ano. A primeira coleta foi realizada ao final do período de estiagem e a segunda será feita ao final do período das chuvas. A coleta de amostras segue as recomendações técnicas exigidas pelo órgão de controle ambiental estadual.

Está sendo executado um leque de análises físico-químicas clássicas¹ (pH, condutividade, alcalinidade, matéria orgânica, cloretos, dureza total, entre outras), análises de determinação de cianotoxinas por imunoenensaio realizadas com a utilização de um kit específico (Envirologix Qualitube Kit For Microcystin - ET022) por meio de incubação à temperatura ambiente detectando ou não a presença de microcistinas. Outra análise empregada é a de detecção de pesticidas organofosforados e carbamatos por inibição enzimática de Acetilcolinesterase², onde são feitas extrações das amostras utilizando-se os solventes Diclorometano e Acetato de etila. Após a extração,

os solventes são colocados em tubos de ensaio e levados ao banho maria à 37°C até completa evaporação, seguindo então com a adição da enzima e incubação à mesma temperatura por um tempo de 30 minutos para carbamatos e 120 minutos para organofosforados. A seguir realiza-se leitura de absorbância à 412 nm em Espectrofotômetro (Femto-700 Plus). As duas últimas análises até então não haviam sido empregadas na região neste tipo de monitoramento. Como resultados iniciais, observou-se um alto grau de poluição nestes arroios, sendo que a concentração de poluentes aumenta consideravelmente da nascente à foz.

Conclusões

É ESSENCIAL QUE TENHAMOS DADOS CONCRETOS SOBRE O GRAU DE POLUIÇÃO DE NOSSOS ARROIOS, bem como o acompanhamento da concentração de poluentes desde um ponto não atingido pela poluição até o ponto de encontro com o rio Taquari. Este acompanhamento poderá identificar e quantificar substâncias químicas, pontos importantes de poluição e períodos críticos, bem como, fornecer dados relevantes para que possamos optar por caminhos embasados em fundamentos científicos. Com esse trabalho esperamos poder cooperar com dados concretos para viabilizar qualquer investida no sentido de minimizar a “agonia” dos recursos hídricos do município de Lajeado, melhorando assim a qualidade de vida da população em geral e envolvendo a própria comunidade com idéias de recuperação e preservação para com o meio ambiente.

Agradecimentos

À UNIVATES – Centro Universitário.

¹ *Standard Methods*, 19th. 1995, 5210 B.

² Cunha Bastos, V. L. F.; Cunha Bastos, J. F.; Lima, J. S. *Brain Acetylcholinesterase as an “invitro” detector of organophosphorus and carbamate insecticides in water Research*, 1991, 25 (7) 835-840.

Análise por componentes principais aplicada ao estudo da oxidação de óleos vegetais.

Leandro Ricardo Wickert¹ (IC), Carla Simone Vrielink¹ (IC), Marco Flores Ferrão^{1*} (PQ) e
Marta Regina dos Santos Nunes² (PQ).

(1) Departamento de Química e Física - Universidade de Santa Cruz do Sul – UNISC, ferrao@unisc.br

(2) Instituto de Química - Universidade Federal do Rio Grande do Sul - UFRGS.

Palavras Chave: ACP, Óleos Vegetais, oxidação.

Introdução

Os óleos podem sofrer alterações significativas de suas propriedades quando submetidos a condições extremas de aquecimento, como é o caso dos óleos para frituras. Tais alterações podem ser controladas através de índices que caracterizam o óleo. Assim, o objetivo deste trabalho foi avaliar o desempenho de três diferentes tipos de óleos quanto a sua estabilidade térmica através dos índices de acidez, peróxido e iodo e posterior tratamento dos dados por análise por componentes principais (ACP)¹. O trabalho foi incentivado pela necessidade de indústrias alimentícias manterem produtos dentro de padrões de qualidade e ao mesmo tempo a otimização e a diminuição de custos de produção.

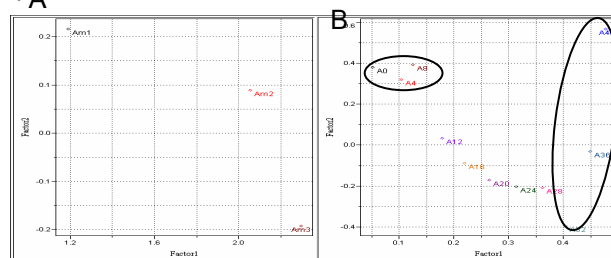
Resultados e Discussão

Para a realização deste estudo utilizou-se amostras de óleos vegetais empregados em frituras industriais, sendo um hidrogenado específico para fritura (amostra 1), um para uso industrial comum (amostra 2) e outro produto comercial (amostra 3). Estes óleos foram submetidos ao aquecimento e avaliados por um período de 40 horas. As amostragens foram feitas em intervalos de tempo de 4 horas a partir do tempo zero, totalizando 11 amostragens. Para cada amostragem foram determinados os índices de acidez (IA)², peróxido (IP)³ e iodo (II)⁴. Os dados foram tabelados para o conjunto de valores de cada índice, formando uma matriz das amostras x tempo de aquecimento. Cada matriz de dados foi tratada separadamente por ACP, com o auxílio do programa de análise multivariada Pirouette[®] da Infometrix para observar o comportamento dos óleos.

A FIGURA 1 apresenta os gráficos de *scores* (A) com a distribuição das amostras e *loadings* (B) com a distribuição das variáveis, ambos apresentados em duas componentes principais, PC1 x PC2, obtidos sem a utilização de algum pré-processamento e com a utilização de 2 fatores, acumulando aproximadamente 99,5% de variância. O exemplo dado refere-se ao índice de acidez das amostras. Pelo gráfico observa-se que a amostra 1 é fortemente influenciada por variáveis com baixo índice de acidez enquanto que as amostras 2 e 3 se apresentam mais influenciadas por variáveis com

maior índice de acidez. Aplicando-se uma PCA sob as mesmas condições para a matriz contendo os valores do índice de peróxido observa-se que a amostra 1 sofre pouca influência das variáveis, pois encontra-se próxima a origem dos eixos dos fatores. As amostra 2 e 3 são fortemente influenciadas por variáveis com índices de peróxido mais elevados. Na ACP obtida com a matriz de dados do índice de iodo notifica-se que a amostra 1 se apresenta mais estável que as outras amostras.

Figura 1 – Gráficos de *scores* (A) e *loadings* (B) para os resultados do índice de iodo.



Conclusões

Com o trabalho realizado foi possível presumir a situação dos óleos estudados. A partir deste estudo se pressupõem que a amostra 1 apresenta a melhor estabilidade entre as amostras visto que ela normalmente encontra-se distribuída graficamente em regiões com IA, IP, e II associados a produtos menos degradados. As amostras 2 e 3 alternam nos diferentes índices, sendo que a amostra 2 encontra-se em regiões de maior II que a amostra 3. Já a amostra 3 está distribuída em regiões de estabilidade intermediária para IA e IP.

Agradecimentos

UNISC, Filler Ind. Alimentícia

¹ Neto, J. M. e Moita, G. C., *Química Nova*, **1998**, 21, 467

² AOCS Method Cd 3d-63

³ AOCS Method Ja 8-87

⁴ AOCS Method Cd 1d-92

Análise multivariada aplicada na identificação de medicamentos contendo piroxicam

Graciele Parisotto (IC)¹, Jorcem Simon de Souza (IC)¹, João Carlos Furtado (PQ)², Rolf Fredi Molz (PQ)² e Marco F. Ferrão (PQ)^{3*}

¹Curso de Farmácia, ²Departamento de Informática e ³Departamento de Química e Física, Universidade de Santa Cruz do Sul - UNISC – RS, e-mail: ferrao@unisc.br

Palavras Chave: piroxicam, análise de medicamentos, quimiometria

Introdução

Visando a busca de um melhor controle de qualidade de produção, onde não se gere resíduos, propõem-se a interação das técnicas multivariadas com métodos espectroscópicos por reflexão difusa no infravermelho para desenvolver uma metodologia que permita identificar em formulações de diferentes concentrações de fármacos. Na realização deste trabalho foram analisadas duas diferentes concentrações de piroxicam manipulado (10 e 20mg), usando espectroscopia por reflexão difusa no infravermelho médio com transformada de Fourier (DRIFTS)¹, aliado a técnica de análise hierárquica de agrupamentos (AHA).²

Resultados e Discussão

Amostras de piroxicam de três diferentes farmácias de manipulação foram empregadas. Espectros em triplicata para cada uma das concentrações do princípio ativo (10 e 20mg) e para cada um dos excipientes, foram coletados num espectrofotômetro NICOLET Magma 550, com resolução de 4cm⁻¹ e 32 varreduras. A matriz de dados resultante foi identificada segundo a origem das amostras (Fornecedor) e segundo a natureza, concentração ou excipiente. Desta forma inicialmente 9 classes foram atribuídas em função das amostras analisadas. A análise hierárquica de agrupamentos foi realizada utilizando-se o aplicativo Pirouette[®] da Infometrix. Vários tratamentos nos dados foram experimentados, bem como distintos pré-processamentos. Dois modelos diferindo na região selecionada do espectro são apresentados nas figuras 1 e 2. Em ambos, os dados foram normalizados, sendo também aplicada a 1ª derivada e autoescalamento. Neste dendogramas foi empregada a construção tipo *incremental*. No primeiro caso dois grande grupos foram discriminados: um com todos os excipientes e um dos manipulados de 10 mg; e outro com todos as demais classes contendo piroxicam. No segundo caso, também dois grandes grupos foram identificados, porém uma das classes de excipiente

apresentou maior similaridade com as amostras manipuladas de mesma origem do excipiente.

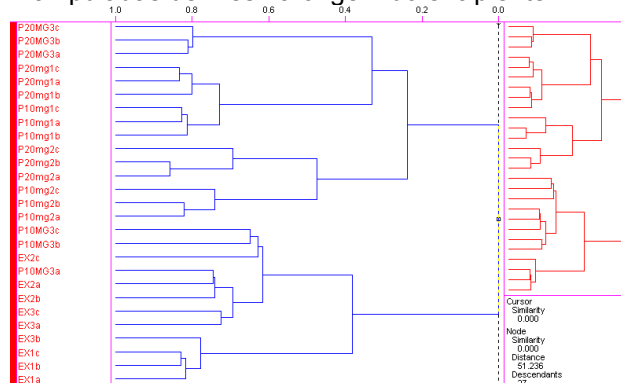


Figura 1. Dendrograma para a região espectral 1340-1470, 1535-1680 e 3290-3400 cm⁻¹.

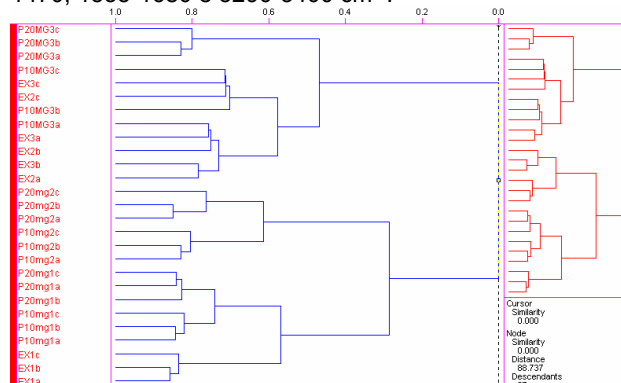


Figura 2. Dendrograma para a região espectral 968-1203, 1340-1470, 1535-1680, 2732-3048 e 3290-3400 cm⁻¹.

Conclusões

Apesar das diferenças nos dendogramas, pode-se observar que as amostras foram agrupadas em função das semelhanças espectrais, isto é, de sua constituição. Comprovando-se assim, a aplicabilidade deste método para a classificação, não só dos manipulados, como de sua concentração.

Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPERGS e ao FUNDAP-UNISC.

¹Ferrão, M.F., *Técno-lógica*, 2001, 5, 63.

²Sabin, J.G., Banet, E.V. e Ferrão, M.F., *Tecno-Lógica*, 2003, 7, 69.

Determinação de fluoreto em géis e verniz fluoretado através de soluções desmineralizante e remineralizante contendo amostras de esmalte dentário

Denice V. Sperotto^a (IC)*, Meire C. Ferreira^b (PG), Luiz A. S. Madureira^a (PQ), Ricardo de S. Vieira^b (PQ)

UFSC – Universidade Federal de Santa Catarina. ^a Departamento de Química; ^b Departamento de Estomatologia.

*denice@qmc.ufsc.br - Fone: (48) 3319949

Palavras Chave: ciclagem pH, flúor, esmalte dental

Introdução

A ciclagem de pH é um método *in vitro* com a finalidade de simular o processo de desmineralização (perda de cálcio e fosfato pelo esmalte dental) e remineralização (ganho de cálcio e fosfato) que ocorre no meio bucal quando o indivíduo ingere alimentos cariogênicos.¹ O método é utilizado quando se quer testar a efetividade de produtos fluoretados na prevenção e controle da doença cárie.² Esses produtos inibem a desmineralização e aumentam a remineralização da estrutura dentária.³ O objetivo deste trabalho foi determinar a concentração de fluoreto, proveniente de géis e verniz fluoretado, em soluções desmineralizante (DES) e remineralizante (REM) durante a ciclagem de pH.

Resultados e Discussão

Amostras de esmalte dentário, previamente tratadas com compostos fluoretados em alta concentração (gel de fluorofosfato acidulado a 1,23% - GA; gel de fluoreto de sódio neutro a 2% - GN; verniz de fluoreto de sódio a 5% - V) foram imersas em solução DES por 3 horas. Após este período as amostras de esmalte foram lavadas com água destilada e imersas em solução REM por 21 horas. Ambas soluções foram mantidas à temperatura constante de 37°C, totalizando 10 ciclos por 14 dias. As amostras do grupo controle (C) foram submetidas somente às soluções DES e REM. Nos finais de semana as amostras foram mantidas em solução REM. Novas soluções foram preparadas para imersão das amostras no oitavo dia. A solução DES foi preparada com 2 mmol L⁻¹ de cálcio e fosfato, em tampão acetato 75 mmol L⁻¹, pH 4,3. A solução REM foi preparada com 1,5 mmol L⁻¹ de cálcio, 0,9 mmol L⁻¹ de fosfato, 150 mmol L⁻¹ de cloreto de potássio, e tampão TRIS 0,1 mmol L⁻¹, pH 7,0.

A concentração de fluoreto foi determinada nas soluções reservadas do primeiro, quinto, oitavo e décimo-segundo dia de ciclagem, através do método potenciométrico (Orion EA 940) com eletrodo de lantânio combinado, seletivo para íon flúor (F96-09-Orion).

A curva de calibração (potencial *versus* log da concentração) foi estabelecida a partir de uma série de soluções padrões, com concentrações do fluoreto (NaF) preparadas de acordo com TISAB.⁴

Através dessas concentrações foi determinada a diferença de potencial (mV) de fluoreto da amostra em relação ao fluoreto presente no eletrodo. Assim, interpolando com os valores da curva de calibração, obteve-se os valores da concentração do fluoreto nas soluções desmineralizante e remineralizante (Tabelas 1 e 2). O valor para todas as soluções padrões foi 0,021 mg L⁻¹.

Comparando-se com o valor da concentração de fluoreto da solução padrão, sugere-se uma maior desmineralização no primeiro dia para todos os grupos. Apenas o grupo GA é sugestivo de desmineralização até o quinto dia. Durante o experimento REM não houve alteração no teor de fluoreto, o que sugere que o processo de remineralização possa não ter ocorrido.

Tabela 1: Concentração de fluoreto (mg L⁻¹) da solução desmineralizante

DES	C	GN	GA	V
1 ^o dia	0,034	0,030	0,029	0,034
5 ^o dia	0,021	0,021	0,032	0,021
8 ^o dia	0,017	0,020	0,021	0,020
12 ^o dia	0,020	0,020	0,021	0,018

Tabela 2: Concentração de fluoreto (mg L⁻¹) da solução remineralizante

REM	C	GN	GA	V
1 ^o dia	0,027	0,021	0,021	0,023
5 ^o dia	0,020	0,022	0,021	0,021
8 ^o dia	0,021	0,018	0,017	0,020
12 ^o dia	0,020	0,021	0,017	0,017

Conclusões

Comparando-se os resultados do grupo C com os dos grupos GN, GA e V conclui-se que não ocorreu diferença significativa na concentração de fluoreto. Sugere-se assim, que a concentração de fluoreto encontrada seja proveniente das soluções DES e REM.

Agradecimentos

Ao Prof. Dr. Almir Spinelli – DQ/UFSC

¹ Nelson, D. G. A.; Coote, G. E.; Shariati, M.; Featherstone, J. D. B. *Caries Res.* **1992**, 26, 254-262.

² Marinelli et al. *Caries Res.* **1997**, 31, 418-422.

³ White, D. J.; Featherstone, J. D. B. *Caries Res.* **1987**, 21, 502-512.

⁴ Mendes, S. M. A. Dissertação de Mestrado UFRJ, **1993**, 103.

Determinação de Sn em suspensões de sedimentos e carvões por HG-GF AAS com retenção em tubo de grafite tratado com Th ou W[♦]

Mariana Antunes Vieira^{1*} (PG), Anderson Schwingel Ribeiro¹ (PQ), Bernhard Welz¹ (PQ), Adilson José Curtius¹ (PQ). E-mail: mariana@gmc.ufsc.br

Universidade Federal de Santa Catarina – Departamento de Química – Florianópolis – SC- CEP 88040900.

Palavras Chave: estanho, geração de hidretos, amostragem em suspensão.

Introdução

A técnica de geração de hidretos, combinada com a retenção do analito no tubo de grafite tratado com modificador permanente, seguido da sua determinação por espectrometria de absorção atômica (AAS), apresenta uma alta eficiência para os elementos geradores de hidretos em diversas amostras, permitindo a pré-concentração do analito no tubo de grafite. Com esta técnica, é possível obter-se excelentes limites de detecção, evitando-se também as interferências cinéticas na formação do hidreto.

Neste trabalho, apresenta-se uma metodologia simples e confiável para a determinação de Sn em sedimentos e carvões, pela técnica de HG-GF AAS, usando a amostra na forma de suspensão.

Resultados e Discussão

As suspensões de sedimentos foram preparadas pela mistura das amostras moídas a tamanho de partículas $\leq 50 \mu\text{m}$ com HCl 2,0 mol L⁻¹, enquanto que as de carvão foram preparadas pela mistura de HCl 2,0 mol L⁻¹ + 2% v/v de HF, em meio de ácido bórico saturado. As suspensões foram colocadas em banho ultra-sônico por 30 min antes e depois de uma etapa de repouso de 24 h, com eventual agitação manual. Para o sistema de geração química de vapor, operando em modo descontínuo, um volume de amostra de 2 mL e NaBH₄ a 5% m/v estabilizado em NaOH 1% m/v foram otimizados.

Como modificadores permanentes para a retenção dos vapores, Th e W foram avaliados, com as temperaturas de retenção otimizadas em 450 e 300 °C, respectivamente. Estas elevadas temperaturas, permitiram que a etapa de pirólise fosse realizada simultaneamente com a retenção.

Os vapores produzidos diretamente da reação das amostras em suspensões com o agente redutor foram transportados e retidos no tubo de grafite durante 60 s e posteriormente a determinação do Sn foi realizada por GF AAS. A metodologia foi avaliada pela análise de 8 materiais de referência certificada (5 sedimentos e 3 carvões) e de 3 amostras reais de sedimentos coletadas na Ilha de Santa Catarina.

Usando a calibração externa convencional, resultados concordantes com os valores certificados foram obtidos somente para as amostras de

sedimentos (Tabela 1). Já para os carvões, os resultados obtidos foram concordantes com o valor informado, usando-se a calibração por adição (Tabela 2).

Tabela 1. Resultados obtidos de concentração de Sn nas suspensões de sedimento, usando curvas de calibração em meio de HCl 0,12 e 2,0 mol L⁻¹ e Th como modificador permanente. (n=3)

Amostras	Certificado	HCl 0,12 M		HCl 2,0 M	
		Encontrado	% RSD	Encontrado	% RSD
Sedimentos					
PACS-2	19,8 ± 2,5	7,09 ± 1,02	14,3	19,9 ± 0,9	4,5
RS-3	13,00 ± 0,70	4,12 ± 0,26	6,3	13,19 ± 0,74	5,6
SRM 2704	9,5 ^a	2,38 ± 0,25	10,5	9,89 ± 0,96	9,7
SRM 1646a	1 ^a	0,31 ± 0,01	3,2	1,39 ± 0,02	1,4
HISS-1	0,11 ^a	0,06 ± 0,02	16,6	0,20 ± 0,03	15,0

Tabela 2. Resultados obtidos de concentração de Sn nas suspensões de carvão, usando a curva de calibração por adição e Th como modificador permanente.

Material de referência	Valor informado	Calibração aquosa		Calibração por adição	
		Encontrado	RSD, %	Encontrado	RSD, %
SARM-18	1	0,13 ± 0,03	23	0,93 ± 0,04	4,3
SARM-19	3	0,60 ± 0,04	6,7	2,38 ± 0,15	6,3
SARM-20	4	0,99 ± 0,29	29,3	3,75 ± 0,23	6,1

Conclusões

- O uso da amostragem em suspensão combinada com a técnica de HG-GF AAS mostrou-se adequada para a determinação de Sn em amostras de interesse ambiental, tais como as de sedimentos e carvões.
- Os LODs encontrados foram: 0,03 $\mu\text{g g}^{-1}$ para os sedimentos e 0,09 $\mu\text{g g}^{-1}$ para os carvões, usando o Th como modificador permanente.
- Os RSDs foram sempre menores que 15%, demonstrando a boa precisão do método proposto para análises de amostras de sedimentos e carvões, na forma de suspensão.
- Possivelmente, outros elementos geradores de hidreto podem ser determinados usando esta metodologia.

Agradecimentos

CNPq, Analytik Jena

¹ Vieira, M. A.; Welz, B. e Curtius, A. J., *Spectrochim. Acta Part B.*, 2002, 57, 2057-2067.

[♦] artigo em preparação

Determinação de Hg em amostras ambientais por CV-AAS usando amostragem em suspensão[♦]

Mariana Antunes Vieira* (PG), Anderson Schwingel Ribeiro (PQ) e Adilson José Curtius (PQ). e-mail: mariana@qmc.ufsc.br

Universidade Federal de Santa Catarina – Departamento de Química – Florianópolis – SC - 88040900

Palavras Chave: mercúrio, amostras ambientais, espectrometria de absorção atômica

Introdução

Devido a suas importantes propriedades físico-químicas, o Hg é extensamente utilizado industrialmente, sendo considerado como um dos elementos mais perigosos, pois se acumula e persiste no meio ambiente. A diversidade e complexidade das amostras ambientais, por um lado, e a alta volatilidade e mobilidade do Hg, por outro lado, tornam a sua determinação exata e precisa um grande desafio analítico. Frequentemente, as metodologias para amostras sólidas passam por uma etapa de mineralização das mesmas, através de procedimentos tediosos, que fazem uso de grandes quantidades de vidrarias e reagentes, em geral ácidos, aumentando o risco de contaminação e que são susceptíveis a perdas do Hg por volatilização.

Neste trabalho, apresenta-se a aplicação de uma metodologia recentemente desenvolvida para determinação de Hg em amostras ambientais por espectrometria de absorção atômica com geração de vapor frio (CV-AAS) usando amostragem em suspensão [1]. Os resultados obtidos para amostras reais coletadas no estado de Santa Catarina são comparados com outro procedimento para o preparo das amostras, o qual utiliza a digestão ácida em uma unidade microondas de sistema fechado.

Resultados e Discussão

As suspensões foram preparadas pela mistura das amostras moídas a tamanho de partículas $\leq 50 \mu\text{m}$ com 10% v/v de água régia mais 2% v/v de HF em frascos de 15 mL. Dependendo da amostra, as concentrações das suspensões variaram entre 3,3 a 6,6 mg/mL. As suspensões foram colocadas em banho ultra-sônico por 30 min antes e depois de uma etapa de repouso de 48 h, com eventual agitação manual.

A digestão em microondas foi realizada com amostras moídas a tamanho de partículas $\leq 50 \mu\text{m}$ utilizando 100 mg da amostra de carvão ou 250 mg de amostras de sedimentos. Adicionaram-se 5 mL de HNO_3 e 2 mL de HF no frasco e após ser fechado, foi submetido a um programa de potência e tempo na unidade de microondas.

Os parâmetros do gerador de vapor frio foram selecionados após otimização: volume de injeção da

amostra (5 mL), concentração do reagente redutor (3% m/v de NaBH_4 em 1% m/v de NaOH) e tempo de injeção (4 s). O vapor frio gerado diretamente de uma alíquota da suspensão foi conduzido ao tubo T de quartzo, colocado no lugar do atomizador no espectrômetro.

Os limites de detecção (LOD) encontrados ficaram próximos para os dois procedimentos de preparo das amostras, sendo que para a amostragem em suspensão, o LOD foi de 0,10 e 0,20 $\mu\text{g g}^{-1}$ para o sedimento e carvão, respectivamente. Este procedimento foi aplicado com sucesso na análise de 8 materiais de referência certificada (3 sedimentos, 2 carvões, 2 esgotos e 1 cinzas) e também em amostras reais de sedimento e de carvão quando comparado com o procedimento de digestão em microondas (Tabela 1).

Tabela 1. Resultados obtidos de concentração de Hg nas amostras reais de sedimentos e carvão, usando a amostragem em suspensão ou digestão em microondas.

Amostra	Digestão em microondas		Suspensão	
	Encontrado ($\mu\text{g g}^{-1}$)	RSD (%)	Encontrado ($\mu\text{g g}^{-1}$)	RSD (%)
Sedimentos				
Itacorubi	0,105 ± 0,025	23,8	0,103 ± 0,015	14,6
Ribeirão da Ilha	0,173 ± 0,006	3,5	0,145 ± 0,007	4,8
Sambaqui	0,116 ± 0,011	9,5	0,148 ± 0,014	9,5
Carvão				
Tubarão	0,997 ± 0,082	8,4	0,991 ± 0,063	6,4

Conclusões

O método de amostragem em suspensão frente a digestão em microondas apresentou algumas vantagens, como a simplicidade, o baixo custo e a alta eficiência, permitindo a determinação de Hg em amostras de sedimentos e carvões por CV-AAS.

Agradecimentos

CNPq e FINEP.

¹ Ribeiro, A.S.; Vieira, M.A.; Curtius, A.J., Trabalho apresentado no 12º ENQA (2003), São Luís, MA. *

* Artigo em preparação.

Determinação de Cd, Hg, Pb e Se em sedimentos usando amostragem em suspensão por FI-CVG-ICP-MS e calibração por diluição isotópica

Lúcia F. Dias^{1,2*} (PG), Anderson S. Ribeiro¹ (PQ), Mariana A. Vieira¹ (PG), Vera L. A. Frescura¹ (PQ) e Adilson J. Curtius¹ (PQ). E-mail: lfdias@qmc.ufsc.br

1. Departamento de Química - Universidade Federal de Santa Catarina - Florianópolis - SC- Brasil

2. Centro Federal de Educação Tecnológica - Unidade de Ponta Grossa - PR- Brasil

Palavras Chave: diluição isotópica, amostragem em suspensão, FI-CVG-ICP-MS

Introdução

Os sedimentos acumulam metais e podem atuar como uma potencial fonte de poluição nos diferentes compartimentos ambientais, assim, esses metais podem ser transferidos para a atmosfera e transportados com o material particulado para novos locais ainda não contaminados.

Para controlar a contaminação do meio ambiente, um grande número de amostras tem de ser analisado, levando a necessidade de métodos analíticos sensíveis e simples. Usualmente, a determinação de elementos traço em amostras ambientais sólidas por espectrometria atômica, requer uma prévia dissolução completa da amostra, o que pode consumir tempo, envolve o uso de uma grande quantidade de reagentes e vidrarias, e está sujeita a contaminação e/ou perdas de analito. Uma alternativa é o uso de um procedimento simplificado de preparo da amostra através da formação de uma suspensão.

Neste trabalho, é apresentado um novo método que faz uso da geração química de vapor com sistema de injeção em fluxo (FI-CVG) acoplada a espectrometria de massa com fonte de plasma indutivamente acoplado (ICP-MS) para a determinação de Cd, Hg, Pb e Se em amostras de sedimentos usando amostragem em suspensão e a calibração realizada pela técnica de diluição isotópica (ID). A calibração por ID é reconhecida por compensar as interferências não espectrais, fornecendo resultados mais exatos por ICP-MS, na ausência de interferências espectrais. Além disso, após atingido o "equilíbrio" entre o isótopo enriquecido adicionado e o isótopo na amostra, uma das condições necessárias para que o método funcione, eventuais perdas do analito não mudam o resultado, obtido pela medida da razão isotópica alterada. É particularmente interessante observar se a "equilíbrio" é atingida na suspensão sujeita a geração do vapor químico.

A suspensão da amostra foi preparada pela mistura de aproximadamente 100 mg da amostra moída à tamanho de partícula $\leq 50 \mu\text{m}$ com 10 % v/v de água régia e 2,5 % v/v de ácido fluorídrico. Os isótopos enriquecidos ^{111}Cd , ^{198}Hg , ^{206}Pb e ^{77}Se foram então adicionados à suspensão em uma quantidade adequada para se obter uma razão isotópica alterada próxima de 1. Em seguida, a suspensão foi colocada em banho ultra-sônico por 30 minutos. A suspensão foi deixada em repouso por 24 h com agitação manual ocasional. Então, o volume foi levado a 10 mL com ácido clorídrico 6 mol L⁻¹ e a suspensão foi colocada em banho-maria a 90 °C por 30 minutos. Este procedimento é necessário para garantir o menor estado de oxidação para todos os analitos, especialmente para o Se, favorecendo a geração do vapor químico. As seguintes razões isotópicas alteradas foram medidas: $^{114}\text{Cd}/^{111}\text{Cd}$, $^{198}\text{Hg}/^{199}\text{Hg}$, $^{206}\text{Pb}/^{208}\text{Pb}$ e $^{77}\text{Se}/^{82}\text{Se}$.

Os limites de detecção obtidos foram, em $\mu\text{g/g}$: Cd: 0,2; Hg: 0,09; Se: 0,1 e Pb: 10,0. Três amostras certificadas de sedimento foram analisadas para validação da metodologia.

Conclusões

Os valores de concentração obtidos foram concordantes com os valores certificados, com desvios padrão relativos (RSD) menores que 13 %, demonstrando a possibilidade de uso da calibração por diluição isotópica para suspensões submetidas a procedimento de geração de vapor químico e detecção por ICP-MS. Provavelmente, o mesmo método pode ser usado para a determinação de outros elementos formadores de hidreto e para a análise de outras amostras sólidas.

Agradecimentos

[CNPq, CAPES e FINEP]

Resultados e Discussão

Determinação de Pb e Cu em sedimentos na forma de suspensão por ETV-ICP-MS e calibração por diluição isotópica

Lúcia F. Dias^{1,3*} (PG), Sandra M. Maia² (PQ), Tatiana D. Saint´Pierre³ (PG), Vera L. A. Frescura³ (PQ) e Adilson J. Curtius³ (PQ). E-mail: lfdias@qmc.ufsc.br

1. Centro Federal de Educação Tecnológica - Unidade de Ponta Grossa (PR)
2. Instituto de Química - Universidade Federal do Rio Grande do Sul
3. Departamento de Química - Universidade Federal de Santa Catarina

Palavras Chave: diluição isotópica, sedimentos, ETV-ICP-MS

Introdução

Propõe-se um método para a determinação de Pb e Cu em amostras de sedimentos na forma de suspensão por espectrometria de massa com fonte de plasma indutivamente acoplado com introdução da amostra por vaporização eletrotérmica (ETV-ICP-MS) e calibração por diluição isotópica (ID).

A calibração por ID é reconhecida por compensar as interferências não espectrais, fornecendo resultados mais exatos por ICP-MS, na ausência de interferências espectrais. Além disso, após atingido o "equilíbrio" entre o isótopo enriquecido adicionado e o isótopo na amostra, uma das condições necessárias para que o método funcione, eventuais perdas do analito não mudam o resultado, obtido pela medida da razão isotópica alterada. No caso de suspensões, o uso de condições drásticas para extrair mais eficientemente o analito das partículas sólidas para a fase aquosa, deve contribuir para se atingir o equilíbrio.

Resultados e Discussão

A suspensão da amostra de sedimento foi preparada pela mistura de aproximadamente 10 mg ou 100 mg (para as amostras com concentrações menores dos analitos) da amostra moída à tamanho de partícula $\leq 50 \mu\text{m}$ com 5 % v/v de ácido nítrico e 1 % v/v de ácido fluorídrico em um banho ultrassônico por 60 minutos. Em seguida, a suspensão foi colocada em banho-maria a 60 °C por 120 minutos e, após resfriamento, o volume foi levado a 10 mL. As suspensões foram deixadas em repouso por pelo menos 24 h, manualmente agitadas e despejadas nos copos do amostrador, onde foram homogeneizadas com fluxo constante de argônio ($0,4 \text{ L min}^{-1}$), até a transferência de uma alíquota para o vaporizador eletrotérmico.

A quantidade de isótopo enriquecido adicionada à suspensão da amostra, no início da preparação da mesma, foi calculada para se obter, sempre que possível, uma razão alterada próxima de 1.

As concentrações dos analitos foi determinada em diferentes temperaturas de pirólise (400 °C a 900 °C, com intervalos de 100 °C), usando-se 2300 °C como a temperatura de vaporização e 1 μg de Pd (na forma de nitrato) como modificador em solução ou 500 μg de Ru, depositados sobre a superfície do tubo de grafite, como modificador permanente e sem modificador. Cinco amostras certificadas de sedimento foram analisadas: MESS-2, PACS-2, RS-3, Buffalo River e Estuarine Sediment.

Conclusões

Bons resultados foram obtidos dentro do intervalo de pirólise estudado, sendo possível usar temperaturas de pirólise relativamente altas, em torno de 800 °C, para a maioria das amostras. As concentrações encontradas concordam com os valores certificados, de acordo com o teste t de Student para um nível de confiança de 95 %, independentemente do uso ou não do modificador. A precisão foi adequada com desvios padrão relativos < 10 %. Demonstra-se, assim, que a ID pode ser usada também na análise de suspensões de sedimentos.

Agradecimentos

[CAPES, CNPq]

Avaliação da estabilidade de óleos vegetais empregando análise multivariada

Carla Simone Vrielink¹ (IC), Leandro Ricardo Wickert¹ (IC), Marco Flores Ferrão^{1*} (PQ) e Marta Regina dos Santos Nunes² (PQ).

(1) Departamento de Química e Física - Universidade de Santa Cruz do Sul – UNISC, ferrao@unisc.br

(2) Instituto de Química - Universidade Federal do Rio Grande do Sul - UFRGS.

Palavras Chave: Análise Multivariada, Óleos Vegetais, Cromatografia Gasosa.

Introdução

Os óleos são compostos por ácidos graxos. Cada ácido graxo apresenta características diferentes quanto a sua estabilidade, podendo sofrer níveis de degradação diferente para uma mesma situação. Uma técnica muito utilizada para determinar a composição de óleos é a cromatografia gasosa, sendo esta utilizada para quantificar os ésteres obtidos a partir dos triglicerídios presentes nas amostras de óleos analisadas.¹ Assim, o objetivo deste trabalho foi avaliar o desempenho de três diferentes tipos de óleos vegetais quanto à estabilidade frente ao aquecimento com a utilização de cromatografia gasosa e posterior tratamento dos dados através da análise por componentes principais (ACP).²

Resultados e Discussão

Para a realização deste estudo utilizou-se amostras de óleos vegetais de uso industrial, sendo um hidrogenado específico para fritura (amostra 1), um para uso industrial comum (amostra 2) e outro produto comercial (amostra 3). Estes óleos foram submetidos ao aquecimento e avaliados por um período de 40 horas, recolhendo-se amostragens nos intervalos de tempo 0, 20 e 40 horas, totalizando 3 amostragens. As amostras foram esterificadas e então injetadas em um cromatógrafo gasoso Varian 3300 com detector de ionização em chama e coluna Carbowax. Foram determinadas as áreas dos picos referentes aos ácidos graxos palmítico (C16:0), palmitoléico (C16:1), esteárico (C18:0), oléico (C18:1), linoléico (C18:2) e arquidônico (C20:0).³

Estes valores foram tabelados, amostras *versus* ácidos graxos em três tempos de aquecimento. A matriz de dados foi modelada por análise por componentes principais (ACP), com o auxílio do programa de análise multivariada Pirouette® da Infometrix visando inferir sobre a estabilidade dos óleos.

A Figura 1 apresenta os gráficos de *scores* com a distribuição das amostras (A) e *loadings* com a distribuição das variáveis (B), ambos apresentados para duas componentes principais, PC1 x PC2, obtidos por ACP sem a utilização de algum pré-processamento e com a utilização de 2 fatores,

acumulando 99,9% de variância. O conjunto de variáveis *a* se encontra próximo aos zeros dos fatores 1 e 2, apresentando pouca influência na distribuição das amostras. As variáveis que apresentam maior influência na diferente composição das amostras são a C18:2 nos tempos 0, 20 e 40 horas (conjunto *c*), e C18:1 nos tempos 0 e 40 (conjunto *b*).

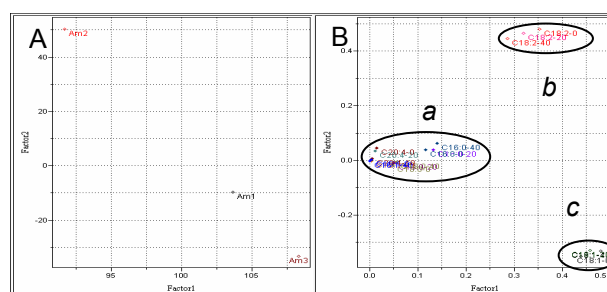


Figura 1 - Gráficos de *scores* (A) e *loadings* (B) da ACP a partir dos resultados da cromatografia gasosa.

Conclusões

Com o estudo realizado pressupõe-se que a informação referente a alteração, dos óleos avaliados quanto a sua composição, é possivelmente dada com maior significância pelos ácidos graxos oléico (C18:1) e linoléico (C18:2) nos óleos estudados. Tais ácidos graxos apresentaram uma maior influência na distribuição das amostras, indicando que a amostra 3 é a mais degradada, sendo seu emprego não recomendado para fritura industrial.

Agradecimentos

UNISC, Filler Ind. Alimentícia

¹ Kunkel, C.; Schneider, R. C. S. e Ferrão, M. F. *Tecnologia*, **1997**, 1, 43.

² Neto, J. M. e Moita, G. C., *Química Nova*, **1998**, 21, 467.

³ Christie, W. W., *Gas chromatography and lipids : a practical guide*, **1992**, Ayr: The Oily Press, 307p.

Degradação do CCl₄ por plasma térmico de corrente contínua.

Péricles I. Khalaf* (PG), Anelise L. V. Cubas (PG), Ivan G. de Souza (PQ) e Nito A. Debacher (PQ).

Departamento de Química - Campus Universitário – Trindade – Florianópolis – SC. CEP: 88010-970 Fone: (48) 331-9219 – R:223 pericles@gmc.ufsc.br

Palavras Chave: tetracloreto de carbono, tocha de plasma, CG-MS.

Introdução

Os Compostos organoclorados constituem uma parcela significativa entre os produtos usados como solventes ou reagentes em laboratórios e na indústria química. Estes compostos caracterizam-se por sua toxicidade e bioacumulação, apresentando um sério risco a organismos vivos e ao meio ambiente, quando dispostos inadequadamente¹.

Uma alternativa promissora para a destinação final de organoclorados residuais é sua destruição por pirólise de plasma CC. Esta metodologia apresenta algumas características distintas como altas temperaturas (3000 – 10000 K)² e uma atmosfera altamente redutora (ausência de oxigênio), evitando a formação de produtos como dioxinas e furanos, na reorganização molecular dos gases formados durante o resfriamento.

Resultados e Discussão

A tocha de plasma usada foi do tipo CC arco não transferido desenvolvida em nosso laboratório para destruição de resíduos líquidos de organoclorados. A pirólise foi realizada nas seguintes condições de operação: Diferença de potencial de 40 V, com uma corrente de 180 A, fluxo de amostra de CCl₄, 2.0 x 10⁻² L/min, fluxo de argônio para formação do plasma 30 L/min.

Os produtos formados em grandes quantidades foram carbono sólido e gás cloro. O carbono sólido foi identificado através da microscopia eletrônica de varredura (MEV) e o gás cloro através da reação com solução de AgNO₃ em meio ácido.

Os demais constituintes gasosos produzidos em quantidades muito pequenas foram identificados por CG-MS, utilizando-se a técnica de micro extração em fase sólida (SMPE) para pré-concentrar os analitos. Através dos espectros de massa, observou-se a formação dos compostos: tetracloroetileno (C₂Cl₄); hexacloro-etano (C₂Cl₆); 1,1,2,3,4,4 hexacloro 1,3-butadieno (C₄Cl₆); 1,2,3,4,5,5 – hexacloro 1,3 – ciclopentadieno (C₅Cl₆); octacloro-ciclopenteno (C₅Cl₈) e hexaclorobenzeno (C₆Cl₆).

Vários outros autores^{3,4} evidenciaram a formação de compostos similares aos encontrados em nosso trabalho, estudando a cinética da pirólise em reatores tubulares em temperaturas inferiores a 1300 K. Taylor³ reportou que os produtos da pirólise do tetracloroetano até 1273 K foram: carbono sólido,

Cl₂, CCl₄, C₄Cl₆ e C₆Cl₆. Delfosse⁴ através da pirólise do hexaclorobenzeno entre 900 e 1200°C encontrou além destes produtos o C₂Cl₆, C₅Cl₆, C₈Cl₈ e produtos de maior massa molar identificados por espectroscopia de massa de sólidos. Estes dados indicam que há possivelmente uma interconversão reversível destes compostos pós pirólise. Embora a metodologia usada por estes autores seja diferente os resultados sugerem que as rotas reacionais mostradas na tabela 1 sejam possíveis de ocorrer no processo de pirólise e de resfriamento dos gases pós pirólise mesmo em temperaturas de operação maiores. Porém a degradação do CCl₄ por plasma CC mostrou-se eficaz, pois apenas pequenas quantidades de produtos indesejáveis foram detectadas.

Tabela 1. Reações no processo de pirólise do CCl₄.

Reação	Referência/nº
CCl ₄ ⇌ CCl ₃ • + Cl•	3
CCl ₃ • + Cl ₂ ⇌ CCl ₄ + Cl•	3
Cl ₂ ⇌ 2Cl•	3
2CCl ₃ • ⇌ C ₂ Cl ₆	4
C ₂ Cl ₆ ⇌ C ₂ Cl ₅ • + Cl•	4
C ₂ Cl ₅ • ⇌ CCl ₃ • + :CCl ₂	4
:CCl ₂ + Cl ₂ ⇌ CCl ₃ • + Cl•	4
C ₂ Cl ₄ ⇌ C ₂ Cl ₃ • + Cl•	3
C ₂ Cl ₃ • + C ₂ Cl ₄ ⇌ C ₄ Cl ₇ •	3
C ₄ Cl ₇ • ⇌ C ₄ Cl ₆ + Cl•	3

Conclusões

A quantidade de produtos não desejáveis detectados nos gases foi muito pequena o que sugere que a alta energia térmica alcançada pelo plasma produz eficientemente partículas altamente energéticas possibilita a redução dos compostos aos seus produtos de origem como carbono sólido de gás cloro.

Agradecimentos

Ao CNPq e a CAPES.

¹ Baird C. *Environmental Chemistry*. W.H. Freeman and Company. New York. USA. 2000.

² Kostic Z.G; Stefanovic P.L.J; Pavlovic P.B. Thermal Plasma. *Journal of Hazardous Materials*. 2000, 75.

³ Taylor, P. H.; Tirey, D. A. e Dellinger B. *Combustion and Flame*. 1996, 104, 260.

⁴ Delfosse, L.; Mejdoub, N. E. e Souzi, A. J. *Anal Appl. Pyrolysis*. 1998, 47, 77.

Compostos carbonílicos atmosféricos: níveis de concentração em ambientes internos da FURG

Isis S. Pinto¹ (IC), Frederico B. dos Anjos¹ (IC), Marcelo G. Montes D'Oca¹ (PQ), Rivelino M. Cavalcante² (PG), Bianca H. Seyffert^{1*} (PQ) *biancahs@hotmail.com*

1 - Fundação Universidade Federal do Rio Grande – Depto de Química – Lab. Química Orgânica - Rio Grande/RS

2 - Universidade Federal do Ceará - Fortaleza/ CE

Palavras Chave: aldeídos, compostos carbonílicos, qualidade do ar de interiores

Introdução

A qualidade do ar de interiores – QAI – tem sido monitorada em diversos países, entretanto no Brasil, existem poucos estudos nessa área, sendo a maioria realizados no Rio de Janeiro e São Paulo¹. O formaldeído é um constituinte, em nível traço, da atmosfera e é um dos compostos orgânicos mais importantes na análise de QAI². Segundo Baird³, em ambientes externos urbanos a concentração de formaldeído é bastante baixa (0,01 ppm), já em interiores essa concentração passa para 0,1 ppm em média. Em níveis superiores a 0,1 ppm o formaldeído pode causar irritação nos olhos, nariz, garganta e pele.

As principais fontes de aldeídos em interiores são a emissão de fumaça de cigarros, adesivos para laminados, carpetes, tintas e vernizes.

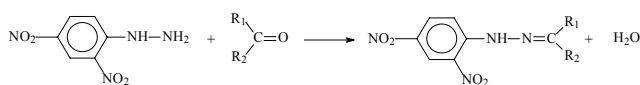
O presente trabalho tem como objetivo o monitoramento dos níveis de formaldeído e acetaldeído em ambientes internos da Furg avaliando a influência ambiental nos períodos de inverno e verão.

Resultados e Discussão

Para a realização do estudo os pontos de amostragem escolhidos foram os ambientes internos funcionais da FURG como: biblioteca, laboratórios de pesquisa e ensino, salas de aula, salas de permanência e gráfica. O ar atmosférico externo também foi monitorado para parâmetro de comparação.

A metodologia de amostragem utilizada foi a proposta por Kuwata e colaboradores⁴. Utilizou-se um amostrador gasoso acoplado com colunas Sep-Pak C₁₈ impregnadas com 2,4-dinitrofenilhidrazina (2,4-DNPH) em meio ácido.

A reação envolve a adição nucleofílica do DNPH ao composto carbonílico seguida pela 1,2 eliminação de água formando a 2,4-dinitrofenilhidrazona.



Os compostos carbonílicos resultantes da reação foram quantificados por HPLC/detector de UV em 365 nm. Na Tabela 1 encontram-se os resultados

dos níveis de aldeídos para o período de verão.

Tabela 1. Níveis de formaldeído e acetaldeído

Local	HCHO (µg/m ³)	CH ₃ CHO (µg/m ³)	Tipo de ventilação
Lab. fisiologia	161,5	160,2	Ar cond.
Lab. eletroq.org.	96,5	79,4	Natural
Lab. ensino	56,5	38,1	Natural
Biblioteca	36,5	33,0	Natural
Sala A	41,0	26,2	Ar cond.
Sala B	32,3	18,3	Natural
Gráfica	42,2	35,6	Natural
Sala de aula	22,5	19,0	Natural
Ambiente externo	18,2	15,4	

De acordo com os valores de formaldeído sugeridos por Aquino Neto & Brikus (100 µg/m³) verifica-se que somente no laboratório de fisiologia o limite é ultrapassado, evidenciando a existência de fontes próprias neste ambiente. Nos outros ambientes estudados, os níveis de aldeídos mantêm-se abaixo do limite sugerido.

Verifica-se porém que na sala de permanência A (com ar condicionado) os níveis são enriquecidos, em torno de 79% para formaldeído e 70% para acetaldeído, quando comparado com a sala B (sem ar condicionado). A pouca renovação do ar existente em ambientes climatizados contribui para este acréscimo.

Conclusões

De acordo com os resultados obtidos pode-se evidenciar que a baixa dissipação do ar e a manipulação de reagentes químicos contribuem significativamente para o aumento da concentração dos níveis dos aldeídos em ambientes internos.

Em continuidade ao trabalho está sendo avaliado o nível de aldeídos no período de inverno.

Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPERGS pelo apoio financeiro.

¹Gioda, A.; Aquino Neto, F. R. *Química Nova*. 2003, 26-3, 359.

²Graedel, T. E. *Atmospheric Chemical Compounds: Sources, Occurrence and Biosay*, Ed. Academic Press, Orlando, 1986, 295.

³Baird, C. *Química Ambiental*, Bookman, 2ª ed., Porto Alegre, 2002.

⁴Kuwata, K.; Uerobi, M.; Yamasaki, H. e Kuge, Y. *An Chem.*, 1983, 55, 2013-2016.

⁵Aquino Neto, F.R. & Brickus, L. S. R. *Revista Brasindoor*, 3, 4, 1999.

Comparação de técnicas por reflexão no infravermelho na determinação de carboidratos totais em amostras de café cru

Isabel da Cruz Brenol¹ (IC), Marco Flôres Ferrão^{*1} (PQ), Marcelo Antonio Morgano^{2,4} (PQ) Neura Bragagnolo³ (PQ) e Márcia Miguel de Castro Ferreira⁴ (PQ)

¹UNISC – Santa Cruz do Sul – RS, e-mail: ferrao@unisc.br

²ITAL – Campinas – SP, ³FEA-UNICAMP – Campinas – SP e ⁴IQ-UNICAMP – Campinas – SP

Palavras Chave: carboidratos totais, café, infravermelho

Introdução

As análises físico-químicas convencionais para a avaliação da qualidade do café envolvem testes físicos e químicos laboriosos, que dependem de reagentes, equipamentos, mão de obra especializada e maior tempo de execução. A espectroscopia no infravermelho tem apresentado grandes avanços em diversas aplicações e está se tornando uma técnica alternativa às análises físico-químicas de controle de qualidade de alimentos e produtos de agricultura. Neste trabalho pretende-se mostrar o emprego da espectroscopia no infravermelho associada a métodos multivariados de análise para determinar a quantidade de carboidratos totais em amostras de café cru.

Resultados e Discussão

A determinação do teor de carboidratos totais foi realizada através de cálculo por diferença usando os resultados de umidade, cinzas, proteína bruta e lipídios totais de análises de 53 amostras de café cru moído. Os espectros por reflexão no infravermelho médio (DRIFTS) foram adquiridos em triplicata num espectrofotômetro Nicolet 520 e os espectros no infravermelho próximo (NIRR) num espectrofotômetro Bomem DA-08. A cada um dos conjuntos de espectros foi empregado o método de regressão por mínimos quadrados parciais (PLS) utilizando-se o pacote *Turbo Quant Analyst* da Nicolet. Para a calibração foram empregados 87 espectros correspondentes a 29 amostras, sendo construídos 15 modelos para estimar a quantidade de carboidratos totais de diferentes amostras de café cru. Os modelos diferiram entre si em função das regiões modeladas, bem como da aplicação ou não de 1ª e 2ª derivadas, e ainda se os dados foram centrados na média e/ou escalados pela variância ou se foi empregada a correção do espalhamento de luz (MSC). Para avaliar os modelos foram determinados os erros quadráticos médios para as 29 amostras de calibração (RMSEC) e para as 24 amostras de validação (RMSEV). Os resultados de todos os modelos foram comparados sendo apresentados nas Figuras 1 e 2 as curvas de

calibração para os melhores modelos empregando dados DRIFT e NIR, respectivamente.

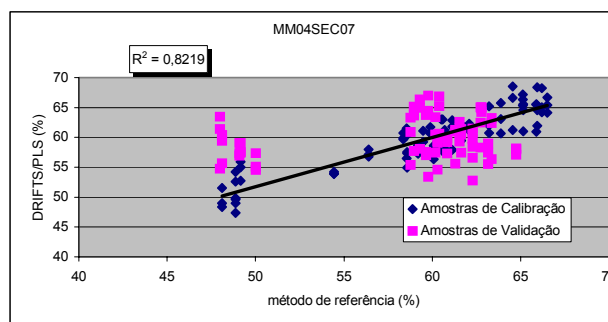


Figura 1. Curva de calibração para o modelo 04 empregando dados DRIFT e 7 variáveis latentes.

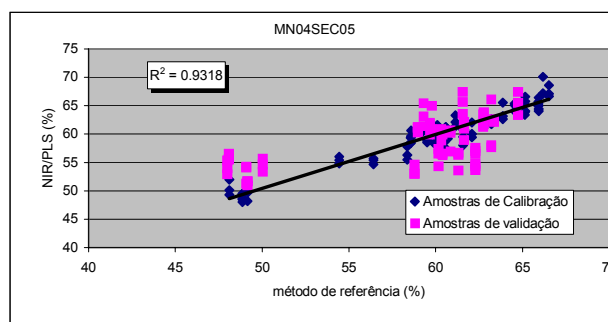


Figura 2. Curva de calibração para o modelo 04 empregando dados NIR e 5 variáveis latentes.

Ambos os modelos utilizaram a matriz de dados centrados na média e correção do espalhamento (MSC), sendo que o modelo DRIFTS-PLS apresentou erro percentual de validação de 3,97%, enquanto que o modelo NIR de 5,82%.

Conclusões

Este trabalho mostrou ser possível construir modelos de calibração multivariada empregando dados de reflexão no infravermelho para estimar a quantidade de carboidratos totais. Esta técnica é bastante útil pois dispensa o uso de reagentes e a pré-determinação dos teores de gorduras, proteínas, umidade e cinzas.

Agradecimentos

Agradecimentos: Embrapa-Café e FAPERGS.

Classificação de solos utilizando análise exploratória: ACP e AHA

Daniela Zambelli Mezalira (IC), Ana Paula Pagel (IC), Marco F. Ferrão (PQ)*

Departamento de Química e Física, Universidade de Santa Cruz do Sul - UNISC – RS, e-mail: ferrao@unisc.br

Palavras Chave: Solos, ACP, AHA.

Introdução

A Análise de Componentes Principais (ACP)¹⁻² foi um dos primeiros recursos quimiométricos a ser amplamente empregado pelos químicos e continua sendo cada vez mais utilizado. Outro método que vem sendo amplamente empregado para avaliar dados multivariados é a Análise Hierárquica por Agrupamentos (AHA)³, que permite verificar as semelhanças entre as amostras com base nas diferentes variáveis pesquisadas. A utilização destas duas ferramentas quimiométricas possibilita uma análise exploratória mais consistente, resultando em modelagens mais confiáveis. Neste trabalho as técnicas ACP e AHA foram utilizadas num conjunto de dados de análises de solos do Rio Grande do Sul, Brasil, a fim de verificar semelhanças e diferenças, destacando-se também quais os parâmetros analíticos que mais contribuem na classificação das amostras estudadas.

Resultados e Discussão

Para este trabalho utilizou-se o resultado obtido de análises de algumas propriedades do solo (textura, pH, simulação de calcário no solo, fósforo, potássio, matéria orgânica e alumínio) e construíram-se modelos de análise multivariada, usando o pacote de quimiometria Pirouette® da Infometrix. As análises físico-químicas foram realizadas segundo o método descrito no livro da Rede Oficial de Laboratório de Solos (ROLAS). Para a construção dos modelos foram utilizadas 75 amostras de solos, as quais foram inicialmente divididas em seis grupos, conforme o município de origem: Camaquã, Encruzilhada do Sul, Santa Cruz do Sul, Sinimbu, Taquari e Venâncio Aires. Primeiramente, testou-se a necessidade de se utilizar algum tipo de pré-processamento como os dados autoescalados, centrados na média ou escalados pela variância. Realizou-se ainda testes com alguns tratamentos como a normalização dos dados. A melhor modelagem obtida para as amostras de solo foi utilizando os dados escalados pela variância escalar, que com duas componentes principais, para a ACP (Figura 01), acumula 98,62% da informação. Fez-se um estudo com as amostras para verificar a existência de amostras anômalas, sendo que as amostras E6 e C37 foram excluídas em função da quantidade superior de resíduos e do elevado peso na modelagem, respectivamente. Não excluiu-se nenhuma das variáveis pois todas foram consideradas representativas. Representando esse modelo via AHA utilizou-se o tipo de construção

incremental (Figura 02), método que apresentou maior similaridade entre as amostras de um mesmo grupo. Esta ferramenta separou as amostras em dois grandes grupos. O primeiro grupo foi classificado como classe 01, e o segundo grupo foi dividido em duas classes: a classe 02 e a classe 03.

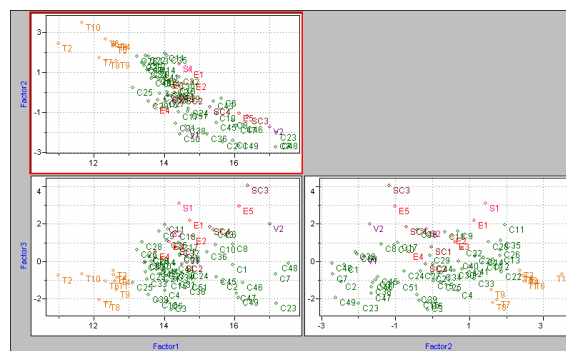


Figura 1 – Gráfico 2D PC1xPC2

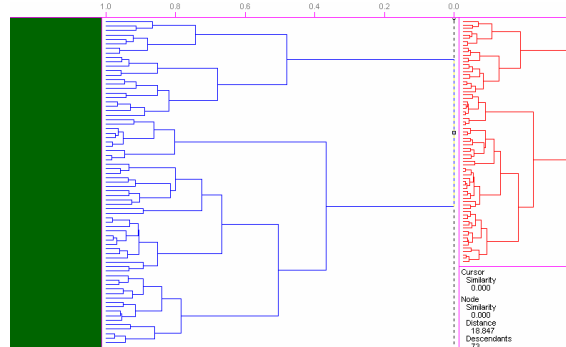


Figura 2 – Dendrograma com construção incremental.

Conclusões

Com base nos resultados observa-se a distinção das amostras da classe Taquari das demais, apresentando uma similaridade de 80%, e com base no ACP esta separação deve-se a maior contribuição das variáveis alumínio e textura. Outro fator imprescindível é o conhecimento do conjunto de dados e de suas origens para emprego dos tratamentos e pré-processamentos adequados.

Agradecimentos

Central Analítica da UNISC.

¹ Silva, F.V., Kamogawa, M.Y., Ferreira, M.M.C. et al. *Eclét. Quím.*, **2002**, .27, 91.

² Sabin, J.G., Banet, E.V. e Ferrão, M.F. *Tecno-Lógica*, **2003**, 7, 69.

³ Morgano, M.A., Queiroz, S.C.N. e Ferreira, M.M.C. *Ciênc. Tecnol. Aliment.*, **1999**, 19, 344.

Determinação simultânea de cafeína, ácido clorogênico e trigonelina em café cru utilizando algoritmo genético e infravermelho próximo

Ana Paula Pagel¹ (IC)*, Marco Flôres Ferrão¹ (PQ), Marcelo Antônio Morgano^{2,4} (PG), Neura Bragagnolo³ (PQ) e Márcia Miguel de Castro Ferreira⁴ (PQ)

(1) Depto. de Química e Física – UNISC, e-mail: anap@unisc.br; (2) Centro de Química de Alimentos – ITAL; (3) Depto. de Ciências de Alimentos – FEA – UNICAMP e (4) Instituto de Química – UNICAMP

Palavras Chave: café, NIRR, algoritmo genético.

Introdução

O objetivo deste trabalho foi desenvolver uma metodologia para quantificação dos teores de cafeína, ácido clorogênico e trigonelina em amostras de café cru, valendo-se das potencialidades das técnicas quimiométricas e da facilidade na obtenção dos espectros pela técnica de espectroscopia de reflexão difusa no infravermelho próximo (NIRR).

Nestes últimos anos, as técnicas de espectroscopia por reflexão no infravermelho próximo e médio têm apresentado resultados satisfatórios em diversas aplicações, principalmente na área da ciência de alimentos, para o controle de qualidade de alimentos e produtos da agricultura^{1,2}.

Resultados e Discussão

Os espectros no infravermelho próximo de 54 amostras de café cru foram obtidos num espectrofotômetro Bomem DA-08. Os espectros das amostras foram coletados em triplicata, utilizando-se um acessório de reflectância difusa. Os teores de cafeína, ácido clorogênico e trigonelina foram inicialmente determinados por CLAE, segundo De Maria e colaboradores.³

O método do algoritmo genético (AG)^{4,6} foi empregado para melhorar a performance dos modelos de calibração obtidos em outro trabalho no qual utilizou-se o método de regressão por mínimos quadrados parciais (PLS). A rotina de seleção empregando o algoritmo genético foi escrita na linguagem de programação nativa do software MATLAB, sendo utilizado também para execução do programa.

Para a seleção de variáveis através do algoritmo genético, foram criadas matrizes de dados, onde as linhas representam os espectros das amostras, e as colunas os comprimentos de onda. Foram criadas duas matrizes com os dados dos espectros, sendo uma para calibração e outra para validação. Foram criadas ainda seis matrizes com os resultados das propriedades medidas, três para calibração (cafeína, trigonelina e ácido clorogênico) e três para validação (cafeína, trigonelina e ácido clorogênico) das amostras do conjunto, empregando sub-regiões espectrais ao longo de 4.900cm⁻¹-10.000cm⁻¹.

Determinaram-se o erro quadrático médio de validação (RMSEV) e o coeficiente de regressão (R²), para a avaliação dos modelos, conforme tabela

1. Observou-se que o RMSEV do melhor modelo obtido para a cafeína, ácido clorogênico e trigonelina foram 0,05, 0,06 e 0,37 respectivamente.

TABELA 1: Avaliação do algoritmo genético para a determinação dos teores de cafeína, trigonelina e ácido clorogênico em amostras de café cru.

Parâmetros	Cafeína	Ac. Clorogênico	Trigonelina
R ²	0,6478	0,6438	0,7246
RMSEV	0,0513	0,3710	0,0624
VL's	04	04	05

VL's: Variáveis Latentes

Conclusões

Como resultado deste trabalho, têm-se a quantificação dos teores de cafeína, trigonelina e ácido clorogênico em amostras de café cru, utilizando o infravermelho próximo e a técnica do algoritmo genético. Embora não seja possível afirmar que os resultados encontrados sejam os melhores, os modelos em que foi aplicado os GA's apresentaram um desempenho bastante superior em relação aos modelos brutos, ou seja, sem a seleção das variáveis. A mesma forneceu resultados rápidos e diretos, sem tratamento químico das amostras.

Agradecimentos

EMBRAPA – CAFÉ, UNISC, FAPERGS.

¹ Ferrão, M.F., *Técno-lógica*, **2001**, 5, 63.

² Pasquini, C., *J. Braz. Chem. Soc.* **2003**, 14, 198.

³ De Maria, C.A.B.; Trugo, L.C.; Moreira, R.F.A. *Food Chemistry*, **1995**, 52, 447.

⁴ Kozen, P.H.A., Furtado, J.C., Carvalho, C.W., et al. *Pesqui. Oper.*, **2003**, 23, 189.

⁵ Costa Filho, P.A. e Poppi, R. J. *Quím. Nova*, **2002**, 25, 46.

⁶ Ferrão, M.F., Furtado, J.C., Neumann, L.G. et al., *Técno-lógica*, **2003**, 7, 9.

Investigação de chumbo por espectroscopia de absorção atômica com forno de grafite em sardinhas enlatadas

Márcia Luzia Michels^{1*} (PQ), Volnei Stupp¹ (PQ), Maria Bertília Oss Giacomelli¹ (PQ), Tânia Martins Rodrigues¹ (PQ), Blenda Medeiros Agostinho¹ (IC).

¹Universidade do Sul de Santa Catarina, Pró Reitoria Acadêmica, Centro Tecnológico
Av: José Acácio Moreira, 787 Dehon cep 88704-900 Tubarão, Santa Catarina
mmichels@unisul.br

Palavras Chave: alimentos enlatados, ET AAS, chumbo.

Introdução

A contaminação do homem por metais pesados, ocorrem por diversas formas: inalação, absorção ou ingestão. Esta última pode ser por alimentos contaminados. Há uma crescente utilização de embalagens metálicas para alimentos em conservas. Estas embalagens, possuem vantagens de serem resistentes a grandes pressões e temperaturas para a sua esterilização, porém podem sofrer corrosão¹. Ainda há hoje em dia, ligas metálicas que se utilizam chumbo em sua composição. Neste sentido, o trabalho tem por objetivo, investigar em sardinhas enlatadas, a possibilidade de migração de chumbo oriundo das embalagens, que podem ao longo do tempo contaminar este alimento. O metal pesado de maior comprometimento à saúde do homem é o chumbo, pretende-se analisar outros metais, além de outros alimentos enlatados em trabalhos futuros.

Resultados e Discussão

Para o estudo foram investigadas sardinhas enlatadas de 4 diferentes marcas e sabores. A digestão foi realizada com ácido nítrico e peróxido de hidrogênio em forno digestor por microondas. O chumbo foi analisado em espectrofotômetro de absorção atômica com forno de grafite, utilizando tubo de grafite com plataforma recoberta com Ir + Rh. Para o estudo foi empregado a temperatura de pirólise de 700°C e atomização de 1900°C². Para validação do método, foi realizado a mesma digestão usada para as amostras de sardinhas, em um material certificado de peixe (DORM -1). O material certificado apresenta 0,40 mg/Kg ± 0,12 de chumbo, e foi encontrado 0,44 ± 0,25 na análise. Este resultado demonstra a exatidão da análise. A tabela 1 descreve os resultados de chumbo obtidos em amostras de sardinhas enlatadas.

Marca B	Com óleo de soja	0,41 ± 0,25
	Ao molho de tomate	0,30 ± 0,27
	Com limão	0,67 ± 0,21
Marca C	Com óleo vegetal	0,78 ± 0,23
	Com limão	0,44 ± 0,52
	Ao molho de tomate	3,47 ± 0,18
Marca D	Com óleo comestível	0,52 ± 0,21
	Ao molho de tomate	0,27 ± 0,23

Os resultados da análise de chumbo nas amostras de sardinhas, mostram que todas apresentaram teores de chumbo. Avaliando os valores de chumbo, observa-se que não há uma variação significativa entre elas e também entre os sabores. A sardinha de marca C, o valor de chumbo ao molho de tomate é muito maior que nas outras marcas. Este fato isolado pode ser decorrente da procedência da sardinha, já que nos outros sabores da mesma marca, não ocorreu esta diferença de valores.

Conclusões

Sugere-se que os alimentos enlatados passem por um controle de qualidade das embalagens, com relação a determinação de metais pesados.

Agradecimentos

GEPEQ-Grupo de Pesquisa em Química - UNISUL
CENTEC-Centro Tecnológico – UNISUL
Curso de Química Industrial - UNISUL

¹GUINÉ, Raquel P. F. A embalagem alimentar no contexto da política ambiental. Dep. Agro-Alimentar, ESAV. Disponível em www.ipv.pt/milleniun/ect7_rghtm. Acessado em agosto de 2003.

²Giacomelli, M.B.O., et al. Determination of As, Cd Pb and Se in DORM -1 dogfish muscle reference material using alkaline solubilization and electrothermal atomic absorption spectrometry with Ir + Rh as permanent modifiers or Pd + Mg in solution. Spectrochimica Acta Part B 57 (2002) 2151-2157.

Tabela 1: Valores obtidos de chumbo em diversas marcas e sabores de sardinhas enlatadas.

Amostras	Sabores	Chumbo, mg/kg
Marca A	Com azeite de oliva	0,45 ± 0,22
	Ao molho de tomate	0,54 ± 0,21

Otimização das condições cromatográficas para análise de ácidos naftênicos

Maria Cecília Vaz de Campos(PG)^{1,2,3}, Pedro José Sanches Filho(PQ)², Kelen Daiane Zanin¹ (PQ) e Elina Bastos Caramão¹ (PQ)

*e-mail:elina@vortex.ufrgs.br

¹Laboratório de Química Analítica e Ambiental, Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS – Brasil

²Centro Federal de Educação Tecnológica do rio Grande do Sul, Pelotas, RS – Brasil

³Programa de Pós-Graduação em Ciência dos materiais, PGCIMAT/UFRGS

Palavras Chave: ácidos naftênicos, GC-FID, petróleo

Introdução

Os ácidos naftênicos são compostos que podem estar presentes em petróleos brasileiros (num teor de 0,1 a 3%), e apresentam um grande inconveniente que é a produção de corrosão localizada, causando danos nas tubulações. Por outro lado, estes ácidos extraídos e purificados podem ser excelentes matérias primas para a indústria química. O objetivo deste trabalho é desenvolver uma metodologia analítica para a determinação de alguns ácidos naftênicos comuns em petróleos leves. Os resultados aqui apresentados são preliminares e referem-se à otimização das condições cromatográficas de análise dos ésteres metílicos dos ácidos naftênicos, linearidade e fator de resposta, utilizando soluções de padrões.

Experimental

Misturas padrões nas concentrações de 50, 100, 150, 200 e 250 mg/L, foram preparadas a partir de soluções estoque de cada ácido naftênico na concentração de 10000 mg/L, derivatizado com Metanol/BF₃. Estas soluções foram analisadas via GC-FID, após adição de bifenila como padrão interno (50 mg/L).

Usou-se um cromatógrafo Shimadzu GC17, com uma coluna capilar HP-5 (25 m, 0,25 mm, 0,25µm). As condições cromatográficas após a otimização ficaram assim definidas: de 40 a 150°C com uma taxa de aquecimento de 4°C/min, permanecendo 5 minutos nesta temperatura e depois aquecendo até 280° a uma taxa de 10°C/min. As temperaturas do injetor e do detector foram mantidas a 280°C.

Resultados e Discussão

Tabela 1: Principais características do método cromatográfico usado na análise dos ácidos naftênicos padrões

pico	nome	t _R (min)	f _{RR}	equação da reta y = ax+b		R ²
				a	b	
1	éster metílico do ácido ciclobutanocarboxílico	7,52	0,006	11299	23,810	0,9969
2	éster metílico do ácido ciclohexanocarboxílico	14,55	0,141	800	-12,420	0,9994
3	éster metílico do ácido 1-metil-ciclohexanocarboxílico	14,99	0,085	1372	-16,150	0,9993
4	éster metílico do ácido cicloheptanocarboxílico	19,51	0,121	925	-11,960	0,9995
5	éster metílico do ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico	28,69	0,088	1166	-2,460	1
6	éster metílico do ácido 4-hidroxi,3-metóxi-benzóico	31,91	0,005	18307	6,810	0,9946
7	éster metílico do ácido trans-4-pentilciclohexanocarboxílico	32,85	0,139	774	-6,820	0,9997

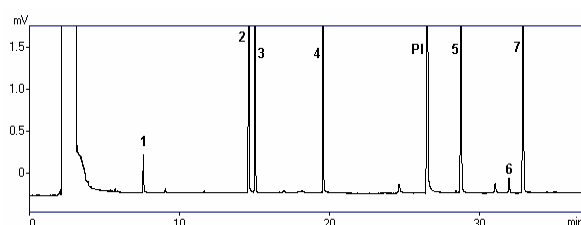


Figura 1: Cromatograma dos padrões esterificados

Como pode ser observado, o cromatograma obtido apresentou excelente resolução com total separação dos picos permitindo a quantificação adequada dos ácidos naftênicos. A linearidade do processo também pode ser considerada muito boa através dos valores de R² os quais variaram de 0.9946 a 1. Desta forma pode-se concluir que na faixa de concentração entre 50 e 250 mg/L os

ácidos naftênicos podem ser perfeitamente determinados por GC/FID.

Bibliografia

- Seifert W. K. and Teeter R.M. (1970) *Anal. Chem.*, **42**, 750-758.
 Hsu, C.L and worker. (2000) *Energy Fuel*, **14**, 217-223.
 Rudzinski W. E. (2002) *Enrgy Fuel*, **16**, 1178-1185.

Agradecimentos: CNPq e FINEP/CTPETRO

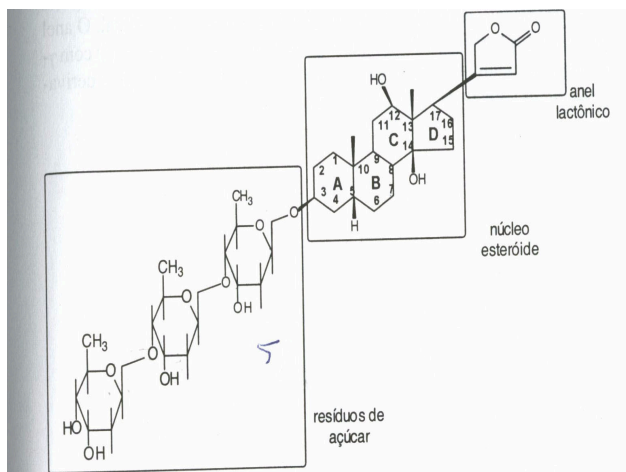
Identificação de glicosídeos esteroidais: digoxina

Andréia Correia Rodrigues*¹(IC), Ari Santos¹ (PQ)
 Instituto de Química e Geociências / UFPel
 andreaia.rodrigues@extractus.com.br

Palavras Chave: glicosídeos, digoxina, identificação.

Introdução

A digoxina é um glicosídeo esteroidal largamente utilizado na terapia cardiovascular. É extraída das espécies vegetais do gênero *Digitalis*, popularmente conhecidas como digital ou dedaleira. Na sua estrutura química aparecem oses ligadas a um esqueleto tetracíclico, característico dos esteróides (grupo esteroidal) ao qual se liga um ciclo lactônico. A figura 1 mostra a estrutura desse glicosídeo.



As reações de caracterização, em geral, são colorimétricas e destinadas a cada componente químico da molécula: cadeia osídica, núcleo esteroidal e ciclo lactônico. A análise quantitativa pode ser feita por fotocolorimetria, cromatografia (CLAE), métodos biológicos, enzimáticos e outros.

Farmacologicamente, o doseamento é importante em virtude da toxicidade e das reações adversas dos digitálicos. Essas são conseqüências do baixo índice terapêutico, uma vez que a concentração tóxica é apenas o dobro da concentração terapêutica.

O objetivo do trabalho consiste em testar metodologias analíticas de identificação da digoxina e seu doseamento.

Resultados e Discussão

Nos testes foi utilizado o fármaco e comprimidos contendo digoxina, disponíveis comercialmente. As soluções foram preparadas utilizando reativos analíticos.

A atividade óptica foi medida numa solução a 2 % (p/v) em piridina anidra, sob luz amarela de uma lâmpada de sódio.

Foi dissolvida a digoxina em etanol e acrescentou-se o ácido 3,5-dinitrobenzóico e hidróxido de sódio; em outro experimento análogo foi acrescentado 1,3-dinitrobenzeno; em ambos os casos foi observada a coloração desenvolvida e a sua permanência.

Em outro teste a dissolução foi feita em ácido acético glacial, acrescentando-se soluções de cloreto férrico e de ácido sulfúrico. Foi observada a coloração desenvolvida na interfase e nas fases.

A atividade óptica observada foi de +10° o que é consistente com os valores relatados na literatura.

Na solução em etanol, com o acréscimo de ácido 3,5-dinitrobenzóico em meio alcalino, observou-se o desenvolvimento de uma coloração violeta estável. Observou-se também o desenvolvimento de cor azul estável quando a solução foi tratada com nitrobenzeno. Essas e outras reações com nitrocompostos aromáticos são características do núcleo esteroidal ligado ao grupo lactônico α,β -insaturado. O meio alcalino favorece a ruptura do anel lactônico e sua interação com o nitrocomposto.

Na reação com cloreto de ferro-III observou-se o desenvolvimento de uma coloração castanho na interfase com a solução de ácido sulfúrico e uma coloração verde que se transmutou para azul na fase do ácido acético. A reação ocorre na parte glicosídica da molécula.

Nas reações não foram observadas diferenças quando do emprego do fármaco ou de comprimidos.

Conclusões

A digoxina pode ser identificada em solução alcoólica com nitrocompostos aromáticos em meio alcalino por intermédio do desenvolvimento de coloração característica. De modo similar, pode ser usada solução em ácido acético com sais de Fe³⁺ e ácido sulfúrico. As reações indicadas correspondem, respectivamente, às combinações com o anel lactônico e com a parte osídica. Na identificação nos comprimidos testados, os excipientes não interferem.

Determination of As, Cd, Se, and Pb in seafood by ET AAS with Ir+Rh coated graphite tubes, using hydrolysis with TMAH

*Maria Bertília O. Giacomelli^a (PQ), Maria Carminatti Lima^a(PQ), Pilar Bermejo Barrera^b(PQ), Ismael Pedro Bortoluzzi^a(PQ), Volnei Stupp^a (PQ) and Rui Miguel de Carvalho^a(IC)

^aUniversidade do Sul de Santa Catarina, 88704-900 Tubarão, SC, Brazil

^b Universidade de Santiago de Compostela, Santiago de Compostela, Espanha
bertilia@unisul.br

Palavras Chave: *Tetramethylammonium hydroxide (TMAH), ET AAS.*

Introdução

Tetramethylammonium hydroxide (TMAH) is a strong, water-soluble base, effective for the determination of volatile elements, and able to solubilize biological samples, such as animal tissues. In this work, TMAH was used to solubilize fish samples, following As, Cd, Se and Pb determination by electrothermal atomic absorption spectrometry (ET AAS).

Resultados e Discussão

The samples were dried at 40°C for 48 h. For sample solubilization, 100 mg of fish sample were weighed and 500 µL of 25 % (m/v) TMAH were added. For certified sample DORM-1 (Dogfish Muscle) 300 mg were weighed and 1 mL of TMAH was added. The screw-capped vessel was then heated to 60°C for 10 minutes in a water bath. After cooling, the sample was made up to a volume of 25 mL with Milli-Q water. Modifiers in solution (Pd + Mg) and permanent modifiers (Ir + Rh)¹ were investigated during analyte determinations in solubilized samples. For Cd and Pb determinations, good results were obtained when the Ir + Rh mixture was used; the optimized pyrolysis and atomization temperatures were 700°C and 1700°C, respectively. Nevertheless, for As and Se best results were obtained when the modifier in solution, Pd + Mg, was used; the optimized pyrolysis and atomization temperatures were 900°C and 2100°C, respectively. All determinations were carried out using aqueous calibration solutions (0.2 % v/v HNO₃). Detection limits in dry samples were 0.005 µg.g⁻¹ for Cd, 0.04 µg.g⁻¹ for Pb, 0.4 µg.g⁻¹ for As and 0.6 µg.g⁻¹ for Se. The characteristic mass (m₀) for each element in optimized conditions was 0.92 pg for Cd; 7.6 pg for Pb; 20.0 pg for Se and 12.9 pg for As. The methodology was validated using DORM-1 certified reference material and, as shown in the table below, the obtained analyte concentrations are in agreement with the certified values.

Table 1. Analytical results for DORM-1 in mg.kg⁻¹

Analyte	Determined*	Certified
As	18.9 ± 0.72	17.7 ± 2.1
Cd	0.083 ± 0.003	0.086 ± 0.012
Se	1.73 ± 0.13	1.62 ± 0.12
Pb	0.35 ± 0.07	0.40 ± 0.12

Conclusões

The developed methodology was also used to quantify elements in real fish samples, collected in Lagoa de Santo Antônio dos Anjos in Laguna – Brazil, and results showed that the analyte concentrations determined were below the maximum values allowed by the National Agency for Environmental Monitoring (Agência Nacional de Vigilância Sanitária, ANVISA). The proposed methodology enables quick and effective sample preparation, avoiding contamination and losses of volatile analytes.

Agradecimentos

Universidade do Sul de Santa Catarina – UNISUL
FUNCINTEC

¹ Silva, J.B.B.; Giacomelli, M.B.; Souza, I. and Curtius, A. J. *Microchem. Journal* 60 (1998) 249..

Adsorção de Cu^{+2} de soluções aquosas em NaX. Efeito da granulometria.

Marcela Caovilla (IC), Sibeles B. C. Pergher (PQ), Rosângela Assis Jacques (PQ)*

Departamento de Química – URI-Campus de Erechim. Av. sete de Setembro 1621 – 99700-000 Erechim - RS;
email:raj@uri.com.br

Palavras Chave: adsorção de metais, zeólita NaX, Química Ambiental.

Introdução

O presente trabalho consiste em avaliar a eficiência da zeólita NaX na remoção de Cu^{+2} de soluções aquosas, bem como a influência de parâmetros para sua futura utilização em remoção de metais em efluentes industriais.

Resultados e Discussão

A adsorção de Cu^{+2} de soluções aquosas na zeólita NaX foi estudada em sistema batelada. O efeito da concentração inicial do íon metálico na capacidade de adsorção da zeólita NaX, em pH=4, foi determinada usando soluções de grau analítico (Titrisol) com concentrações variando de 50 a 1000 mg/L. Em cada caso, 100 mg de NaX (seca a 100°C) foram adicionadas a 20mL de solução de Cu^{+2} a diferentes temperaturas e sistemas batelada. Dois sistemas bateladas foram estudados: shaker a temperatura ambiente e agitação magnética sob refluxo a 50°C. Depois de diferentes tempos (1 a 24h), a fase aquosa foi separada da zeólita por centrifugação e a concentração do metal na fase aquosa foi determinada usando espectrômetro de absorção atômica de chama (Varian – 550) a 249,2nm. O efeito da granulometria da zeólita NaX foi estudado empregando uma NaX comercial em bolinhas (diâmetro = 3mm) e moída.

A Figura 1 mostra as quantidades adsorvidas do metal na NaX, observa-se que a NaX moída tem capacidade de adsorção bem superior a NaX bolinha, indicando que a granulometria do material joga um papel importante na adsorção do íon. Também observamos que o sistema em batelada a 50°C promove uma maior adsorção do íon Cu^{+2} . Em ambos sistemas a NaX bolinha atinge um patamar, indicando uma capacidade de adsorção máxima, enquanto que a NaX moída não atinge um patamar, indicando que poderia adsorver quantidades maiores.

Embora seja conhecido que tamanho de partículas maiores, possuem menores áreas externas e por isso possuem uma capacidade de adsorção menor, acreditava-se que por se tratar de um material microporoso com elevada área

superficial (~600m²/g) este efeito não seria tão pronunciado.

A Figura 2 mostra as quantidades adsorvidas no sistema shaker a temperatura ambiente em função do tempo, observamos que em tempos maiores (24h) a capacidade de adsorção da NaX bolinha aumenta consideravelmente para soluções com concentrações maiores que 200mg de Cu^{+2} /L, entretanto não atingem a capacidade alcançada com a NaX moída.

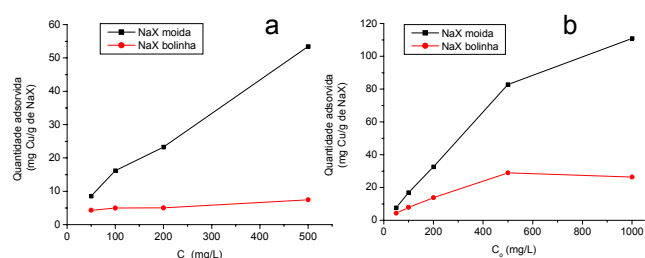


Figura 1. Quantidades adsorvidas de Cu^{+2} na NaX pelo sistema (a) shaker T. ambiente e (b) refluxo a 50°C.

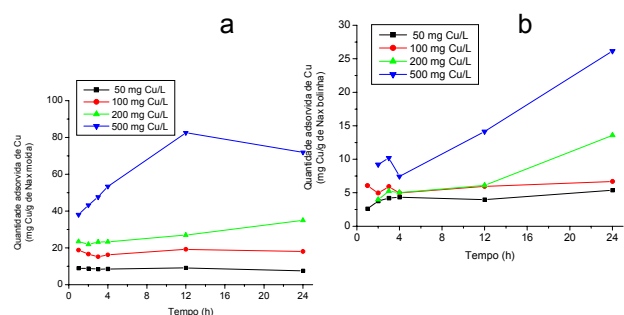


Figura 2. Quantidades adsorvidas de Cu^{+2} na NaX (a) moída e (b) bolinha a diferentes tempos.

Conclusões

Conclui-se que é possível utilizar a zeólita NaX para remoção de metais em efluentes industriais. A granulometria do material joga um papel importante na adsorção.

Agradecimentos

Marcela Caovilla agradece à URI pela bolsa de iniciação científica.

Determinação de migrantes em embalagens para produtos liofilizados

Lisandra Chitolina (IC)*¹, Nádia de M. Baccar (PQ)¹, Ana Lúcia B. Rohlfes (PQ)¹, Cláudia Mendes Mählmann (PQ)¹, Liliane Marquardt (PQ)², Luciano Dornelles (PQ)¹
liliane@unisc.br

¹Departamento de Química e Física, ²Departamento de Engenharia, Arquitetura e Ciências Agrárias – Universidade de Santa Cruz do Sul - UNISC.

Palavras Chave: liofilização, alimentos, embalagens

Introdução

O processo de retirada de água dos alimentos para aumentar o tempo de conservação dos mesmos é bastante antigo e eficaz, sendo utilizado pelo homem desde os primórdios da história da alimentação. Entre os processos mais utilizados com este objetivo destaca-se a liofilização. Liofilizar significa desidratar uma solução congelada, impedindo seu descongelamento, enquanto se processa a evaporação; desse modo a solução reduzida à massa gelada, “sublima” o próprio solvente e se transforma diretamente em substância seca. Para a manutenção da qualidade dos alimentos liofilizados é importante que a embalagem que os acondicione não permita trocas gasosas entre os meios, bem como contaminação microbiana. Visando uma caracterização das embalagens para produtos liofilizados comercializados na região de Santa Cruz do Sul foram analisadas objetivando a indicação de ocorrência de migração de constituintes da embalagem para o alimento, o que pode gerar intoxicações crônicas e a perda da qualidade das embalagens.

Resultados e Discussão

As análises realizadas nas embalagens para produtos liofilizados foram gravimetria e iodometria. Na primeira, as embalagens (15cm x 10cm) foram expostas a três solventes, o heptano, o ácido acético (solução aquosa a 3%) e água, em recipientes previamente tarados após duas horas em estufa a 105°C. Variou-se o solvente, o tempo de exposição e a temperatura. Após o tempo estimado da análise, o conteúdo dos recipientes foi evaporado e seco novamente à temperatura de 105°C por duas horas. Logo após, resfriado em dessecador e pesado. Por sua vez, na iodometria os corpos de prova das amostras ficaram em contato com óleo de milho nas mesmas condições da análise gravimétrica. Após tempo e temperatura estimados, nas amostras deste óleo determinou-se o índice de iodo. Foram obtidos dados que demonstraram a ocorrência de migração da embalagem para o solvente. Os resultados indicaram que o maior índice de migração ocorreu na embalagem em contato com o solvente heptano à temperatura ambiente, por 30 minutos. Para esta

mesma amostra o menor valor encontrado ocorreu no sistema onde o solvente utilizado foi a água, por 10 dias a temperatura de 5°C. Os resultados de índice de iodo das amostras foram comparadas com o branco e demonstraram diferenças que indicam ter ocorrido maior número de insaturações no óleo, quando em presença da amostra.

Conclusões

As evidências da ocorrência de migração de constituintes da embalagem para produtos liofilizados é um fato preocupante no que tange ao comprometimento da saúde humana. Salienta-se que não foi realizada investigação qualitativa dos possíveis migrantes resultantes nas análises.

Agradecimentos

Ao PUIC/UNISC, SCT-RS e PMT/VRP

Avaliação preliminar da biodegradabilidade de poluentes orgânicos em efluentes líquidos de frigorífico

Camila Pedott Aguiar (IC), Marieli Peruzzolo (IC), Marco Di Luccio (PQ), Irajá do Nascimento Filho(PQ)*

* URI - Campus Erechim - Centro de Ciências Exatas – Av. Sete de Setembro, 1621 – 99700-000 -Erechim – RS. iraja@uri.com.br

Palavras Chave:GC/MS, Frigoríficos, Compostos Orgânicos.

Introdução

Várias substâncias orgânicas são usadas amplamente na indústria de alimentos como estabilizantes, antioxidantes e desinfetantes. Quando presentes em efluentes industriais em concentrações elevadas tais compostos podem se transformar em sério perigo para a saúde humana e o ambiente, principalmente pela possibilidade de contaminação de águas superficiais e subterrâneas. Ao nível de traços tais compostos já causam agressão à maioria dos organismos aquáticos e bioacumulação na cadeia alimentar. O objetivo inicial deste trabalho é avaliar o grau de biodegradabilidade de compostos orgânicos presentes em amostras de efluentes líquidos de frigoríficos.

Resultados e Discussões

Procedimento Experimental

A forma de amostragem foi a coleta composta, entre 8 e 18 horas, a cada 2 horas para assegurar que o maior número possível de compostos orgânicos, estivessem presentes no efluente. Uma alíquota de 100 ml de amostra acidificada (pH~2) foi extraída por LLE (Extração Líquido-Líquido) com três alíquotas de 20 ml de diclorometano. As fases orgânicas obtidas foram reunidas em um único frasco. O extrato orgânico obtido por LLE foi seco com sulfato de sódio anidro e sofreu redução de volume (1ml) sob fluxo de nitrogênio ultrapuro. Outra alíquota de 100 mL da amostra foi submetida a tratamento microbiológico com lipolase 100T (novozymes) com agitação à temperatura ambiente a 37°C. Esta alíquota também foi submetida à LLE nas mesmas condições da anterior. Ambos os extratos foram então submetidos à análise instrumental por GC/MSD. Foram identificados nas amostras brutas vários compostos com destacada importância ambiental como dioctilftalato (suspeito de atuar como estrógeno ambiental) e propenil aziridina (suspeito de ação carcinógena). Os constituintes majoritários identificados pela biblioteca do sistema GC/MS, nas amostras não submetidas ao tratamento microbiológico foram: aldeídos (33,33%), álcoois (19,05%), ácidos (14,28%), hidrocarbonetos (9,52%) e compostos

nitrogenados (4,76%), entre outros. As amostras submetidas ao tratamento microbiológico apresentaram uma degradação total dos poluentes.

Conclusões

O tratamento microbiológico aplicado às amostras em questão, apresentou um desempenho extraordinário, inclusive para a degradação de compostos que persistes e ambientalmente agressivos. As próximas etapas do trabalho serão a comparação entre os desempenhos do tratamento aqui proposto e aquele normalmente utilizado nas indústrias frigoríficas. Também serão testadas fases estacionárias para Extração em Fase Sólida para a retenção seletiva daqueles compostos que representam maior preocupação ambiental.

Agradecimentos

URI-Campus Erechim
COTREL

1. Karam, H.S.; McNair, H.M.; Lanças, F.M, *LCGC(5)* **1987**,41.
2. Galceran, M.T.; Jáuregui, O.; *Analytica Chimica acta*, 304, **1995**, 75.
3. Bucholz, K.D.; Pawllszyn, J.; *Environ. Sci. Technol.* **1993**, 27,2844,.
4. Heberer, T.; Stan, H.J.; *Analytica Chimica ACTA*, **1997**,341, 21.
5. Buchholz, K.D.; Pawllszyn, *Anal.Chem.***1994**, 66,160-167.

Determinação de íons de metais pesados totais (Cu^{2+} , Pb^{2+} e Zn^{2+}) na água do mar da Baía Norte da Ilha de Santa Catarina, SC.

*Alessandro Claudino¹(PG), Lígia C. Mello² (PG), Ivanise Rizzatti¹ (PG), Rodolfo L. Bortolluzi¹ (PG) e Dilson R. Zanette¹ (PQ)

¹ GEPEEA – Grupo de Estudos Eletroquímicos e Eletroanalíticos, Departamento de Química

² Colégio de Aplicação, Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC, 88040-900, Florianópolis, SC.

alessandroclaudino@msn.com

Palavras Chave: metais pesados, voltametria.

Introdução

Em ambiente aquático os íons de metais pesados tendem a se concentrar em todas as matrizes (suspensão, sedimento e biota¹, resultando em sua passagem para a cadeia alimentar aquática, podendo acarretar perigo para os seres humanos. A região da Baía Norte da Ilha de Santa Catarina, possui uma população intensa, acrescida durante a temporada de veraneio, sem saneamento básico e é área de maricultura e pesca. Por isto é importante avaliar a concentração destes metais. A utilização das técnicas voltamétricas foi considerada, tendo em vista seu emprego na análise de íons de metais e fatores como viabilidade econômica, grande sensibilidade, limites de detecção (LD) baixos e menor interferência relacionada ao NaCl.

Resultados e Discussão

As análises foram realizadas em oito amostras em torno da Baía Norte em duas coletas (27/12/2001 e 04/04/2002), utilizando Voltametria de Redissolução Anódica (ASV) para Zn^{2+} e Pb^{2+} e Voltametria de Redissolução Catódica Adsorviva (ACSV) para o Cu^{2+} . Os parâmetros de pré-concentração (potencial e tempo) e pH foram otimizados; onde se encontrou respectivamente, para o Pb^{2+} (-0,9V, 180s, 2), o Zn^{2+} (-1,4V, 180s, 2) e o Cu^{2+} (-0,15V, 110s, 9). Na determinação de Cu^{2+} por ACSV utilizou-se o ligante 8-hidroxiquinoleína na concentração de 22 μM . A instrumentação básica é constituída por uma célula composta de três eletrodos: mercúrio de gota pendente (HMDE), Ag/AgCl (3M KCl) e Pt, acoplada a um potenciostato da marca PAR-263A. Os reagentes (HCl e NH_3) foram purificados por destilação isotérmica; todos os frascos de coleta e vidrarias foram limpos em HNO_3 10% e lavados em água destilada e desionizada. O limite de detecção foi obtido em água milli-Q, sendo o desvio padrão de dez varreduras multiplicada por três e dividida pela sensibilidade (coeficiente angular). Foram encontrados os seguintes valores: Pb^{2+} 0,12, Zn^{2+} 0,23 e Cu^{2+} 2,74 nM. Na análise das amostras a concentração na primeira coleta de Pb^{2+} variou de 0,69 a 4,38 nM, a de Cu^{2+} de 16,14 a 52,14 nM e a de Zn^{2+} entre 1,66 a 5,20 nM; já na segunda coleta se obteve um incremento em praticamente todos os pontos, onde para Pb^{2+}

variou de 0,33 a 4,42 nM, a de Cu^{2+} de 23,51 a 213nM e a de Zn^{2+} entre 1,77 a 17,77 nM. Um exemplo típico de voltamograma com a adição padrão é apresentado na figura 1.

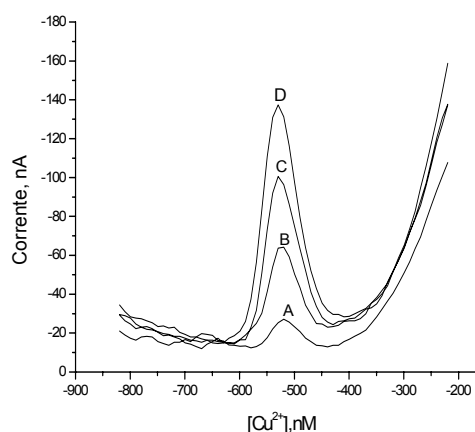


Figura 1. Voltamograma da análise de Cu^{2+} em água Milli-Q com adição padrão, onde (A) branco; (B) 20,5; (C) 40,9; (D) 61,2 nM.

Conclusões

As maiores concentrações de Pb^{2+} e Cu^{2+} encontram-se próximas a um estaleiro, onde ocorre manipulação com metais, lubrificantes e combustíveis. O maior teor de Zn^{2+} obteve-se numa saída de esgoto urbano, onde próximo há uma indústria de zincagem. De maneira geral as análises dos metais realizadas após a temporada de veraneio apresentaram um aumento nas respectivas concentrações. Os valores em todos os pontos ficaram abaixo do permitido pela resolução Número 20 do CONAMA de 86 e de uma região poluída da Baía de Goro (Itália), onde foram registrados médias de 86, 734, 740 nM, respectivamente para chumbo, cobre e zinco¹.

Agradecimentos

A UFSC e CNPq

¹ Locatelli, C.; Torsi, G., J. of Electroanalytical Chemistry 509(2001)80-89

Tratamento de efluente de curtume e avaliação de impacto ambiental.

Jorge Nozaki¹ (PQ), Luciano Gomes^{1*}(PG)

¹Departamento de Química - Universidade Estadual de Maringá – Programa de Pós-Graduação em Química.

*lucianogomeslg@bol.com.br

Palavras Chave: Curtume, coagulação, impacto ambiental.

Introdução

O estudo de impacto ambiental foi realizado através de análises no ponto de descarga, em um ponto acima e outro abaixo da descarga do curtume, e na nascente do córrego. Aplicou-se tratamento de coagulação e floculação, com Al_2SO_4 e polieletrólito natural.

Resultados e Discussão

Os parâmetros analisados foram pH, turbidez, nitrito, nitrato, fósforo total, DQO (refluxo fechado/colorimetria). Estes métodos analíticos empregados são aqueles padronizados pela APHA² (1995). DBO₅, sólidos suspensos, foram realizados segundo Braille⁴. Para testes bacteriológicos, usou-se técnica de tubos múltiplos (Standard Methods). Para os teste de floculação foi utilizada a técnica do Jar-test, descrita por Eckenfelder¹. Utilizou-se como coagulante o Al_2SO_4 (10g/L) e polieletrólito natural extraído do cacto *Opuntia ficus indica*. Através do jar-test determinou-se o melhor pH de coagulação, a melhor dosagem de coagulante e a quantidade de polieletrólito utilizado para ajudar na coagulação.

Tabela 1 – Características físico-químicas do Córrego Cleópatra

Análise	NAS	PAC	DES	PAB
pH	7,06	7,42	8,61	7,99
DBO (mg/L)	0,8	6,5	44,0	6,8
DQO (mg/L)	7	29	539	25
Turbidez (FTU)	4,5	3,5	240,0	12
Nitrato (mg/L)	1,23	4,60	0,55	7,93
Nitrito (mg/L)	0,039	0,457	0,023	0,426
P (mg/L)	4,04	1,27	5,36	1,41
SS (mg/L)	8,00	11,20	176,0	10,80

NAS - Nascente do córrego

PAC - Ponto 50m antes da descarga do curtume

DES - Ponto de descarga do curtume

PAB - Ponto 80m abaixo da descarga

As análises de coliformes fecais na nascente e em um ponto abaixo da descarga indicam valores acima

de 2400 coliformes totais por 100 mL de amostra. A concentração de cromo na descarga foi de 0,59 mg/L. Determinou-se que o melhor pH é 6, a melhor dosagem de coagulante é de 75 mg/L e de polieletrólito é igual a 1,06 mg/L. Com estas concentrações a remoção de cromo foi de 47%. Sem uso de coagulante ou polieletrólito, mas em pH=12, a remoção de cromo passou para 88%, pois ocorre precipitação na forma de hidróxido de cromo. O gráfico 1 indica as reduções de turbidez e de DQO.

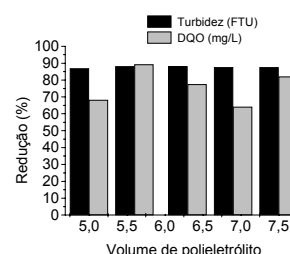


Gráfico 1 – Redução da turbidez e DQO, utilizando coagulante e polieletrólito.

Conclusões

Através das análises realizadas, pode-se concluir que o curtume esta liberando grande carga orgânica. Porém o cromo esta dentro da faixa admissível. O tratamento por coagulação e floculação se mostrou simples e com uma redução de carga orgânica aceitável. A remoção de cromo ficou em uma boa faixa. Com o a remoção do cromo em torno de 88% em pH=12, espera-se que em estudos com um coagulante que atue na faixa de pH mais alcalino, a remoção de cromo e outros poluentes seja maior.

Agradecimentos

Agradecimentos a CAPES, pelo suporte financeiro.

¹ ECKENFELDER JR., W.. Industrial water pollution control. New York: MacGraw Hill Book, **1966**. P. 87 - 99.

² APHA - AWWA – WPCF. Standard Methods for the examination of water and wastewater . Washington.. 18 th edition. **1995**.

³ RAMALHO,R.S. Introduction to wastewater Treatment Processes. New York, Academic Press, **1977**.

⁴ BRAILE, Pedro Márcio. Despejos Industriais. São Paulo. CETESB, **1971**.

Análise exploratória do produto da etanólise enzimática do óleo de mamona empregando ACP e AHA

Melissa M. Rodrigues (IC)¹, Daniela M. Alves (IC)¹, Marco F. Ferrão (PQ)¹, Rosana de C. de S. Schneider (PQ)¹, Márcia Martinelli (PQ)² e Elina Bastos Caramão (PQ)², J. Vladimir de Oliveira (PQ)³, Débora de Oliveira (PQ)³

1- UNISC - Santa Cruz do Sul, RS – 2- UFRGS – Porto Alegre, RS – 3- URICER – Erechim, RS, rosana@unisc.br

Palavras Chave: Quimiometria, óleo de mamona, etanólise enzimática

Introdução

Óleos são fontes renováveis com potencialidade para produção de biocombustíveis e matéria prima para a indústria química. Quando transformados por processos biotecnológicos reduzem o impacto ambiental da disposição de efluentes e afetam a competitividade de seus derivados. A mamona, neste aspecto é fonte de matéria-prima para vários empreendimentos, razão pela qual foi apelidada de “petróleo verde”. A fim de obter o biodiesel, realizou-se a etanólise enzimática do óleo de mamona. Para avaliar os resultados encontrados na etanólise enzimática, a quimiometria foi uma ferramenta essencial para discriminar as condições experimentais que levaram a produção de ricinoleato de etila.

Resultados e Discussão

As reações de etanólise enzimática foram realizadas com as enzimas *Lipozyme IM* e *Novozym 435*, em tempos de 1 a 8 horas. Os produtos de reação foram analisados por espectroscopia na região do infravermelho em um espectrofotômetro Nicolet, modelo Magna 550, com acessório de reflexão total atenuada horizontal (HATR). O tratamento dos dados foi realizado empregando-se os softwares Unscrambler[®] 6.11 da CAMO ASA e Pirouette[®] 2.7 da Infometrix. Os dados foram tratados, por Análise por componentes principais (ACP) partindo de duas matrizes de dados compostas de espectros de 45 amostras obtidos com a *Lipozyme IM* e 69 amostras com a *Novozym 435*, empregando os dados autoescalados ou centrados na média e análise hierárquica por agrupamentos (AHA), visando o reconhecimento das variáveis que mais contribuíram para a alta conversão do óleo de mamona em ricinoleato de etila (biodiesel).

Como resultado do tratamento de dados, foi possível identificar as bandas dos espectros que contribuem para discriminar os experimentos que levaram a maior conversão. As amostras representativas dos experimentos em que foi controlado as concentrações dos reagentes, do biocatalisador e de água, foram discriminadas com

maior contribuição da PC1 (com variação de 43% para resultados da *Lipozyme IM* e 46% para a *Novozym 435*). Quanto a variação do tempo de reação não houve discriminação. Por outro lado, as reações que apresentavam maior concentração de éster formado, foram discriminadas no gráfico PC2xPC3, onde PC2 explicou 13% da variação e PC3 6%, considerando o conjunto de dados modelado a partir dos resultados obtidos com as duas enzimas. Segundo a análise por espectroscopia na região do infravermelho e o tratamento quimiométrico dos dados, foi possível identificar que a concentração do biocatalisador e a adição de água no meio reacional, foram determinantes para a discriminação das amostras.

Por AHA, não foi possível discriminar as amostras em função do tipo de enzima, da concentração de água e razão entre os substratos. No entanto, as amostras das reações obtidas com uma maior concentração de enzima, encontraram-se discriminadas com similaridade de 0,65. Concluiu-se que, o emprego de AHA, permitiu visualizar as similaridades das amostras partindo-se da análise por espectroscopia na região do infravermelho.

Conclusões

Assim, é possível modelar os dados por quimiometria, de forma que, aliado a espectroscopia, seja possível, utilizá-la como um método limpo, econômico, rápido e sensível para o controle de qualidade na produção de biodiesel. Neste caso, buscou-se a produção de biodiesel, a partir de um óleo que apresenta 89% de um tipo de ácido graxo, com um método biocatalítico, analisado por espectroscopia associado a quimiometria.

Agradecimentos

RHAE – CNPq - FAPERGS

Remoção biológica de fósforo em efluente de parboilização em diferentes tempos de detenção celular

Daniela Cristini L. dos Santos(IC)*¹, Luciana S. Machado(IC)¹, Tiago Zschornack(IC)¹, Ieda Maria B. dos Santos(PG)¹.

* *danyqmc@ufpel.tche.br*

¹Instituição: Universidade Federal de Pelotas

Palavras Chave: Biomassa, Eutrofização, Ambiente

Introdução

O processo de parboilização de arroz, através das operações hidrotérmicas, contribui para o aumento da retenção de vitaminas, que migram junto com a água para o interior do grão e não se perdem no polimento, além do fato de possibilitar maiores rendimentos industriais e maior conservabilidade ao produto. Assim como há difusão de nutrientes para o interior dos grãos, neste processo também ocorre lixiviação de vários compostos para a água de encharcamento, como por exemplo nitrogênio, nitratos e matéria orgânica entre outros elementos. A indústria de parboilização de arroz utiliza em média quatro litros de água por quilo de produto, gerando um efluente que apresenta uma composição média de 100 mgL⁻¹ de fósforo, muito acima dos padrões exigidos pelos órgãos ambientais. A descarga de compostos fosfatados em ambientes aquáticos resulta em problemas ambientais como a eutrofização. Um dos benefícios que a remoção biológica de fósforo apresenta é a geração de um lodo de fácil disposição no solo, se comparado com lodos oriundos de precipitantes químicos.

Conclusões

O sistema biológico para remoção de fósforo obteve o melhor desempenho com um tempo de detenção celular de 25 dias, apresentando uma remoção em torno de 34%.

Agradecimentos

CNPq, FAPERGS, CAPES.

[1] AMATO, G.W.; CARVALHO, J.L.V.; SILVEIRA F^o, S. **Arroz parboilizado: tecnologia limpa, produto nobre**. Ed. Ricardo Lenz, Porto Alegre, 2002. 240p.

[2] APHA - AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. 20^a edição. Washington: American Public Health Association. 1998.

[10] SARAIVA, L. B. **Pós-tratamento em efluentes de indústria de arroz parboilizado com reator SBR**. Rio Grande, 2001. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – FURG, 2001.

Resultados e Discussão

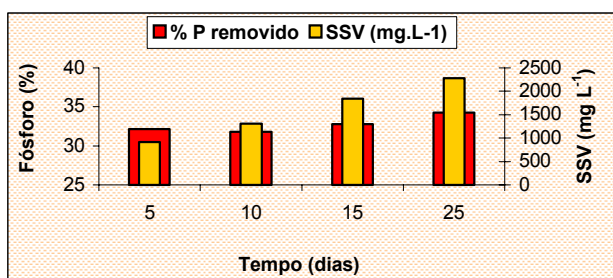


Figura 1. Eficiência de remoção de fósforo e concentração de SSV do SBR1 e SBR2 na idade de lodo de 5, 10, 15 e 25 dias.

O sistema apresentou uma remoção máxima de 34,28 % na idade de 25 dias e mínima de 31,81% em 10 dias, porém estatisticamente sem diferença significativa pelo teste F. O tempo de detenção celular de 25 dias é o mais adequado por que apresenta uma maior concentração de SSV, assim como melhor absorção de fósforo pela biomassa, e também um menor volume de descarte nos trazendo a vantagem de ter menos deposição de lodo biológico.

Formas de enxofre na coluna d'água e sedimentar em áreas adjacentes à indústria de petróleo no estuário da Lagoa dos Patos (RS).

Lizara da Costa Cabrera (PG) Sabrina Bacelo de la Rocha (IC); Maria da Graça Zepka Baungarten (PQ); Ubiratan de Freitas (IC)

Fundação Universidade Federal do Rio Grande – FURG. Laboratório de Hidroquímica. Rua Eng Alfredo Huch, 575 caixa postal 474 Rio Grande – RS. Cep 96201-900.

Palavras Chave: água intersticial, enxofre, meio ambiente.

Introdução

O petróleo, contém contaminantes com nitrogênio, enxofre e metais, os quais devem ser retirados durante o processo de refino. A dessulfurização gera resíduos, os quais são lançados no meio ambiente com altas concentrações de enxofre. No tratamento desses resíduos o enxofre é oxidado e lançado na forma de sulfato, o qual tem baixa biotoxicidade. Porém, se o ambiente for anóxico, o sulfato é reduzido novamente a sulfeto de hidrogênio, o qual tem alto potencial tóxico, mesmo em baixas concentrações. A área estudada, o Saco da Mangueira, é uma enseada estuarina onde são lançados efluentes industriais e domésticos. Foram amostrados 4 locais com diferentes tipos de aportes. O local 1 (controle) fica distante dos aportes industriais e domésticos. O local 2 está próximo de uma refinaria de petróleo, o local 3, a um emissário de esgoto doméstico e o local 4, a uma indústria de fertilizantes. Essa distribuição amostral, possibilita verificar se o petróleo e seus derivados são uma fonte considerável de contaminação de enxofre.

Resultados e Discussão

Em cada local foram analisadas a coluna d'água e a água intersticial, em dois regimes hídricos diferentes, vazante e enchente. Na coluna sedimentar as concentrações de sulfeto tendem a serem altas nas proximidades da refinaria de petróleo, e ainda, maiores no local próximo ao lançamento de esgoto (Tab1). Nos demais locais o sulfeto foi insignificante em toda coluna sedimentar. Portanto, a contaminação por sulfeto se deve a dois tipos de fontes neste ambiente: resíduos de petróleo e esgoto doméstico. No regime de enchente houve uma tendência de aumento da contaminação, provavelmente, devido ao aporte de sulfato com a água mixohalina que penetra na coluna sedimentar. Na coluna d'água até o momento os resultados de sulfeto foram insignificantes, devido à oxigenação desta.

Tabela 1. Concentrações máximas de sulfeto (mg/L) na água intersticial da coluna sedimentar.

	Sal. 0 a 5	Sal. 5 a 15
LOCAIS		
refinaria	4,63*	6,48*
esgoto	136*	303*
fertilizante	0,2	0,7

* concentrações acima dose letal (Train, 1979).

Conclusões

As concentrações significativas de sulfeto só foram evidenciadas na coluna sedimentar nos locais 2 e 3. Nesse, as concentrações de sulfeto foram 30 vezes maiores do que no controle e em situação de vazante, agravando-se para 300 vezes mais em enchente. Isso sugere que os excessos de matéria orgânica no local 3 e resíduos de petróleo no 2 contribuem para formação de sulfeto na coluna sedimentar. A contaminação por sulfeto no local 3 durante a enchente pode ser explicada pelo aporte de sulfato, devido a entrada de água mixohalina, o qual é reduzido a sulfeto na coluna sedimentar anóxica. Sendo assim, nesta enseada, é necessário que haja uma preocupação com relação ao lançamento de formas de enxofre de origem antrópica, mesmo na forma oxidada menos tóxica (sulfato). Isso é reforçado para a área adjacente à cidade do Rio Grande, onde a coluna sedimentar é areno-lamosa e redutora, o que diminui a sua capacidade de autodepuração, favorecendo a formação de formas tóxicas gasosas.

Agradecimentos

Agência Nacional de Petróleo – PRH 27, MCT, FINEP
CNPq - PIBIC

Aminot, A. & M. Chaussepied. 1983. Manuel des Analyses Chimiques en Milieu Marin. CNEXO. Brest. 395p.
Train, R.E. 1979. Quality criteria for water. Washington ; U.S. Environmental Protection Agency (EPA)/Castle House Publications. 255p.

Análise multivariada aplicada aos resultados de análises de polipropileno reciclado

Daniela Zambelli Mezalira¹ (IC), Aline Lawisch Alves¹ (IC), Adriane de Assis Lawisch² (PQ), Cláudia Mendes Mählmann¹ (PQ), Liane Mählmann Kipper¹ (PQ), Marco Flôres Ferrão¹ (PQ)*
ferrao@unisc.br

(1) Departamento de Química e Física, (2) Departamento de Engenharia Arquitetura e Ciências Agrárias, Universidade de Santa Cruz do Sul - UNISC - RS

Palavras Chave: reciclagem, polipropileno e ACP.

Introdução

A grande quantidade de resíduos gerados diariamente têm causado grandes problemas ambientais.¹ Na busca da redução do impacto ambiental, a reciclagem de materiais plásticos tem apresentado grande importância. Além disto, a reutilização de plásticos pós-consumo tem apresentado contribuição econômica no processo produtivo.² Neste contexto, foi realizado o estudo visando a determinação da melhor proporção de mistura de plástico pós-consumo com resina virgem. Para isso, foram obtidas amostras compostas de misturas de diferentes proporções de polipropileno (PP) virgem e reciclado. Estas amostras foram caracterizadas através de ensaios físico-químicos e físico-mecânicos, sendo que após a realização destes ensaios, foi executada a Análise de Componentes Principais (ACP) utilizando o programa Pirouette® da Infometrix com a finalidade de comparar as amostras e os resultados dos ensaios, verificando assim a melhor amostra da mistura de PP virgem e reciclado.

Resultados e Discussão

A matéria prima utilizada foi a resina virgem (V) de polipropileno homopolímero H502XP da Braskem e o polipropileno pós-consumo (R) de garrafas de água mineral.³ As garrafas de água mineral foram moídas em moinho de facas, limpas e misturadas com a resina virgem. Cinco diferentes misturas foram geradas: 100%V, 100%R, 20%V80%R, 35%V65%R e 50%V50%R. Foi utilizado o processo de extrusão visando a homogeneização das amostras e preparação para a injeção dos corpos de prova, em uma extrusora SEIBT ES 25 e injetora HIMACO modelo LHS 130/400. As amostras foram caracterizadas através dos ensaios de dureza (ASTM D 2240), de índice de fluidez (ASTM D1238 método A), de tração (ASTM D 638) e de flexão (DIN 53452). Para a análise multivariada (ACP), utilizou-se os dados autoescalados como pré-processamento, com três componentes principais, acumulando 90,2% da variância. Obteve-se os gráficos das amostras (*scores*) e das variáveis (*loadings*), conforme Figuras 1 e 2.

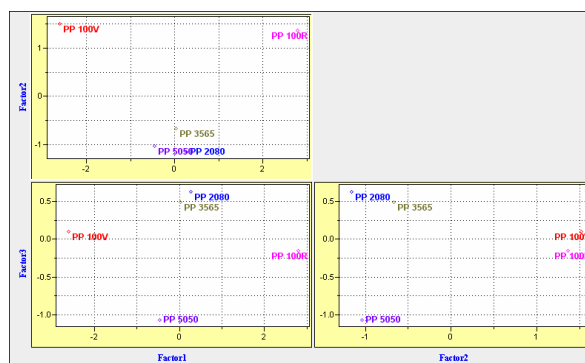


Figura 1 – Gráfico 2D das amostras-PC1, PC2 e PC3.

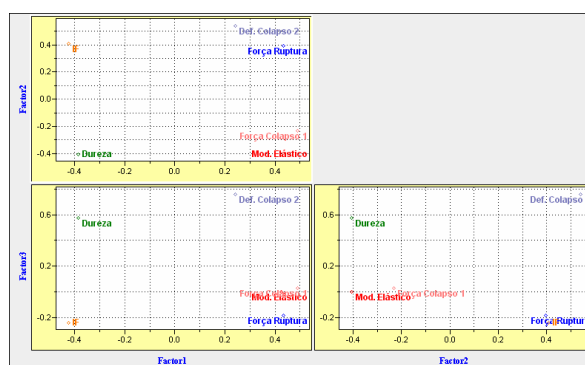


Figura 2 – Gráfico 2D das variáveis-PC1, PC2 e PC3

Conclusões

Com o processamento das misturas de PP virgem e reciclado e a realização de ensaios que as caracterizam, pode-se verificar que o PP100%R obtido puramente de garrafas de água mineral pós-consumo, relacionou-se melhor às variáveis força na ruptura e deformação no colapso 2. É, por isso, importante saber a quantidade máxima de resíduos que pode ser adicionada no primeiro processamento, sem diminuir, de forma a comprometer as propriedades do material.

Agradecimentos

UNISC, Pólo de Modernização Tecnológica do Vale do Rio Pardo, FAPERGS, CNPq.

¹ Remédio, M.V.P., Zanin, M. e Teixeira, B.A. Polímeros: Ciência e Tecnologia, **1999**, out/nov, 177.

² Manrich, S. Polímeros: Ciência e Tecnologia, **2000**, 10, 170.

³ Alves, A.L., Silveira, C., Mezalira, D.Z., Wickert, L., Jaeger, R., Mählmann, C.M., Lawisch, A.A., Kipper, L.M., Moraes, J.A., Redes, **2002**, 07, 107.

Aplicação da técnica potenciométrica para verificar o efeito salino nas interações polímero-surfactante.

Ivanise M^a Rizzatti (PG)^{1*}, Dilson R. Zanette (PQ)¹ e Dino Zanette (PQ)¹.

¹GEPEEA – Grupo de Estudos Eletroquímicos e Eletroanalíticos, Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC, 88040-900, Florianópolis, SC. niserizzatti@pop.com.br.

Palavras Chave: surfactantes, eletrodos seletivos, potenciométrica.

Introdução

Interação entre polímeros e surfactantes em solução aquosa tem sido investigadas por décadas para o entendimento do tipo de ligação que ocorre entre o surfactante e a cadeia polimérica. Técnicas clássicas como condutividade elétrica e tensiometria tem sido utilizada para verificar o efeito da adição de sal neste tipo de interação. Em nosso estudo utilizou-se eletrodo seletivo para surfactante para avaliar o efeito da força iônica do meio sobre as interações polímero-surfactante.

Resultados e Discussão

Os eletrodos de membrana seletiva para surfactante e eletrodo para brometo utilizados para monitorar o meio foram confeccionados em laboratório¹. Foram feitas medições de potencial em função da concentração molar de SDS em diferentes concentrações de NaNO₃.

Construiu-se curvas de potencial em função da concentração molar de SDS na ausência e presença de PEO 0,5%, em 0,025, 0,050, 0,075 e 0,100 mol L⁻¹ de NaNO₃. As curvas exibem dois pontos de transição, um antes da cmc, denominado cac, onde se inicia a interação dos monômeros do surfactante com a cadeia polimérica e, outro ponto, após a cmc, denominado psp, que indica a saturação da cadeia polimérica com as micelas formadas em solução, como é mostrado na figura 01.

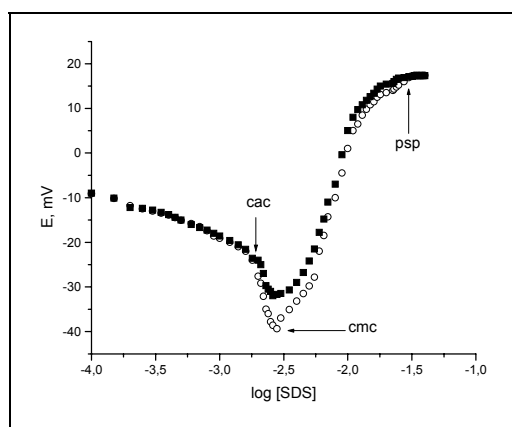


Figura 01: Diferença de potencial em função da concentração de SDS na ausência (○) e na presença (■) de 0,5% de PEO, em NaNO₃ 0,050 mol L⁻¹.

Na tabela 01 são apresentados os valores de T₁, T₂ e cmc obtidos nas diferentes concentrações de eletrólito.

Tabela 01. Valores de T₁, T₂ e cmc para as diferentes concentrações de eletrólito NaNO₃, medidos por potenciométrica a 25°C.

[NaNO ₃] mol L ⁻¹	T ₁ mol L ⁻¹	T ₂ mol L ⁻¹	cmc mol L ⁻¹
0,025	0,0023	0,0280	0,0035
0,050	0,0018	0,0300	0,0028
0,075	0,0016	0,0280	0,0026
0,100	0,0012	0,0300	0,0024

Com o aumento da força iônica verifica-se uma diminuição no valor da cmc e no valor de cac quando comparada a uma solução sem sal, enquanto que psp quase não varia. Este fato sugere que o aumento da força iônica do meio, diminui a repulsão eletrostática entre as cabeças dos monômeros (parte polar) facilitando a formação dos agregados em concentrações menores de surfactante.

Conclusões

Os valores obtidos de cac, psp e cmc nas diferentes concentrações salinas quando comparadas às técnicas clássicas de tensiometria e condutividade elétrica ficaram muito próximos, evidenciando a viabilidade da técnica potenciométrica no estudo de interações polímero-surfactante. Trata-se de uma técnica rápida e econômica, pois os eletrodos utilizados foram confeccionados em laboratório e mostraram grande eficiência quando comparados aos eletrodos comerciais e as técnicas citadas anteriormente.

Agradecimentos

CAPES/Depto de Química - UFSC

¹ Rizzatti, I. M. *et al* , 25^a Reunião Anual da SBQ. 2002.

² Froehner, S. J.; Belarmino, J.; Zanette, D. *Colloids and Surfaces* 1998, 137, 131.

Utilização de rejeitos de vidro plano para obtenção de material poroso (“Foam-Glass”) para uso como isolante térmico.

Lexandra Novaki (IC)*¹, Davi Távora de Souza Correa (IC)¹, Gisele Gonçalves (IC)¹, Helder Ricardo Marchini (IC)¹, Elias da Costa ², Christiane Phillipini Ferreira Borges (PQ)¹, Sandra Regina Masetto Antunes (PQ)¹, José Caetano Zurita da Silva (PQ)¹, e-mail: jzurita@uepg.br

1. Depto de Química –CIPP- Universidade Estadual de Ponta Grossa(UEPG);
2. Centro Interdisciplinar de Pesquisa e Pós Graduação- CIPP- LIMAC- UEPG; Av. Carlos Cavalcanti, 4748- Uvaranas- 84030-900

Palavras Chave: Rejeitos de vidro, Sinterização, Isolantes.

Introdução

A utilização de rejeitos de vidro para obtenção de produtos cerâmicos e a sua aplicação em determinadas formas de materiais tem grande importância como modo de minimizar a contaminação do meio ambiente, uma vez que é descartado junto ao depósito de resíduos sólidos ou lixo(1). Em algumas usinas de gerenciamento de resíduos já são desenvolvidas técnicas de separação dos vários tipos de resíduo (2), onde se inclui o rejeito de: vidro plano, vidro de pára-brisa e vidro fume. Neste trabalho utilizou-se pós de rejeito de vidro para o processamento e obtenção de peças porosas e de baixa densidade, na forma de blocos porosos, “Foam-glass”, para utilização como isolante térmico.

Resultados e Discussão

O processamento e obtenção de blocos cerâmicos foi realizado utilizando-se os casos de diferentes tipos de vidro selecionados previamente com relação ao tipo e cor. A seguir os cacos, no caso de vidro plano, vidro de pára-brisa e vidro fume foram triturados na forma de pós em moinho de bolas, processados na forma de blocos e em seguida caracterizados por análise química, análise termogravimétrica (TG/DTA), densidade por picnometria de Hélio, difratometria de raios X (DRX) e microscopia eletrônica varredura (MEV). Os vidros utilizados foram inicialmente caracterizados por análise química e os resultados indicam que eles são ricos em sílica (70 a 80%) e os constituintes menores são o Na₂O, CaO e boro. A partir da análise TG/DTA determinou-se a temperatura de transição vítrea = 580°C, nucleação = 650°C, e cristalização = 720°C. A partir destes valores determinou-se a T= 750°C e o tempo de 2h, para a obtenção de blocos porosos e leves. Os blocos contendo vidro+aditivos (adesivo polimérico, óxido de zircônia e carbeto de boro) apresentam densidade que varia entre: 0,35 (vidro fumê), 0,60 (vidro de pára-brisa) e 0,86 (vidro de janela) g/cm³. Na análise por MEV-EDX, figura 1, pode-se verificar

o tamanho e a morfologia do poro, de ordem de 100µm, e mostra que a estrutura apresenta poros interconectados. A análise de DRX indica presença de fases cristalinas de SiO₂, Ca₂SiO₄ e material não cristalino. Ensaio usando blocos porosos como material de revestimento de dutos metálicos foram realizados, e observou-se que ocorre aderência e formação de “foam glass” na superfície dos dutos.

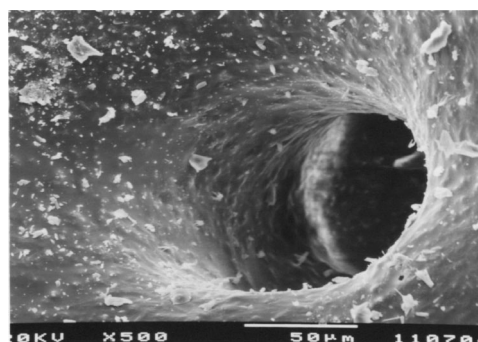


Figura 1. MEV-EDX de amostra de vidro fume sinterizado por 2h.

Conclusões

Os blocos obtidos possuem baixa densidade e porosidade uniforme. Os ensaios de revestimento de dutos metálicos indicam que ocorre boa aderência do vidro poroso e este pode atuar como isolante térmico.

Agradecimentos

Fundação Araucária, IQAr-UNESP, CAPES e CNPq.

¹Gutmann, R., *Glass tech. Ber. Glass Sci.*, **1996**, 285-289.

² Martinez, S.; Perez, J.A.; Terradas, R.; Manent, R.; Seijos, M.. *Ind. Ceram.*, **1196**, 7-10.

Comparação de lâmpadas de Xe e Hg na degradação fotocatalítica do corante azul remazol em reator de discos rotatórios

Carla da Silveira Frank (PG), Tibiriçá Vasconcelos (PG), Danielle Henriques (PG), Marcelo Wilde (IC), Ayrton F. Martins (PQ)*.

Universidade Federal de Santa Maria, Departamento de Química, 97105-900, Santa Maria - RS

*martins@quimica.ufsm.br

Palavras Chave: fotorreator de discos rotatórios, TiO_2 suportado, corante Azul remazol.

Introdução

A indústria têxtil tem sido responsável por danos ambientais decorrentes da utilização de corantes reativos, que, além de apresentarem resistência a biodegradação, podem ser causa de alterações de ciclos biológicos naturais¹. O emprego de fotocatalise heterogênea constitui importante alternativa para a degradação de poluentes recalcitrantes aos processos convencionais. O uso do semicondutor TiO_2 , além de permitir ativação pela luz solar, tem vantagens no que se refere à insolubilidade em água, estabilidade química em ampla faixa de pH, possibilidade de imobilização, baixo custo e ausência de toxicidade². Neste trabalho, compararam-se os desempenhos de lâmpada de Xe (XOP7, 720 W) e de lâmpada de Hg (Philips, 125 W), na degradação do corante azul remazol (RBBR, $\lambda_{max} = 592$ nm), mediada pelo catalisador TiO_2 suportado em discos de vidro em fotorreator rotatório (aço inox, 2000 mL, Fig. 1).

Resultados e Discussão

Os experimentos foram realizados em fotorreator provido de cinco discos rotatórios contendo 2 g de TiO_2 (Degussa P25) suportado. As lâmpadas (Xe ou Hg) foram fixadas horizontalmente (2 cm acima dos discos e 7cm acima da solução tratada), cuidando-se para manter a temperatura do sistema próximo a 40 °C (uso de ventilação).

A degradação do corante foi acompanhada através da medida da redução de cor absorcimétrica e da DQO. Variando-se as condições operacionais, tais como pH (3, 5, 7, 9) e velocidade de rotação dos discos (1, 5, 10 e 15 rpm), observou-se que as melhores condições de ensaio são: pH 3, temperatura de 40 °C, velocidade dos discos de 15 rpm, concentração de corante de 28 mg/L.

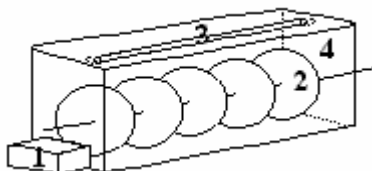


Figura 1. Fotorreator rotativo, de batelada: (1) motor; (2) discos com TiO_2 suportado; (3) lâmpada de Xe ou Hg; (4) caixa inox, 2000mL.

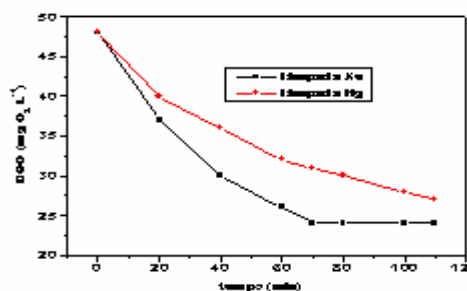


Figura 2. Decaimento da DQO na fotodegradação de RBBR em fotorreator rotativo. Condições operacionais: pH 3, 40 °C, 15 rpm e 28 mg/L de RBBR.

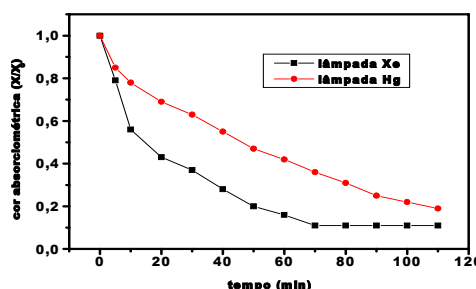


Figura 3. Decaimento da cor absorcimétrica de RBBR em fotorreator rotativo. Condições operacionais: pH 3, 40 °C, velocidade de 15 rpm e 28 mg/L de RBBR.

Conclusões

A lâmpada de Xe, na configuração adotada para o ensaio de fotodegradação em reator de discos rotatórios, mostrou-se mais eficiente, reduzindo cerca de 84 % da cor absorcimétrica e de 50 % da DQO, em 70 min. O melhor desempenho da lâmpada de Xe, porém, também pode ser atribuído à maior potência da lâmpada, o que certamente influi na velocidade da reação de degradação³.

Agradecimentos

CT-Hidro, CNPq

¹ Zümriye, A.; Dönmez, G. *Chemosphere* **2003**, 50, 1075-1083.

² Hoffmann, R. *Solids and Surfaces* **1988**, VCH Publishers.

³ Romero, M.; Blanco, J.; Sánchez, B.; Vidal, A.; Malato, S.; Cardona, A.I. e García, E. *Solar Energy* **1999**, 66, 160-182.

Perfil de ácidos graxos de suínos tratados com diferentes níveis de sementes de girassol

Walber Arantes da Silva^{1*} (IC), Ricardo Fiori Zara¹ (PG), Evilásio de Almeida Vianna Filho¹ (PG), Makoto Matsushita¹ (PQ), Jesuí Vergílio Visentainer¹ (PQ), Caio Abércio da Silva² (PQ), Nilson Evelázio de Souza¹ (OR). wasdqj@pop.com.br

¹Departamento de Química, Universidade Estadual de Maringá, Av. Colombo, 5790 Cep 87020-900

²Departamento de Zootecnia, Universidade Estadual de Londrina, CEP 86051-970

Palavras Chave: Ácidos graxos, suínos, girassol.

Introdução

O Brasil situa-se entre os 10 maiores produtores de suínos do mundo com uma produção estimada em mais de 35 milhões de cabeças. Porém existe a necessidade de melhorar a dieta do suíno produzido no Brasil. A utilização do grão inteiro de girassol na alimentação de suínos, visando a melhoria do valor nutricional da carne, não é procedimento comum, contudo, o alto nível de ácidos graxos poliinsaturados (aproximadamente 85%) no óleo provoca grande interesse, pois pode afetar de maneira benéfica a composição de ácidos graxos da carne, produzindo um alimento mais saudável.

Resultados e Discussão

As amostras utilizadas nas análises neste experimento foram provenientes de pernis de suínos tratados durante as fases de crescimento e terminação com 4 diferentes rações contendo girassol (0%, 5%, 10%, 20% de inclusão do grão). As análises de lipídios totais foram realizadas conforme BLIGH e DYER¹ (1959) e a transesterificação segundo método 5509 da ISO² (1978). Os ésteres metílicos de ácidos graxos (AG) foram analisados por cromatógrafo gasoso Shimadzu 14A, equipado com detector de ionização de chama e coluna capilar de sílica fundida. A identificação dos AG foi feita por comparação com os tempos de retenção dos padrões Sigma (EUA). Houve diferença significativa ($P < 0,05$) para carnes resultantes de animais tratados com 20% de inclusão para AGPI, AGMI e AGS, resultando em um aumento significativo para a razão AGPI/AGS, considerado um fator positivo. Em contra partida, houve também um aumento significativo da razão ácidos graxos n6/n3, considerado um fator negativo. Os resultados obtidos devem-se principalmente pelo aumento da concentração de 18:2n-6 devido ao fato da semente de girassol ser rica neste ácido graxo (cerca de 56,52 % do total de ácidos graxos).

Tabela 1. Principais ácidos graxos com diferentes níveis de suplementação na ração.

	0%	5%	10%	20%
C16:0	21,32	21,04	19,65	16,80
C16:1n-7	1,33	1,20	1,80	0,83
C18:0	10,40	11,65	9,91	9,27
C18:1n-9	45,09	45,97	44,02	39,70
C18:2n-6	17,77	15,90	21,19	29,46
AGPI	19,22	17,48	22,65	30,95
AGMI	47,07	47,81	45,55	40,95
AGS	33,69	34,71	31,60	28,10
n6	18,04	16,19	21,72	29,91
n3	1,04	1,08	0,96	0,90
AGPI/AGS	0,62	0,51	0,73	1,11
n6/n3	17,85	15,42	23,48	33,66

*AGS=ácidos graxos saturados totais; AGMI = ácidos graxos monoinsaturados totais; AGPI = ácidos graxos poliinsaturados totais; AGPI/AGS = razão ácidos graxos poliinsaturados por saturados; n6/n3=razão de ácidos graxos poliinsaturados n6 totais por n3 totais.

Conclusões

Observou-se que a adição de girassol a partir de 10% na alimentação dos suínos tem efeito benéfico no perfil de ácidos graxos.

Agradecimentos

UEM/UJEL – CNPq

¹Bligh, E. G.; Dyer, W. J. (1959). A rapid method of total lipid extraction and purification. Canadian Journal of Biochemistry and Physiology, v. 37, nº 8, p. 9111-9117.

²ISO – International Organization for Standardization (1978). Animal and Vegetable Fats and Oils – Preparation of Methyl Esters of Fatty Acids. Geneva: ISO. Method ISO 5509, p. 01-06.

Bioacumulação de Cádmi e Chumbo em Jundiá (*Rhamdia so.*)

Wilson A. Colvara* (IC) Ari da S. dos Santos (PQ), Ruth Néia T. Lessa (PQ),

wacquicol@zipmail.com.br

Palavras Chave: *Bioacumulação, Metais, Jundiá.*

Introdução

A poluição das águas por elementos-traço é um tópico de constante preocupação, devido ao papel importante que tem a água para a vida.

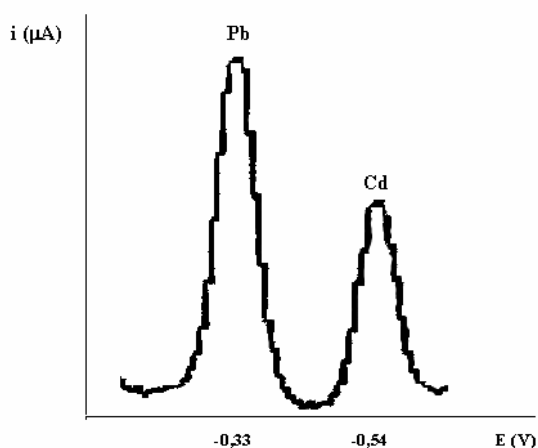
O objetivo do trabalho consistiu em realizar um bioensaio com jundiá (*Rhamdia sp.*), aclimatado em um ambiente que simule as concentrações de cádmio e chumbo, próprias de um local de despejo de efluente industrial, estando esse efluente dentro dos padrões estabelecidos pela legislação. Além disso, foi objetivo também determinar a possível bioacumulação desses metais com decorrer do tempo.

Resultados e Discussão

Os jundiás utilizados, que estavam no início da fase de crescimento, foram colocados em um aquário, com de água, em que se simulou o despejo de uma indústria que se trabalha com cádmio e chumbo, obedecendo a legislação ambiental.

As amostras foram retiradas de oito em oito dias até o vigésimo quarto dia e a água do aquário foi renovada periodicamente e analisadas a concentrações dos metais, nos peixes e na água. A análise foi feita por polarografia, sendo utilizado KCl como eletrólito suporte.

A figura a seguir motra o polarograma obtido na mesma corrida para chumbo e cádmio.



A tabela mostra os resultados da bioacumulação desses elementos no intervalo de tempo estudado.

Tempo / h	163	192	384	576
Concentração média de Pb no peixe / ppm	1,14	1,32	2,6	3,73
Concentração média de Cd no peixe / ppm	0,18	0,22	0,44	0,7

Conclusões

O jundiá quando num ambiente aquático, cujas concentrações de Cd e Pb sejam aquelas limitadas pela legislação brasileira, é capaz de acumular estes elementos nos seus órgãos e tecidos .

No intervalo de tempo estudado, a bioacumulação de Cd e Pb mostrou-se linear com o tempo, obedecendo as seguintes equações:

$$y = 0,0012x - 0,011 \quad \text{para Cd;}$$

$$y = 0,0065x + 0,0551 \quad \text{para Pb}$$

Nas quais **y** indica a bioacumulação em ppm e **x** o tempo de exposição em horas.

São necessários cuidados especiais das autoridades sanitárias com respeito aos alimentos de natureza animal, especialmente peixes, quando originários de áreas de despejo industrial que contenham ions de Cd, Pb e outros, ainda que esses despejos estejam de acordo com os limites estabelecido pela legislação.

Utilização de lodo de tratamento de esgoto e cinza volante de carvão mineral como fertilizante.

Jorge Luiz Martins¹ (PQ)*, Fernanda Novo¹ (IC), Fernanda Sanes¹ (IC), Cristiane Müller¹ (IC), Adinor J. Capellesso¹ (IC), Iara D.da Silva¹ (PQ), Ledemar C. Vahl² (PQ).

1- QuiAmb-Lab – IQG – Universidade Federal de Pelotas (UFPEL) - Cx.P. 354 96010-900, Pelotas - RS;

2-Departamento de Solos – Universidade Federal de Pelotas (UFPEL). * jmartins@ufpel.tche.br

Palavras Chave: Lodo de esgoto; cinza volante; fertilizante.

Introdução

O Lodo de Esgoto é um dos sub-produtos gerados no tratamento dos esgotos na forma sólida, com composição que pode variar em função do local de origem, da época do ano e do processo utilizado na Estação de Tratamento de Esgoto -ETE. Apresenta em sua constituição grande quantidade de nutrientes essenciais ao crescimento das plantas tais como N e P, e quantidades menores de K, Cu, Zn, Mn, B, Mo e Cl, sendo também rico em matéria orgânica, a qual exerce importantes efeitos sobre as propriedades físicas, químicas e biológicas do solo. Sua interação com cinza de carvão mineral, facilita a aplicação ao solo. Com o objetivo de avaliar a possibilidade de utilização da cinza coletada na UTPM-Candiota/RS e do lodo de esgoto coletado na ETE-Rio Grande/RS, conduziu-se um experimento em casa de vegetação, com solo Planossolo, onde foram aplicados três níveis da mistura lodo:cinza na proporção 1:1, 2:1 e 1:2 em doses correspondentes a 30, 60 e 90 t ha⁻¹, sendo nele cultivado feijão.

Resultados e Discussão

Houve um aumento significativo no rendimento de matéria seca do feijão em função das três doses da mistura, sendo que nos níveis de aplicação mais elevados (60 e 90 t ha⁻¹) o rendimento foi significativamente maior que o tratamento com adubação mineral (100 mg L⁻¹ dos adubos N - Uréia, P - SuperTriplo e K - KCl).

Também em relação a testemunha, houve um aumento significativo do pH do solo com a aplicação das doses da mistura, não observando-se variação significativa entre as doses (Tabela 1). Isto deve-se, provavelmente, ao elevado pH da cinza (11,0) e ao aumento da atividade microbiana do solo em decorrência da aplicação do lodo (cujo pH em água era de 6,4).

De todos os macronutrientes analisados no tecido de feijão (N, P, K, Ca e Mg), observa-se um aumento significativo da quantidade total extraída em função das doses da mistura e em função dos níveis de lodo. O lodo possuía níveis elevados de N e P (50,4 e 12,5 g kg⁻¹, respectivamente), o que refletiu na maior absorção pelas plantas desses elementos, além da elevação do pH do solo disponibilizando mais P para as plantas.

Conclusões

O rendimento de matéria seca de feijão aumentou com as doses da mistura e com o aumento da proporção de lodo na mesma. Houve um aumento na absorção de nutrientes pelas plantas em função das doses da mistura.

Agradecimentos

Os autores agradecem à bolsa de Iniciação Científica da FAPERGS (Processo 02517140), e ao CNPq pelo financiamento.

Tabela 1. Produção de matéria seca, pH e extração total de nutrientes pela parte aérea de feijão cultivado em vasos num solo Planossolo, influenciado pela aplicação de lodo e cinza. Média de três repetições.

Tratamentos	Doses da mistura	Matéria Seca	pH	N	P	K	Ca	Mg
	-- t ha ⁻¹ --	-- g vaso ⁻¹ --		mg extraído				
lodo : cinza								
1 : 2	30	3,57 c	5,1 a	81 bcd	4 c	69 c	42 de	15 c
1 : 2	60	6,43 ab	4,9 ab	96 bcd	13 b	119 b	89 cd	43 b
1 : 2	90	7,07 a	5,0 ab	163 ab	17 b	158 ab	107 bc	47 b
1 : 1	30	2,14 cd	4,7 b	66 cd	4 c	38 cd	30 e	13 c
1 : 1	60	7,16 a	5,0 ab	138 abc	16 b	143 ab	133 abc	52 ab
1 : 1	90	7,61 a	4,9 ab	150 abc	18 b	165 ab	149 ab	55 ab
2 : 1	30	6,88 a	5,2 a	128 abc	14 b	136 ab	118 bc	40 b
2 : 1	60	7,21 a	5,1 a	137 abc	19 b	162 ab	130 abc	50 b
2 : 1	90	8,54 a	5,1 a	197 a	30 a	184 a	172 a	68 a
Testemunha	0	0,70 d	4,6 b	15 d	1 c	12 d	4 e	2 c
Adubação N P K	0	3,98 bc	5,2 a	93 bcd	5 c	47 cd	16 e	13 c

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de 1 % de significância

Titulador automático com detecção do ponto final através de um sensor ótico

Diogo H.N. Cortezia(IC), Adilson L. Bertolo(IC), Márcio R. Milani(PQ)*

* marcmila@vetorial.net

Palavras Chave: Titulação, espectrofotometria, sensor ótico

Introdução

O uso de tituladores automáticos não é algo novo. Os tituladores mais difundidos têm seu funcionamento baseado na detecção do ponto final através de um sensor eletroquímico. Também existem diversas descrições na literatura técnica de equipamentos em que a titulação é feita por meio de análise em fluxo [1,2]. Estes últimos ficam mais restritos à pesquisa devido a complexidade dos equipamentos e das operações a serem empregadas. Considerando que uma solução corada é capaz de absorver um feixe luminoso de comprimento de onda característica e que em uma titulação o ponto final é indicado por meio da alteração de coloração da solução, então é possível usar esse conceito para construir um titulador automático.

O objetivo do estudo foi a construção de um titulador automático que localize espectrofotometricamente o ponto final e que possa ser construído com dispositivos de baixo custo.

Resultados e Discussão

Foi construído um sistema em que um feixe luminoso proveniente de um LED atravessa a solução corada e atinge um fotossensor. A variação da intensidade luminosa absorvida por um sensor ótico, decorrente da mudança de cor da solução durante a titulação, faz com que um circuito eletrônico possa interromper o fluxo de titulante. Usando um sistema assim descrito, foram feitas titulações de solução de sais de cálcio e magnésio com soluções de EDTA [3], em presença de negro de eriocromo-T.

Conclusões

Os resultados demonstraram que 20mL de solução problema, com concentração de $0,01\text{mol L}^{-1}$ dos cátions, 1mL de negro de eriocromo-T, 1mL de solução tampão pH 10 podem ser titulados por solução de EDTA a uma velocidade de 15mL min^{-1} .

Agradecimentos

FAPERGS

¹ Almeida, C.M.N.V.; Lapa, R.A.S.e Lima, J.L.F.C. *Anal. Chim. Acta.* **2000**, *407*, 213.

² Martelli, P.B.; Reis, B.F.e Korn, M. *Anal. Chim. Acta.* **1999**, *387*, 165

³ Fiorucci, A.R.; Paula,L.R.; Cavalheiro, E.T.G e Neves, E.A. *Anais Assoc. Bras. Quím.* **2002**, *51*, 74

Determinação de nitrogênio amoniacal usando medidas condutométricas.

Alex B. Machado(IC), Márcio R. Milani(PQ)*

* marcmila@vetorial.net

Palavras Chave: Nitrogênio, condutométrica, fertilizante

Introdução

Descrever os objetivos da pesquisa de forma clara e indicar a relevância científica do problema.

Em trabalho anteriormente realizado foi construído um sistema para determinar o teor de nitrogênio amoniacal presente em soluções. Sucintamente, pela ação de uma solução alcalina os íons amônio eram convertidos em amônia, que se desprendia da solução e era absorvida em água destilada. A alteração da condutividade da água, devido à absorção da amônia, pode ser relacionada com a concentração do nitrogênio da amostra inicial. A avaliação do sistema construído revelou que a determinação sofria grande influência da matriz da amostra, inviabilizando seu emprego para análise de amostras reais. O objetivo deste trabalho foi solucionar o problema descrito, construindo um novo sistema em que a solução alcalina era mantida aquecida enquanto a amônia gasosa era liberada.

Conclusões

Os resultados demonstraram que o sistema, após as alterações introduzidas, permite analisar amostras sem que seja verificado o efeito de matriz da solução padrão usada para construir a curva de calibração.

Agradecimentos

CNPq – PIBIC FURG

Resultados e Discussão

O aquecimento da solução alcalina contendo amostra causava a contaminação da solução absorvente por gotículas de álcali. Este fato foi impedido pelo uso de uma membrana de TEFLON. Deste modo, o analito pode fluir livremente através daquele polímero, ao contrário dos interferentes. Os resultados obtidos usando o novo sistema têm apontado que o efeito de matriz pouco afeta os teores encontrados. Curvas de calibração construídas pela adição de alíquotas de solução de cloreto de amônio $1,87 \cdot 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ forneceram resultados de boa qualidade analítica, ou seja, com índices de correlação superiores a 0,999. A recuperação encontrada para uma amostra de fertilizante (sulfato de amônio) variou de 92 a 101%, para quatro determinações, sendo encontrada média de 98,30%.

Substâncias húmicas em solos com adição de lodo de curtume.

*Carla M. da Rosa¹(IC); Rosa Maria V. Castilhos¹(PQ); Danilo D. Castilhos¹(PQ); E-mail: carlamrosa@bol.com.br

¹Universidade Federal de Pelotas - Departamento de Solos FAEM. Caixa postal 354, CEP 96010-900 - Pelotas-RS

Palavras Chave: *Substâncias húmicas, lodo de curtume.*

Introdução

A adição de resíduos orgânicos industriais ao solo, conciliando seu aproveitamento agrícola e disposição adequada pode causar alterações na composição da matéria orgânica, que necessitam ser estudadas. O objetivo da pesquisa foi avaliar os efeitos da adição de lodos de curtume sobre o carbono orgânico total e teor de substâncias húmicas, em um planossolo do RS.

Resultados e Discussão

O experimento foi conduzido nos Laboratórios de Química e Nutrição de Plantas do Departamento de Solos da Faculdade de Agronomia - UFPel.

Após dois anos da adição de lodos de curtume, em diferentes doses, e cultivo do solo foram coletadas amostras para determinação do carbono orgânico total (método Walkley-Black) e fracionamento químico da matéria orgânica. Tratamentos: (T1) Testemunha; (T2) Lodo do caleiro (10,2 Mg ha⁻¹); (T3) Lodo do caleiro (20,5 Mg ha⁻¹); (T4) Lodo com cromo (13,8 Mg ha⁻¹); (T5) Lodo com cromo (27,6 Mg ha⁻¹).

Para o fracionamento da matéria orgânica a 8g de solo adicionou-se 30mL de HCl 0,5N, agitou-se por 2h e centrifugou-se (15min a 2500rpm). Ao material precipitado adicionou-se 30mL de NaOH 0,5mol.L⁻¹ e procedeu-se a agitação por três horas e centrifugação (15min a 2500rpm), repedindo-se o procedimento até o sobrenadante ficar claro. Completou-se o volume dos sobrenadantes a 200mL, retirando-se uma alíquota para análise de carbono. O restante foi acidificado com HCl 0,5N até pH 2,0 para separar o ácido húmico (AH), insolúvel em pH ácido, do ácido fúlvico (AF).

O carbono das frações AF, SH e não húmica (NH) foi quantificado espectroscopicamente, medindo a absorbância a 580nm, após reação durante 4 horas a 60°C com solução ácida de dicromato de potássio 1,25N e utilizando uma curva padrão de glicose abrangendo um intervalo de 0 a 200mol.L⁻¹. O carbono do AH foi determinado por diferença entre o carbono SH e carbono AF. O carbono da humina foi também determinado por diferença entre o Carbono total e C_{SH} + C_{NH}. Nas frações AF e SH foram determinadas as absorbâncias em 465 e 665nm e calculada a razão E₄/E₆.

A adição do lodo com cromo elevou os teores de carbono total proporcionalmente à quantidade de resíduo incorporado (Tabela 1). O maior valor ocorreu no T5, representando um acréscimo de 48% em relação à testemunha, o que pode ser atribuído ao maior conteúdo de carbono adicionado e a maior relação C/N do lodo ao cromo.

Em comparação com a testemunha, a adição do lodo com cromo aumentou o teor das frações AH e HU, em até 42% e 52%, respectivamente. A adição de lodo do caleiro não alterou o teor destas frações. O teor da fração AF não aumentou pela adição dos resíduos em relação à testemunha.

O fracionamento da matéria orgânica mostrou um domínio da fração húmica (82%) em relação à contribuição das frações: ácido húmico e ácido fúlvico, que corresponderam a 11,4% e 4,6%, respectivamente, na média dos tratamentos. Os valores médios da razão E₄/E₆ foram mais elevados na fração AF (10,54) do que nas SH (5,21), indicando menor grau de condensação desta fração.

Tabela 1. Teores de carbono total e das substâncias húmicas, em solo após dois anos da aplicação de resíduos de curtume. Médias de três repetições.

Trat.	Total	AF	AH	HU	NH
----- mg.g ⁻¹ de solo -----					
T1	9,23 c	0,47 ab	1,05 b	7,51 c	0,19 a
T2	9,90 c	0,51 a	1,06 b	8,14 c	0,17 a
T3	9,70 c	0,45 b	1,17 b	7,88 c	0,18 a
T4	11,23 b	0,48 ab	1,30 ab	9,26 b	0,17 a
T5	13,66 a	0,52 a	1,50 a	11,44 a	0,20 a

Médias seguidas da mesma letra na coluna não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5%.

Conclusões

A aplicação do resíduo de curtume lodo ao cromo, aumentou o teor de matéria orgânica total e das frações ácido húmico e húmica. Os valores obtidos na razão E₄/E₆ indicam um maior grau de humificação na fração SH.

Agradecimentos

A FAPERGS pela bolsa de Iniciação Científica.

Substâncias húmicas e suas características em amostras coletadas de área de mineração de carvão em Minas do Leão, RS.

Letícia G. Ávila^{1*} (IC), Hamilton L. Centeleghe Jr.¹ (IC), Deborah Pinheiro Dick¹ (PQ)
 leticia0601@yahoo.com.br

Instituto de Química, UFRGS. Av. Bento Gonçalves, 95000, 91501-970, Porto Alegre, RS.

Palavras Chave: solos reconstruídos, infra-vermelho, recalcitrância.

Introdução

A matéria orgânica humificada do solo exerce influências marcantes nas propriedades químicas, físicas e biológicas do solo¹. O objetivo principal deste trabalho foi monitorar a qualidade de substâncias húmicas e da matéria orgânica presente em áreas de mineração de Minas do Leão, RS, através de técnicas químicas e espectroscópicas. Foram selecionadas amostras de solo natural (SN 13, camada 0-25 cm) próximo a Minas do Leão, da coluna geológica dentro da mina nas profundidades de 100 cm, (CG100), 250 cm (CG250) e de 340 cm (CG340) e dos perfis de solo reconstruídos há 2 anos (P2), em duas profundidades (1 e 2), e há 24 anos (P1) em duas profundidades (1 e 2).

Resultados e Discussão

As substâncias húmicas foram fracionadas em ácidos húmicos (AH), ácidos fúlvicos (AF) e humina (HU), segundo procedimento em Dick et al.². A análise de infravermelho FTIR (Shimadzu) de AH, AF e HU foi realizada em pastilhas de KBr e a partir dos espectros foi calculado o índice de aromaticidade (I_A)³ que relaciona as intensidades de absorção a 1620 e a 2950 cm^{-1} . A matéria orgânica das amostras foi oxidada com persulfato de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$) segundo Eusterhues et al.⁴. O teor de carbono das amostras sólidas foi determinado antes e após tratamento com persulfato por combustão seca (Shimadzu TOC 500). Os espectros de FTIR de AH, AF e HU apresentaram o mesmo padrão (Figura 1), diferindo nas intensidades de absorção das bandas. O AH_{SN13} apresentou menor valor de I_A , indicando que o ácido húmico de solo apresenta menor caráter aromático do que os AH extraídos da coluna geológica (Tabela 1).

Tabela 1: Índice de aromaticidade, I_A .

Fração húmica	AMOSTRA			
	CG 100	CG 250	CG 340	SN 13
AH	1,07	1,02	1,11	0,93
AF	1,07	1,01	1,03	1,04
HU	1,01	1,01	1,02	1,01

A amostra de solo SN13 apresentou 3,8% de $C_{\text{recalcitrante}}$, e este valor representa o valor de referência para solos sem adição de carvão (Tabela 2). Nas amostras da coluna geológica a

recalcitrância dos compostos orgânicos varia ao longo da coluna. Nos solos reconstruídos, $C_{\text{recalcitrante}}$ variou entre 6,4 a 7,8 %, indicando que parte do carbono presente herdado do carvão ainda não foi humificado.

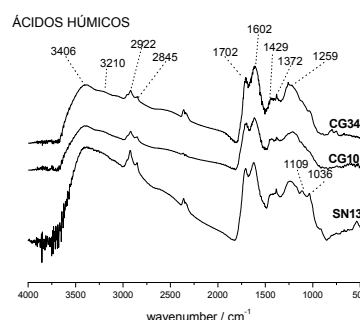


Figura 1. Espectros de FTIR de ácidos húmicos das amostras SN13, CG100 e CG 250..

Tabela 2 : Teores de carbono proporção de $C_{\text{recalcitrante}}$.

Amostra	$C_{\text{amostra}} / \text{mg g}^{-1}$	$C_{\text{persulfato}} / \text{mg g}^{-1}$	$C_{\text{recalcitrante}} / \%$
SN 13	17,6	0,66	3,8
CG 100	123,9	43,1	34,8
CG 250	18,2	1,30	6,8
CG 340	385,7	20,8	5,4
P1C1	102,9	7,97	7,8
P1C2	13,1	0,87	6,6
P2C1	14,0	0,50	6,4
P2C2	8,2	0,53	6,4

Conclusões

AH de amostras geológicas apresentaram índice de aromaticidade mais elevado do que AH de solo. O método do persulfato permitiu diferenciar a contribuição das fontes de carbono para a matéria orgânica no solo. Após 25 anos de reconstrução do solo, a proporção de matéria orgânica recalcitrante foi equivalente à da solo reconstruído há dois anos.

Agradecimentos

CNPq e FAPERGS.

¹Stevenson, F. J. *Humus Chemistry*, 2nd ed, John Wiley and Sons, New York, **1994**.

²Dick, D.P.; Gomes, J. e Rosinha, P.B. *Rev. Bras. Ci. Solo*, **1998**, 22, 603.

³Chafetz, B.; Hatcher, P.G., Hadar, Y. e Chen, Y. *J. Environ. Qual.* **1996**, 25, 776.

⁴ Eusterhues, K., Rumpel, C. e Koegel-Knabner, I. *Org. Geochem.* **2003**, in press.

Avaliação da qualidade das águas superficiais da bacia do rio das pedras que abastece a cidade de Guarapuava – PR

Eliane Sloboda (IC), Sueli Pércio Quinaia (PQ), Edgard Moreira Ganzarolli* (PQ).

Universidade Estadual do Centro-Oeste – UNICENTRO – CEDETEG

Rua Simeão Camargo Varela de Sá, 03 – Bairro Cascavel – Guarapuava – PR – 85040-080

* edgardmg@pop.com.br

Palavras Chave: água de abastecimento, poluição ambiental

Introdução

A crescente demanda por água potável está se tornando um fator preocupante em diversas regiões do planeta. Isto acontece, devido não só à limitação dos recursos hídricos disponíveis, como também devido à crescente poluição destes recursos por resíduos domésticos e industriais. No Brasil o problema não é diferente, e o monitoramento da qualidade das águas de abastecimento tem sido atitude adotada pelos órgãos governamentais. Assim sendo, a prefeitura de Guarapuava em conjunto com a SANEPAR e UNICENTRO iniciaram o monitoramento da qualidade das águas da Bacia do Rio das Pedras que abastece a cidade de Guarapuava – PR. O objetivo do presente trabalho é de apresentar os resultados parciais deste monitoramento, o qual consiste basicamente na determinação de diversos parâmetros físico-químicos das águas provenientes da Bacia do Rio das Pedras. Os parâmetros determinados são: crômio total, DQO, DBO, pH, turbidez, óleos e graxas (OG), fosfatos totais e nitrogênio amoniacal. Para isto foram definidos 36 pontos distribuídos por toda a Bacia onde foram coletadas as amostras de água. As determinações foram realizadas no Laboratório de Análise de Águas da UNICENTRO. Os resultados foram comparados com os limites estabelecidos pelo CONAMA¹ para águas da classe 3.

Resultados e Discussão

As amostras de água foram coletadas em frascos de plástico e imediatamente submetidas a refrigeração. As determinações de crômio foram realizadas por absorção atômica em chama utilizando-se o método de adição-padrão. Os demais parâmetros foram determinados usando-se os procedimentos descritos na literatura².

A tabela 1 apresenta os valores máximos e mínimos encontrados entre os 36 pontos analisados. O número entre parênteses refere-se ao ponto de coleta, sendo que alguns valores mínimos ocorreram em vários pontos (VP).

pontos parâmetro	Máximo	Mínimo	Limite Max. CONAMA
Cr total ¹	<0,5	<0,5	0,5
DQO ¹	112,8 (21)	2,8 (1)	-
DBO ¹	15,5 (18)	<0,5 (VP)	10,0
pH	7,0 (22)	6,3 (32)	6,0 – 9,0
Turbidez ²	121,0 (25)	12,1 (15)	100
ÓG ¹	38,0 (17)	VA (VP)	VA
P-total ¹	0,212 (21)	<LD (VP)	0,025
N-NH ₄ ⁺ ¹	0,302 (25)	0,066 (VP)	1,0

¹ = mg/L; ² = UNT; OG = óleos e graxas; VP = vários pontos; VA = virtualmente ausentes; <LD = abaixo do limite de detecção.

Observa-se pela tabela 1 que alguns parâmetros determinados encontram-se acima do máximo estabelecido pelo CONAMA para águas da classe 3. A elevada turbidez do ponto 25 está associada à chuva que aconteceu durante a coleta em alguns pontos. O valor de DBO ultrapassou o limite CONAMA em 3 pontos, OG em 13 pontos e o fósforo total em 20 pontos.

Conclusões

Nesta primeira série de análises pode-se observar que alguns parâmetros ultrapassaram o limite máximo estabelecido pelo CONAMA para águas da classe 3. Fósforo total e OG foram aqueles que ultrapassaram este limite em mais de 10 pontos de coleta. A presença de fósforo em excesso pode estar associada aos fertilizantes utilizados nas plantações que existem próximas aos rios da bacia.

Agradecimentos

UNICENTRO, SANEPAR e Prefeitura Municipal de Guarapuava.

¹ MINISTÉRIO DO DESENVOLVIMENTO URBANO E MEIO AMBIENTE. Conselho Nacional do Meio Ambiente – CONAMA. Resolução nº 20. Diário Oficial da União, 1986.

² Adad, J. M. T.; *Controle Químico de Qualidade*. Guanabara Dois – RJ, 1982.

Tabela 1. Parâmetros físico-químicos máximos e mínimos para os 36 pontos de coleta de água.

Determinações de oxigênio dissolvido no lago do parque municipal de Guarapuava - PR

Keila Regina Petry (IC), Fransley Morona (IC), Sueli Pércio Quinaia (PQ), Edgard Moreira Ganzarolli* (PQ).

Universidade Estadual do Centro-Oeste – UNICENTRO – CEDETEG

Rua Simeão Camargo Varela de Sá, 03 – Bairro Cascavel – Guarapuava – PR – 85040-080

* edgardmg@pop.com.br

Palavras Chave: oxigênio dissolvido, eutrofização, poluição ambiental

Introdução

Durante muito tempo, o Lago do Parque Municipal de Guarapuava – PR recebeu diversos efluentes provenientes principalmente de esgoto doméstico e águas pluviais. Esta situação mudou há cerca de 5 anos, graças a obras realizadas pela Prefeitura Municipal de Guarapuava. O resultado mais visível desta atitude, foi a redução significativa do excesso de algas formadas por eutrofização¹. Além disto, a proibição da pesca no lago, permitiu uma maior proliferação de peixes, anfíbios e aves. O objetivo do presente trabalho, foi de avaliar a variação do teor de oxigênio dissolvido (OD) na superfície do lago em relação ao ciclo diário de 24 horas. As determinações de OD foram realizadas utilizando-se a metodologia de Winkler modificada². As amostras foram coletadas em diferentes horários do ciclo de 24 horas e analisadas imediatamente após a coleta. Parâmetros climáticos de temperatura da água, pressão atmosférica e agitação da água foram anotados com o objetivo de estabelecer correlações com os teores de OD encontrados.

Resultados e Discussão

As determinações de OD foram realizadas pelo método iodométrico de Winkler modificado, seguindo-se o procedimento padrão². As amostras foram coletadas em frascos para OD de 300 mL e analisadas imediatamente após a coleta. As amostragens foram realizadas no horário de luminosidade máxima, início e final de períodos diurno e noturno. Os horários escolhidos foram: 5:30 h, 8:00 h, 14:00 h 18:00 h e 19:30 h. As amostras foram coletadas na superfície do lago, sendo este procedimento realizado durante 2 ciclos de 24 horas consecutivos. A tabela 1 abaixo apresenta os resultados obtidos.

Tabela 1. resultados de OD para ciclo de 24 h

Horários de coleta	5:30	8:00	14:00	18:00	19:30
OD (mg/L)*	10,1	10,8	12,4	12,5	11,7

* limite de confiança = $\pm 0,1$ mg/L O₂

Os resultados apresentados na Tabela 1 demonstram que o teor de OD segue um comportamento característico para ecossistemas aquáticos em equilíbrio. A crescente elevação do OD a partir do início do período diurno indica atividade fotossintética de algas verdes. A redução gradativa do OD durante o período noturno deve-se ao processo respiratório dos animais aquáticos e algas. A temperatura da água apresentou variação muito pequena durante os dois períodos de coleta, tendo variado entre 18,0 e 18,5 °C. O mesmo aconteceu com a pressão atmosférica, a qual permaneceu entre 681 e 683 mmHg. A agitação da água devido à presença de ventos variou entre baixa e média, contudo, não foram observadas variações significativas no OD associadas a este parâmetro.

Conclusões

A redução da carga de efluentes domésticos responsável pela elevada concentração de nutrientes no lago apresentou resultado benéfico para o ecossistema aquático. Isto provocou a redução na população de algas, possibilitando o desenvolvimento de todos os representantes da cadeia alimentar. A variação nos teores de OD com o ciclo de 24 horas indicou indiretamente este equilíbrio estabelecido entre espécies produtoras, como as algas verdes, e espécies consumidoras, tanto primárias como secundárias. Em uma etapa seguinte do trabalho, pretende-se determinar os teores de OD nas camadas mais profundas do lago.

Agradecimentos

À Universidade Estadual do Centro-Oeste - UNICENTRO pelo uso do Laboratório de Análises de Águas.

¹ Manahan, S. E. *Environmental Chemistry*. Lewis Publisher, 5ª edition, 1991.

² Rand, M. C.; Greenberg, A. E.; Taras, M. J. *Standard methods for the examination of water and wastewater*. APHA, Washington, 14ª edition, 1976.

A potenciometria e a condutometria como métodos eletroquímicos na determinação de ácido fosfórico em refrigerantes à base de cola

Ana Lúcia B. Rohlfs¹ (PQ), *Fabiane R. Bartz¹ (IC), Luiza Lux Lock¹ (IC), Ricardo S. Schwab¹ (IC).
fabib@unisc.br

1- Departamento de Química e Física da Universidade de Santa Cruz do Sul – RS.

Palavras Chave: Eletroquímica, refrigerantes.

Introdução

Os aditivos químicos são utilizados na indústria alimentícia como resultado dos meios de produção, processamento, acondicionamento e/ou armazenamento. Em bebidas não alcoólicas gaseificadas, à base de cola, um aditivo muito importante é o ácido fosfórico, que intensifica o sabor ácido, melhorando o efeito dos conservantes e desfavorecendo o crescimento microbiano.

No Brasil, que ocupa o terceiro maior lugar como país consumidor de refrigerantes do mundo, a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) delimitou o teor máximo de ácido fosfórico em bebidas não alcoólicas à base de cola em 0,07g/100mL - Resolução 389/99. Neste sentido, torna-se cada vez mais importante a avaliação dos métodos analíticos utilizados no controle da quantidade de aditivos químicos presentes nestas bebidas, dando maior segurança a quem adquire este produto.

Sendo assim, este trabalho teve por finalidade comparar os métodos eletroquímicos (potenciometria e condutometria) na determinação de ácido fosfórico em amostras de refrigerantes à base de cola.

Resultados e Discussão

Através de titulações potenciométricas e condutométricas, quantificou-se o ácido fosfórico presente em amostras de refrigerantes à base de cola, titulando-se alíquotas de 100mL, desgaseificadas no ultrassom, com 50mL de solução padrão de hidróxido de amônio 0,1mol.L⁻¹, registrando os valores de pH e condutividade, respectivamente, a cada adição de 0,5mL do titulante.

Para o método potenciométrico, onde utilizou-se uma célula potenciométrica com eletrodo de vidro, prescreveu-se, em gráficos, os dados de volume (mL) do titulante vs. pH da amostra. Já no método condutométrico, utilizando-se célula condutométrica com eletrodo de platina, obteve-se os resultados em gráficos de volume (mL) do titulante vs. condutividade da solução, conforme gráficos representados nas Figuras 1 e 2:

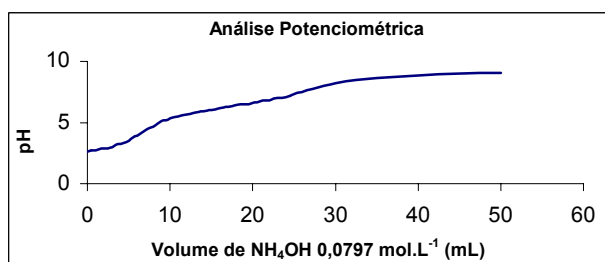


Figura 1: Análise potenciométrica de ácido fosfórico em refrigerante tipo cola.

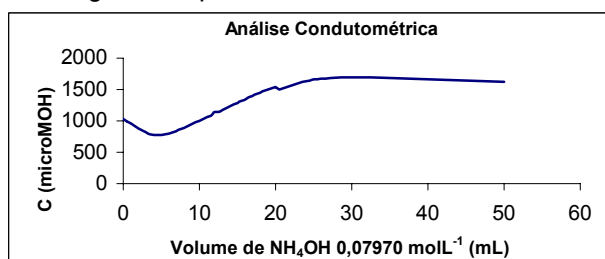


Figura 2: Análise condutométrica de ácido fosfórico em refrigerante tipo cola.

A partir da análise dos gráficos, obteve-se um teor de ácido fosfórico de 0,108g/100mL \pm 0,022 para o método potenciométrico. Através da condutometria identificou-se 0,095g/100mL \pm 0,009. O desvio analítico entre as duas técnicas foi de 0,92%.

Conclusões

Dentre as técnicas analisadas, a condutometria apresentou melhor reprodutibilidade na determinação de ácido fosfórico em bebidas não alcoólicas gaseificadas à base de cola, embora a potenciometria também demonstrou ser uma técnica segura. O desvio padrão entre as metodologias aplicadas foi pequeno, o que assegurou os resultados obtidos quanto à presença de um valor superior, ao permitido pela Legislação Nacional, de ácido fosfórico nas amostras de refrigerantes analisadas.

¹ Pickering, W. F. *Química analítica moderna*. Espanha: Editora Reverté, 1976. 688p.

² Skoog, D. A.; WEST, D. N. *Fundamentos de química analítica*. Barcelona: Editora Reverté, 1976. 915p.

³ Walton, H. F. *Princípios y métodos de analisis químico*. 2ed. México: Editora Reverté Mexicana, 1970. 525p.

⁴ Harris, C. D. *Análise química quantitativa*. 5ed. Rio de Janeiro: Editora LTC, 2001. 862p.

O poliestireno como material de colunas de *Clean-up* para a quantificação de herbicidas do tipo tiotriazinas em soluções de diálise

Paulo C. do Nascimento¹ (PQ), Ana Lúcia B. Rohlfes² (PQ), *Daniela Dal Molin² (IC), Fabiane R. Bartz² (IC), Sandro P. da Cunha² (IC). albecker@unisc.br

1- Instituto de Química – Universidade Federal de Santa Maria – RS.

2- Departamento de Química e Física da Universidade de Santa Cruz do Sul – RS.

Palavras Chave: herbicidas, *clean-up*, poliestireno

Introdução

Os herbicidas tiotriazínicos, como a ametrina, desmetrina, prometrina e terbutrina, são largamente utilizados no plantio de uma grande variedade de culturas. Estes herbicidas, por apresentarem persistência, podem ser encontrados como contaminantes de solos e mananciais de água. Pacientes com insuficiência renal, em tratamento dialítico, dependem da qualidade da água utilizada no processo de hemodiálise, uma vez que os contaminantes, como os herbicidas, podem atravessar as membranas de diálise, se estas não formarem uma barreira eficiente evitando a difusão. Informações analíticas sobre a difusão dos herbicidas através de membranas de diálise e sua relação com o risco de intoxicações crônicas dos pacientes são praticamente inexistentes no Brasil e tornam-se relevantes num estado de forte produção agrícola, como o Rio Grande do Sul. Assim, metodologias analíticas para a quantificação destes herbicidas na presença de sais de diálise são necessárias.

Os herbicidas em estudo, em soluções aquosas, são determinados por HPLC, com coluna cromatográfica C₁₈, fase móvel ACN/H₂O (60:40) e detecção em 222nm. No entanto, a determinação na presença de sais de diálise necessita de uma etapa de *clean-up*, uma vez que os sais interferem nos sinais cromatográficos dos herbicidas.

Deste modo, utilizando o poliestireno (PS) como fase estacionária da coluna, foi realizado um estudo no sentido de otimizar as condições de *clean-up* na quantificação destes herbicidas tiotriazínicos, em soluções de diálise. Foram levadas em consideração as variáveis massa de PS, velocidade de fluxo, concentração de acetonitrila (ACN) na fase móvel, volume de fase móvel e diâmetro da coluna.

Resultados e Discussão

As colunas de *clean-up* de diâmetros variados foram preparadas com diferentes massas de PS, por onde 50mL de soluções padrão 100µg L⁻¹ dos herbicidas tiotriazínicos - ametrina, desmetrina, terbutrina e prometrina - foram passados com auxílio de bomba peristáltica. A adsorção dos herbicidas no material polimérico foi acompanhada através da obtenção do espectro de absorção do herbicida antes e após o

contato com a coluna de *clean-up*. Observou-se que colunas com diâmetros maiores não se mostraram tão efetivas no processo de adsorção, uma vez que não mostraram um decréscimo considerável no pico de adsorção do herbicida, indicando que provavelmente com diâmetros maiores ocorra a formação de um caminho preferencial, diminuindo a eficiência do processo.

Soluções de ACN/H₂O em diferentes proporções e volumes foram utilizadas como fase móvel a fim de promover a extração dos herbicidas adsorvidos nas colunas de PS. A passagem de 3 mL de uma solução de ACN/H₂O (40:60) apresentou bons resultados para a extração dos herbicidas, promovendo o *clean-up* e, também, uma pré-concentração dos analitos.

Ainda, verificou-se que a vazão de fluxo nas etapas de adsorção e extração dos herbicidas interfere diretamente, pois uma diminuição de absorção de radiação eletromagnética (222nm) é observada quando do aumento da velocidade da bomba peristáltica no momento de sua extração da coluna pela fase móvel.

Conclusões

Confirmou-se a eficiência do PS como fase estacionária no processo de *clean-up*, bem como a importância no controle da velocidade do fluxo nos processos de adsorção e extração dos herbicidas. Dentre os parâmetros estudados pode-se dizer que existe uma relação direta entre a massa de PS e a concentração do analito a ser submetido ao *clean-up*. Quanto a utilização da ACN na fase móvel, observou-se que a mesma é efetiva no sentido de extrair os herbicidas adsorvidos no PS, tendo como fator limitante o teor percentual máximo de 40% na solução.

Agradecimentos

UFSM - UNISC - PUIC UNISC - PUIC VOLUNTÁRIO UNISC

¹ Pinto, G.M.F. e Jardim, I.C.S.F. *Journal of Chromatography A*. **2000**, 869, 463-469.

² Dopico G, M.S. et alli. *Talanta*. **2003**, 59, 561-569.

Caracterização analítica de efluente do processo parboilização do arroz na constituição de meio nutriente bacteriano.

Mônica V. Cardozo (IC)^{1*}, Michele Coral (IC)¹, Dile P. Stremel¹(PQ), Fabrício S. da Silva¹(IC)

Rua José Acácio Moreira, 787 Dehon CEP 88704-900, Tubarão Santa Catarina

*monicaeqm@hotmail.com

Palavras Chave: meio de cultura, fermentação submersa, micro nutrientes

Introdução

Arroz parboilizado é aquele que submetido a um tratamento com água e calor, resulta num produto de maior valor nutricional. Isto ocorre através de banho de imersão em água a 60°C por 8 horas³. Após o processo, o efluente é descartado diretamente ao sistema de esgotos e posteriormente é lançado em rios e lagoas, sendo que uma parte dos micro nutrientes da casca vão para a água após o processo. Quanto ao efeito da temperatura, sabe-se que a concentração de oxigênio dissolvido em um manancial diminui com a elevação da temperatura. O efluente, ao ser rejeitado do processo ($\pm 60^\circ\text{C}$), ocasiona dano a vida aquática³. De acordo com estas afirmações, tornam-se necessários e de grande importância, formulações de projetos que visem utilizações deste efluente. O potencial do efluente de parboilização do arroz como fonte de micro e macro nutrientes tendo como objetivo a utilização do mesmo como meio de cultura em fermentações de interesse é uma forma alternativa de reaproveitamento do mesmo. Estes micro e macro nutrientes proporcionam a formulação de um meio de cultura de baixo custo e de grande eficiência, sendo requeridos como cofatores para atividades enzimáticas auxiliando na produção de metabólitos secundários¹ a partir da fermentação do *Bacillus subtilis*, que em concentrações aproximadas de $1,0 \times 10^9$ ufc/mL sintetiza proteína antifúngica².

Resultados e Discussão

Foi coletado o efluente residuário dos tanques de maceração de arroz da empresa Copagro (Cooperativa Agroindustrial de Tubarão) e, posteriormente armazenado em recipientes de polipropileno a $5^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$. A análise do efluente teve como parâmetros de análise: pH, DQO, íons metálicos; cloretos, sulfatos e fosfatos. Este apresentou predominância de potássio e sódio, que são nutrientes de extrema importância, pois auxiliam positivamente a execução das rotas metabólicas de desenvolvimento do microorganismo. As concentrações dos metais e outros íons essenciais (tab. 1-2) devem ser maiores que 10^{-4} M, com exceção do Zinco, Cobre e Selênio que devem ter concentrações menores que 10^{-4} M para um bom meio de crescimento microbiano¹. Através de processo fermentativo com *Bacillus subtilis*-PR29, utilizando o efluente de parboilização como matriz

principal de meio nutriente de cultura obteve-se resultado satisfatório de $6,0 \times 10^8$ ufc/mL após 24 horas de processo.

Tabela 1. Concentração média dos íons metálicos analisados na amostra.

Parâmetros	Resultado	Valor Teórico desejado
Sódio	$1,97 \cdot 10^{-3}$ M	$> 10^{-4}$ M
Magnésio	$3,5 \cdot 10^{-3}$ M	$> 10^{-4}$ M
Cobre	$1,05 \cdot 10^{-6}$ M	$< 10^{-4}$ M
Zinco	$1,0 \cdot 10^{-5}$ M	$< 10^{-4}$ M
Potássio	$1,80 \cdot 10^{-2}$ M	$> 10^{-4}$ M
Ferro	$3,96 \cdot 10^{-9}$ M	$> 10^{-4}$ M
Cálcio	$1,35 \cdot 10^{-3}$ M	$> 10^{-4}$ M
Selênio	Não Detectado	$< 10^{-4}$ M

Tabela 2. Concentração média dos ânions analisados, pH e DQO na amostra.

Parâmetros	Resultado	Valor Teórico des.
Sulfato	$8,75 \cdot 10^{-4}$ M	$> 10^{-4}$ M
Carbonato	Não Detectado	$> 10^{-4}$ M
Cloreto	$9,8 \cdot 10^{-4}$ M	$> 10^{-4}$ M
Fósfato	$4,1 \cdot 10^{-6}$ M	$> 10^{-4}$ M
pH	6,57	7
DQO	2.531mg/L	-----

Obs.: Macronutrientes são aqueles cuja concentração desejada é maior que 10^{-4} M e micronutrientes, desejada menor que 10^{-4} M

Conclusões

O efluente demonstrou um bom desempenho como meio de cultura confirmado através de contagens de microorganismos. Além de um aproveitamento de um resíduo industrial, o efluente caracteriza-se como meio rico em micro nutrientes e com um custo baixo em relação aos meios sintéticos industriais utilizados em tais procedimentos.

Agradecimentos

Agradecimentos ao Engepro, ao Centro Tecnológico (CENTEC) e ao Curso de Engenharia Química da Unisul.

¹ Gottschalk, G. *Bacterial Metabolism*, Springer-Verlag 1998, p.2-4.

² Vidaurre, T. C. Stremel, D. P. *Efeitos do oxigênio dissolvido na produção de Bioinseticidas bacterianos*. II- SLACA. Simposium Latino-americano de Ciências de alimentos. UNICAMP/Campinas 1999.

³ <http://www.fanut.ufg.br/arroz.shtml>

Estudo da reutilização de efluente têxtil tratado com processo Fenton no beneficiamento de algodão

Tamara Fernanda Gonçalves (IC), Edésio Luis Simionatto (PQ), Jürgen Andreus (PQ)*

Departamento de Química, FURB-Universidade Regional de Blumenau, Blumenau, Brasil, e-mail: jandr@furb.br.

Palavras Chave: Processo Fenton, Reutilização de efluente, beneficiamento de algodão

Introdução

Em vista da cobrança hídrica a reutilização de efluentes significa numa indústria de beneficiamento têxtil, além do atendimento aos leis ambientais, uma economia de gastos, considerando que em média são consumidos 150 litros água/kg de tecido de malha beneficiada^{1,2}.

Neste trabalho estudou-se a reutilização de um efluente têxtil tratado com o reagente de Fenton no beneficiamento de algodão. A combinação de H₂O₂ com sal ferroso é conhecida como Reativo de Fenton, que gera radicais hidroxilas:



O tratamento de efluentes com o processo fenton se mostrou altamente efetivo para descoloração de efluentes e resulta em degradação da matéria orgânica contaminante, redução de toxicidade, melhoria na degradabilidade, remoção de cor e odor e remoção de DBO e DQO³.

Resultados e Discussão

Um efluente têxtil de origem industrial (Hering, S.A., Blumenau) foi tratado pelo processo fenton e submetido à análise quantitativa do teor de cloreto, sulfato, ferro total, H₂O₂ residual e DQO e comparado com água industrial, usado em processos de beneficiamento (figura 1).

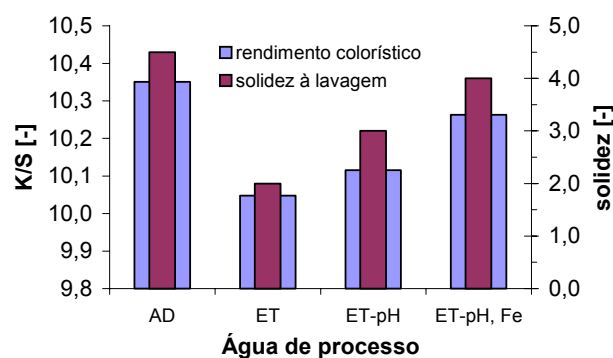
Tabela 1. Comparação de uma água industrial usado para processos de beneficiamento e o efluente tratado com o reagente Fenton.

	Água industrial	Efluente tratado
pH	7,1	2,8
Cloreto (mg/L)	160	864
Sulfato (mg/L)	4,9 10 ⁻⁵	5,6 10 ⁻⁵
H ₂ O ₂ (mg/L)	3,4 10 ⁻⁶	1,3 10 ⁻⁴
DQO (mg/L)	10	227
Fe total (mg/L)	1,7 10 ⁻³	3,3

O efluente tratado com o reagente Fenton (ET) foi usado no beneficiamento de um tecido de malha de algodão crú 100% em três etapas: Purga/Alvejamento/Tingimento. Para fins comparativos foram testadas todas as possíveis combinações entre três tipos de água: água destilada, água industrial e ET para estas três etapas.

Na purga (NaOH 1 g/L, umectante 2g/L, relação de banho 1:20, 30 min, 95°C) e no alvejamento (1,4g/L H₂O₂ 50%, 0,5g/L umectante, 1,0g/L sequestrante,

3,0g/L NaOH, RB 1:20, 30 min, 95°C) com utilização do ET obteve-se um tratamento desuniforme (manchamento) e um grau de branco (Grau de Berger) inferior aos resultados com água destilada e água industrial. A prévia neutralização do pH e a remoção de ferro por precipitação com NaOH do efluente tratado melhoraram significativamente o grau de branco e a uniformidade dos tratamentos. Nos tingimentos dos tecidos purgados e alvejados com 0,5% e 2% de corante C.I. Reactive Red 120 o baixo pH inicial do efluente tratado resultou em baixa fixação do corante. Com a correção do pH e a precipitação de ferro obteve-se resultados satisfatórios em termos de rendimento colorístico e solidez.



AD = Purga (P), alvejamento (A) e tingimento (T) com água destilada

ET = P, A e T com efluente tratado com reagente Fenton

ET-pH = P, A e T com ET após ajuste de pH para 7

ET-pH, Fe = P, A e T com ET após precipitar o ferro e ajuste de pH para 7

Figura 1. Rendimento colorístico (K/S) e solidez à lavagem de tecidos tintos com C.I. Reactive Red 120 utilizando efluente tratado com reagente Fenton.

Conclusões

Os resultados obtidos demonstram que a reutilização de efluente têxtil tratado com reagente Fenton em processos de purga, alvejamento e tingimento é possível, porém somente após correção do pH e redução do teor de ferro.

Agradecimentos

(FURB, Rafael Evaristo, Cia Hering e Malhas Soft)

¹UYGUR, A., *Color Technol.*, **2001**, 117, 111

²HASSAN, MD.M., HAWKYARD, C., *Color. Technol.*, **2002**, 118, 104

³UYGUR, A., *JSDC*, **1997**, 113, 211

Modelo de reator anaeróbio de leito fluidizado visando o tratamento de efluente simulado das indústrias de laticínio.

Fernanda Bay (PG)*, Edson Marques Reis (TC), Jorge Nozaki (PQ)

Universidade Estadual de Maringá – UEM Departamento de Química
Avenida Colombo, 5790 CEP 87020-900 Zona 07· Maringá - Paraná
e-mail: fernandabay@yahoo.com.br

Palavras Chave: efluente, tratamento anaeróbio, laticínio

Introdução

O lançamento de resíduos industriais diretamente nos corpos receptores aquáticos sem tratamento prévio é hoje em dia uma prática muito comum, sendo responsável pela poluição ambiental destes.

Os processos biológicos para tratamento de efluentes são uma grande alternativa no sentido de tratar os resíduos biodegradáveis gerados pelas indústrias.

O objetivo deste trabalho é apresentar um estudo sobre a aclimação de microorganismos atuantes para a degradação biológica do efluente sintético da indústria de laticínios numa ampla faixa de concentração para um posterior estudo da eficiência de remoção de DQO com biofilmes em suportes diferentes.

Resultados e Discussão

O estudo foi realizado em reator tipo batelada, com biomassa decantada. Os testes foram realizados a temperatura ambiente variando de 15 a 25°C. Acompanhando-se o crescimento dos microorganismos e a variação da concentração do substrato (efluente a ser tratado) em medidas de DQO (demanda química de oxigênio), com diferentes concentrações iniciais deste.

As características dos constituintes do efluente simulado encontram-se nas Tabelas 1 e 2.

Tabela 01: Constituição do efluente empregado

Constituinte	Concentração (mg.L ⁻¹)	Procedência
Leite integral	19500	Lider
Nitrogênio.	14	Merck
Fosfato	7	Merck

Tabela 02: Variação da concentração do Efluente

Constituinte	Concentração	Concentração
	0,5X (mg.L ⁻¹)	2X (mg.L ⁻¹)
Leite inegral	9750	39000
Nitrogênio	7	28
Fosfato	3,5	14

Foram retiradas alíquotas no intervalo de 24 horas cada, para medida da DQO solúvel e pH. As análises foram realizadas em triplicata.

Abaixo temos a Figura 1, que mostra a variação da DQO com o passar do tempo.

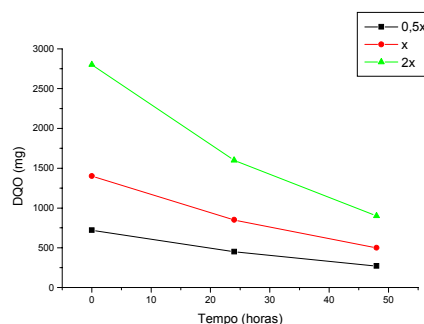


Figura 01: Variação da DQO com o tempo.

A análise dos resultados permite observar que o processo de tratamento biológico em reator de leito fluidizado apresenta-se como uma boa alternativa aos processos convencionais, com eficiência de remoção de DQO.

Conclusões

A performance do processo para a remoção de DQO obteve em média uma eficiência de 63,5%, uma vez que este procedimento foi para a aclimação das bactérias.

Agradecimentos

À UEM e CAPES.

¹ Orhon, D.; Gorgon, E.; Germirli, F.; Artan, N.; *Wat. Res.*, **1993** Vol 27, nº 4, 625

² Vidal, G.; Carvalho, A.; Méndez, R.; Lema, J. M.; *Bioresource Technology*, **2000**, 74, 231

³ Sharma, J.; Singh, R.; *Bioresource Technology*, 2001, 79, 203

Reaproveitamento do óxido de ferro em compósitos poliméricos

Francielen Kuball Silva (IC)*, Maria Ana Pignatelli Marcon Martins (PQ), Hércules Nunes de Araújo (PQ), Mariluci Inácio Alexandre (IC), Ismael Pedro Bortoluzzi (PQ). fkuball@ac.unisul.br

CENTEC, NÚCLEO DE RECICLADOS, Pró Reitoria Acadêmico, UNISUL, CP 370, Tubarão, SC, 88704-900

Palavras-chaves: óxido de ferro, polietileno

Introdução

A grande solução para os resíduos sólidos é aquela que prevê a máxima redução da quantidade de resíduos na fonte geradora. Quando os resíduos não podem ser evitados, deverão ser reciclados por reutilização ou recuperação.

A utilização mais intensiva dos resíduos gerados pela extração das camadas do carvão (resíduos finos, água contaminada, resíduos brutos) poderia gerar uma série de negócios para indústrias.

O óxido de ferro obtido a partir do rejeito do carvão é utilizado como pigmento, também chamados elementos de cobertura, esses são partículas finas cuja finalidade é imprimir certas propriedades, como a cor, a opacidade, durabilidade.

Os pigmentos coloridos são substâncias que se comportam de uma forma seletiva aos estímulos luminosos, refletindo ou absorvendo comprimentos de ondas específicos, podendo ter origem natural ou sintética. Os pigmentos naturais são substâncias que podem ser caracterizadas por apresentarem coloração com relativa opacidade, insolúveis nos diversos tipos de resinas usadas em diversas tecnologias.

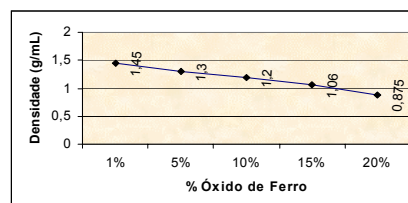
O propósito deste trabalho foi preparar compósitos de polietileno de baixa densidade linear com óxido de ferro obtido através dos rejeitos de carvão.

Resultados e Discussão

Foram preparados compósitos de polietileno de baixa densidade linear, utilizando como pigmento e carga o óxido de ferro. Esses compósitos foram preparados por processo de extrusão à uma temperatura de 190°C e posteriormente prensadas com uma força de 10 toneladas. As composições utilizadas foram de 1, 5, 10, 15 e 20% de óxido de ferro, cuja granulometria foi a de 0,25mm – peneira 60 mesh,

Com o material obtido foram feitas algumas análises físico-químicas como densidade, umidade. Não ocorreu variação na umidade, a medida que foi adicionado ao polímero o óxido de ferro, a densidade diminuiu.

Foram feitos testes como o de intemperismo à 50°C e deformação de área onde este material não apresentou mudanças.



polimérico X percentagem de óxido de ferro

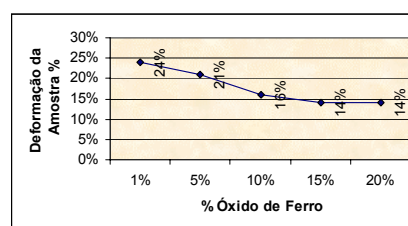


Gráfico 2 – Demonstra a deformação do material polimérico X percentagem de óxido de ferro

Conclusões

O óxido de ferro adicionado ao polímero apresentou boa agregação até 15%. Sua coloração não alterou após a extrusão onde observou-se que este material tanto pode ser adicionado como carga quanto pigmento.

Várias aplicações estão previstas para estes compósitos, como peças a serem usadas na construção civil.

Agradecimentos

Agradecemos a Universidade do Sul de Santa Catarina - Unisul

¹ Saratópolis, Claire I. G. L. Embalagens Plásticas Flexíveis: principais polímeros e avaliação de propriedades. **2002**, 267.

² Albuquerque, Jorge Artur C. O Plástico na prática: manual de aplicação dirigido a pessoal envolvido em manutenção, projetos, nacionalização e compras. **1990**, 275.



Análise de paracetamol em amostras de soro por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE).

Eder M. Ramos ⁽¹⁾ (IC)*, Margaret Grando ⁽¹⁾ (PQ), Theodoro M. Wagner ⁽¹⁾ (PQ), Angelo Ruzza ⁽¹⁾ (PQ).

(1) Universidade da Região de Joinville – UNIVILLE Campus Universitário s/n Caixa Postal 246 – Cep 89201-972. edermr@hotmail.com – grandom@matrix.com.br

Palavras Chave: paracetamol, soro, CLAE.

Introdução

As intoxicações por paracetamol ou acetaminofen vêm apresentando um crescimento acelerado, devido a disponibilidade do medicamento, popularização e acesso.

A dosagem de paracetamol no sangue possui relevância na determinação do prognóstico e conduta do caso. A decisão de se administrar o antídoto específico será tomada com segurança, baseado no valor encontrado e avaliado através do nomograma de Rumack-Matthew.

A utilização de métodos analíticos precisos e específicos é primordial para quantificar o paracetamol no sangue. A cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) pode ser empregada nestes casos, por sua alta confiabilidade e especificidade dos resultados.

O presente estudo tem por objetivo identificar e quantificar o medicamento paracetamol em amostras de soro humano, empregando cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE).

Resultados e Discussão

As amostras foram coletadas de pacientes com provável intoxicação por paracetamol. O sangue foi coletado e centrifugado para a obtenção do soro (a coleta deve ser efetuada entre 4 a 20 horas após a ingestão).

Foram adicionados ao soro 1,5mL de ácido acético : acetonitrila (95:5), agitado em um mixer por 30 segundos e após centrifugado por 10 minutos. Foi retirado cerca de 1mL do sobrenadante para injeção em cromatógrafo.

O sistema empregado consistiu de uma coluna RP-18 (Merck), utilizando como fase móvel ácido acético: acetonitrila (95:5), num fluxo de 1,2mL/min, o volume de injeção da amostra foi 10µL, utilizando um detector UV-Vis e as amostras foram detectadas num comprimento de onda de 243nm. A curva de calibração com padronização externa foi elaborada com padrões de paracetamol cedido pelo Instituto Nacional de Controle de Qualidade de Saúde (INCQS).

Os resultados mostraram que dos oito casos prováveis de intoxicação por paracetamol, sete

casos apresentaram ingestão de paracetamol, com valores entre 0,29µg/mL a 41,12µg/mL.

Conclusões

A técnica empregada é eficiente e o método por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) consegue resultados com alta precisão, porém o custo do equipamento e a necessidade de mão de obra especializada propiciam a aplicação da técnica apenas aos grandes centros clínicos. Assim, é interessante avaliar uma técnica mais simples como, por exemplo, espectrofotometria de UV-Vis.

A vantagem da cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) é a redução das etapas no preparo da amostra, diminuindo possíveis erros analíticos.

Agradecimentos

¹ Filho, Adebald de Andrade; Campolina, Délio; Dias, Mariana Borges. *Toxicologia na prática clínica*. Belo Horizonte : Folium, 2001, 253-256.

² USP 24 – NF19 : U.S. pharmacopeia & national formulary. Philadelphia : The united states pharmacopeial convention, Inc., 2000, 17-18.

Determinação de dopamina usando um biossensor contendo enzima peroxidase de tecido vegetal

Inês Rosane Zwirtes (PG)*, Iolanda da Cruz Vieira (PQ)

inesrz1@yahoo.com.br

Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, CEP 88040-900, Florianópolis – SC, Brasil.

Palavras Chave: Biossensor, extrato bruto de vegetal, pasta de carbono, enzima.

Introdução

A dopamina é um neurotransmissor do sistema nervoso central. É utilizado para estimular o coração (tratamento de choque) em casos de insuficiência cardíaca, o qual pode ser causada por infarto do miocárdio.¹

Um biossensor pode ser definido como um sensor que utiliza material biológico (enzimas, tecido animal ou vegetal, células, entre outros) conectado a um transdutor, o qual converte um sinal biológico em sinal elétrico. Imobiliza-se o material biológico em pasta de carbono ou em membrana, que é acoplada junto à superfície do transdutor, o qual monitorará o desaparecimento de algum reagente ou aparecimento de algum produto da reação do material biológico com o substrato de interesse².

No presente trabalho, estudou-se inicialmente a condições de obtenção do extrato bruto de manga (*mangifera indica linn*), como pH e agentes protetores. Posteriormente, foi determinando a atividade, proteína total e atividade específica do extrato bruto enzimático através de medidas espectrofotométricas. Em seguida, construiu-se um eletrodo de pasta de carbono modificado com extrato bruto do vegetal, fonte de enzima peroxidase e determinou-se dopamina em produtos farmacêuticos. Os resultados foram obtidos através de medidas ciclovoltagemétricas, utilizando um Potenciostato/Galvanostato.

Resultados e Discussão

Foi selecionado o extrato bruto de manga para construção e aplicação do biossensor de pasta de carbono por possuir alta atividade específica. A enzima peroxidase na presença do peróxido de hidrogênio catalisa a oxidação da dopamina a dopaminaquinona que é reduzida eletroquimicamente à dopamina em potencial de $E_{pc} = -0,18V$. As medidas voltamétricas foram feitas no intervalo de potencial de +0,7 a -0,4 V. O melhor desempenho desse biossensor foi obtido na composição de grafite:Nujol 75:24 % m/m e 1400 unidades peroxidase/mg de proteína (1%), pH 7,0 e peróxido de hidrogênio $2,0 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$. Esse procedimento apresentou linearidade no intervalo de concentração de dopamina de $6,2 \times 10^{-5}$ a $8,9 \times 10^{-3}$

mol L^{-1} ($I_{pc} = 1,75 + 2,10 \times 10^4 [\text{dopamina}]$; $r = 0,9997$) e limite de detecção $3,0 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$.

O resultado obtido no estudo de adição e recuperação de dopamina em ampola contendo cloridrato de dopamina, variou de 97,9 a 102,0 %, mostrando assim que o procedimento analítico proposto não sofre interferência da matriz dessa amostra.

A Tabela 1 apresenta uma comparação entre teores de dopamina obtidos pelo procedimento proposto e o método padrão da Farmacopéia.³

Tabela 1. Determinação de dopamina em produtos farmacêuticos.

Amostra	Dopamina (mg mL^{-1})		
	Farmacopéia	Biossensor	Erro (%)
A	$49,8 \pm 0,1$	$49,0 \pm 0,1$	-1,6
B	$49,6 \pm 0,1$	$48,2 \pm 0,1$	-2,8
C	$49,5 \pm 0,1$	$50,4 \pm 0,1$	+1,8

* n=6, limite de confiança 95 %.

Os teores de dopamina encontrados estão em concordância com aqueles obtidos no método padrão.

Conclusões

O eletrodo de pasta de carbono modificado com extrato bruto de manga para determinação de dopamina em produto farmacêutico desenvolvido neste trabalho possui várias vantagens como baixo custo, facilidade de construção, alta estabilidade e tempo de vida superior aos biossensores usando enzima purificada. A metodologia proposta é simples e poderá ser uma alternativa aos métodos cromatográficos desse fármaco.

Agradecimentos

Agradecimento: CAPES, CNPq e UFSC.

¹ Silva, P.; Farmacologia; Guanabara Koogan; Rio de Janeiro-RJ, 1994; p. 1322.

² Vieira, I. C.; Lupetti, K. O.; Fatibello-Filho, O.; *Anal. Lett.* 2002, **35**, 2221.

³ US Pharmacopeial Convention, INC: United States Pharmacopéia – The National Formulary XXXIII, Twinbrook parkway: Rockville, 1995.

Estudo de extração da enzima polifenol oxidase de tecido vegetal

Rita Maria de Sousa Rodrigues (IC)*, Inês Rosane Zwirtes (PG), Iolanda da Cruz Vieira (PQ)

*ritarodrig@ig.com.br

Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, CEP 88040-900, Florianópolis – SC, Brasil.

Palavras Chave: extrato bruto de vegetal, enzima, polifenol oxidase.

Introdução

As enzimas são na sua grande maioria proteínas, que catalisam com grande eficiência as reações biológicas. Em virtude da alta seletividade e poder catalítico, as enzimas vêm sendo muito empregadas em química analítica, bem como na medicina, agricultura, tecnologia de alimentos e estudos ambientais.¹

A tirosinase é também conhecida como polifenol oxidase (PFO). Essa enzima é responsável pelo escurecimento enzimático de muitos vegetais e frutas quando cortados e expostos ao ar.¹

No presente trabalho, foram selecionados diferentes tecidos vegetais e determinou-se a atividade, proteína total e atividade específica. Após seleção do vegetal, otimizou-se o melhor pH de extração, temperatura e pH de atividade. Os resultados foram obtidos através de medidas espectrofotométricas e a proteína total foi determinada pelo método de Biureto².

Resultados e Discussão

Foram determinados a atividade, proteína total e atividade específica da polifenol oxidase presente nos extratos brutos de alguns vegetais como: alcachofra (*Cynara scolymus* L.), batata salsa (*Arracacia xanthorrhiza* banchoft), fruta do conde (*Annoma squamosa*), gengibre (*Zingiber officinales* Rosc), goiaba (*Psidium guajava*), milho verde (*Zea mays*), mandioca (*Manihot utilissima*), nabo amarelo (*Brassica rupa*) e couve rábano (*Brassica oleracea*), usando como substrato o catecol 0,05 mol L⁻¹ em tampão fosfato 0,1 mol L⁻¹ (pH 7).

A PFO catalisa na presença de oxigênio molecular, a oxidação do catecol a o-quinona que absorve no comprimento de onda igual a 420 nm, como mostra a Figura 1.²

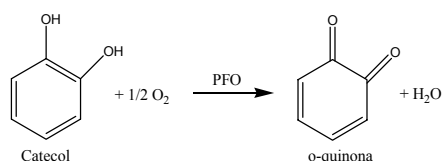


Figura 1- Reação de oxidação catalítica do catecol.

A Tabela 1 mostra os valores de atividade, proteína total e atividade específica encontrados nesses

vegetais. A fruta do conde (*Annoma squamosa*) foi selecionada para os demais estudos por apresentar maior atividade específica.

Tabela 1. Atividade, proteína total e atividade específica da polifenol oxidase em diversos vegetais

Tecido vegetal	Atividade (U ml ⁻¹)	Proteína total (mg mL ⁻¹)	Atd esp. (U mg ⁻¹)
Mandioca	162	0,452	358
Goiaba	405	0,202	2004
Milho	2235	0,670	3335
Batata salsa	1190	0,250	4760
Gengibre	1700	0,332	5120
Couve rábano	1050	0,171	6140
Nabo amarelo	1090	0,117	9316
Alcachofra	14715	1,523	9662
Fruta do conde	8190	0,372	22016

* U= unidades, Atd esp.= atividade específica, n=3.

Estudou-se o efeito do pH de 4,0 a 10,0 sobre a absorbância do produto formado (o-quinona) na reação enzimática. A maior atividade enzimática foi obtida em pH de extração 7,0.

Investigou-se o efeito da temperatura de 22 a 70°C sobre a resposta espectrofotométrica da PFO e o substrato catecol, a maior atividade foi obtida em 40°C.

Estudo de diferentes ativadores e inibidores da enzima PFO da fruta do conde estão sendo investigados e após otimização, o extrato bruto será usado para construção de biossensor e aplicação em amostra de interesse ambiental.

Conclusões

O estudo realizado com extrato bruto da Fruta do conde apresentou maior atividade específica entre os demais vegetais estudados. Portanto, esse material biológico pode constituir uma alternativa adicional para o desenvolvimento de biossensores.

Agradecimentos

Agradecimentos: UFSC, CAPES e CNPq.

¹Dixon, M.; Webb, E. C.; *Enzymes*; Academic Press; New York, 1979.

²Vieira, I. C.; Uso analítico de tecidos e de extratos brutos de vegetais como fonte enzimática, *Quim Nova*, v.25(3), 455-464, 2002.

Estudo preliminar de compostos orgânicos nitrogenados em efluentes líquidos de frigoríficos por extração em fase sólida

Marcelo Mignoni (IC), Sibeles B.C. Pergher (PQ), Irajá do Nascimento Filho (PQ)*

Departamento de Química, URI – campus de Erechim, Av. Sete de Setembro, 1621, CEP: 99700-000, Erechim – RS, fone 54-520-9000, ramal 9133, e-mail: iraja@uri.com.br
palavras-chave: compostos orgânicos, frigoríficos, SPE

Introdução

Os efluentes líquidos de frigoríficos apresentam uma grande variedade de compostos orgânicos, normalmente em baixas concentrações. Porém uma boa parte destes compostos é classificada como carcinogênica e mutagênica, mesmo a nível de traços. A principal preocupação, com relação à presença de compostos nitrogenados em matrizes ambientais é que alguns deles são tóxicos e de difícil degradação por microorganismos aquáticos e do solo. Como exemplos podem ser citadas as N-benzenosulfonamidas, suspeitas de ação carcinogênica em humanos e guanidina que pode induzir carcinomas e nódulos em ratos. Brown and Donnelly demonstraram que alguns compostos orgânicos nitrogenados podem causar injúria permanente ou até mesmo a morte. Por outro lado, é sabido que os efluentes líquidos de frigoríficos são usados como fertilizantes “naturais” em pequenas propriedades rurais. Desta forma, os contaminantes orgânicos podem contaminar o solo, as plantas e as águas superficiais e subterrâneas. Sendo assim, o principal objetivo deste trabalho foi a comparação de duas fases estacionárias (resina polimérica XAD-4TM e zeólita NaX com tamanho de partícula igual a 3mm de diâmetro) para a retenção preferencial de compostos orgânicos nitrogenados presentes em efluentes líquidos de frigoríficos, através de Extração em Fase Sólida (SPE). Os eluentes utilizados foram n-hexano e tolueno. A análise instrumental foi realizada por Cromatografia a gás com detecção por Espectrometria de Massas (GC/MSD). Os compostos majoritários foram identificados pela biblioteca do sistema GC/MSD.

Resultados e Discussão

Extração com a zeólita NaX (eluente tolueno)

A distribuição das principais classes de compostos orgânicos extraídos foi a seguinte: nitrogenados: 3%, sulfurados: 0,5% e oxigenados: 2,0%.

Extração com a zeólita NaX (eluente n-hexano)

A distribuição das classes de compostos foi a seguinte: clorados: 1%, nitrogenados: 4,5%, oxigenados: 2,5%.

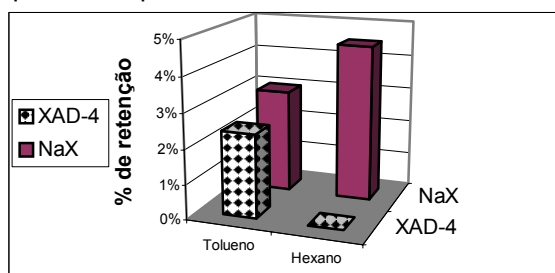
O peracetoximetil benzeno foi o composto com maior área percentual (2,64%) nas amostras extraídas com a zeólita NaX, sendo o eluente o tolueno. Por outro lado o dimetil-oxo-pirizol foi o composto com maior área percentual (1,11%) nas amostras extraídas com a zeólita NaX, sendo o eluente o n-hexano.

Extração com a resina XAD-4TM (eluente tolueno)

A distribuição das classes de compostos foi a seguinte: hidrocarbonetos: 43,58%; oxigenados: 9,66%, sulfurados: 3,24% e nitrogenados: 2,30%. O benzeno foi o hidrocarboneto extraído em maior quantidade (42,02%).

Extração com a resina XAD-4TM (eluente hexano)

O cromatograma desta fração não apresentou picos apreciáveis para análise



Conclusões

Como conclusões parciais pode-se dizer que a zeólita NaX apresenta indícios de retenção seletiva para compostos nitrogenados, sendo o solvente o tolueno, quando comparada com a resina polimérica XAD-4TM. As próximas etapas deste trabalho serão a extração de amostras marcadas com misturas de padrões, para verificar os efeitos de matriz sobre o rendimento de extração e a preparação de zeólitas NaX com menor tamanho de partícula. Também serão testadas outras fases estacionárias comerciais que serão comparadas com a zeólita NaX, com relação à extração seletiva de compostos nitrogenados.

Agradecimentos

-Marcelo L. Mignoni agradece ao CNPq pela bolsa IC.

-Agradecemos a COTREL pelas amostras de efluentes.

BIBLIOGRAFIA

Encyclopedia of Chemical Technology, third edition, John Wiley & Sons, New York, 1978.

<http://ftp-server.niehs.nih.gov>, acessada em novembro de 2002.

Brown K.W.; Donnelly, K.C.; *Hazardous waste & hazardous materials*, 1988, 5,1.

Determinação de íons cobre, chumbo e zinco, por técnicas voltamétricas de redissolução, em águas costeiras da Ilha de Santa Catarina.

Ligia Catarina Mello (PG)^{2*}, Alessandro Claudino¹ (PG), Ivanise Maria Rizzatti (PG)¹ e Dilson Roque Zanette (PQ)¹

¹ GEPEEA – Grupo de Estudos Eletroquímicos e Eletroanalíticos, Departamento de Química

² Colégio de Aplicação, Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC, 88040-900, Florianópolis, SC

ligiacatarina.mello@bol.com.br

Palavras Chave: *Técnicas de Redissolução, metais traço, águas costeiras.*

Introdução

A manutenção da qualidade das águas costeiras na Região da Grande Florianópolis é de fundamental importância, considerando o desenvolvimento das atividades pesqueiras e de maricultura nestes ambientes. A avaliação do teor de metais traço em águas naturais requer a utilização de técnicas sensíveis e reprodutíveis. No presente trabalho foram utilizadas técnicas voltamétricas de redissolução para determinar concentrações de íons de metal Cu^{2+} , Pb^{2+} e Zn^{2+} em amostras sintéticas e em águas costeiras, por Voltametria de Redissolução Anódica de Pulso Diferencial (DPASV) e Voltametria de Redissolução Catódica Adsorviva de Pulso Diferencial (DPACSV).

Resultados e Discussão

A instrumentação constou de potenciostato PAR-263A, equipado com célula voltamétrica composta por eletrodos de trabalho de filme de mercúrio depositado *ex situ* ou de eletrodo de mercúrio de gota pendente, eletrodo de referência de Ag/AgCl (KCl saturado) e contra-eletrodo de fio de platina.

Efetou-se a validação das técnicas, através de análise de uma amostra de água de mar costeira certificada (CASS-4) e aplicação da técnica de enriquecimento e recuperação a uma amostra de água costeira, previamente analisada. Na tabela 01, são apresentados os resultados obtidos para a validação das técnicas. Na etapa de amostragem, foram coletadas amostras de águas costeiras de superfície, em 14 pontos localizados na Baía Sul, Ilha de Santa Catarina. O procedimento de pré-tratamento envolveu filtração das amostras naturais em um sistema constituído com membrana de acetato de celulose (porosidade 0,45 μm), acidificação a pH 2,0 com HCl destilado isotermicamente e irradiação em fonte de ultravioleta durante 4 horas.

A determinação da concentração de metal total para Pb^{2+} e Zn^{2+} (pH 2,0) foi realizada por DPASV e do Cu^{2+} utilizando-se DPACSV. As avaliações de Cu^{2+} de águas naturais foram efetuadas em concentração 20 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de 8-hidroxiquinoleína e tampão amoniacal pH 9,0. Valores de concentração

inferiores foram obtidos para Pb^{2+} (3 a 15 nmol L^{-1}) e Zn^{2+} (1 a 7 nmol L^{-1}), enquanto que para Cu^{2+} os teores foram maiores (8 a 78 nmol L^{-1}). Adicionalmente, a especiação de Cu^{2+} em amostra localizada na Ponta dos Corais, Baía Norte, evidenciou 65% para a fração lábil e 35% para a fração inerte, respectivamente.

Tabela 01. Concentração de metais traço em material certificado.

Metal	Valor Certificado (nmol L^{-1})	Resultados Experimentais (nmol L^{-1})
Chumbo	$(4,72 \pm 1,73) \times 10^{-2}$	*
Zinco	$5,83 \pm 0,87$	5,85
Cobre	$9,32 \pm 0,86$	10,3

* Validação através da técnica de enriquecimento e recuperação.

Conclusões

Os resultados apresentados na tabela 01 evidenciam e asseguram a confiabilidade das técnicas e das metodologias empregadas nos procedimentos experimentais deste estudo.

Os valores de concentração superiores obtidos para Cu^{2+} , em relação aos demais íons analisados, indicaram provável contaminação devido ao uso de embarcações cujo revestimento é feito com tintas à base de cobre.

Agradecimentos

Depto de Química -UFSC

1 Ornella, A.; Aceto, M.; Gioia, C.L.; Sarzanini, C.; Mentasti, E.; *Adv. Environ. Res.* **2001**, 6, 29.

2 Tang, D.; Wrannen, W.K.; Santschi, P.H.; *Mar. Chem.* **2002**, 78, 29.

3 Vasconcelos, M.T.S.D.; Leal, M.F.; *Anal. Chem. Acta* **1996**, 333, 97.

Construção de eletrodos de membrana líquida e eletrodos para brometo, estudo e aplicação dos mesmos em sistemas surfactantes.

Ivanise M^a Rizzatti (PG)^{1*}, Lígia C. Mello (PG)², Alessandro Claudino (PG)¹, Rodolfo L. Bortolluzi¹ (PG) e Dilson R. Zanette (PQ)¹

¹GEPEEA – Grupo de Estudos Eletroquímicos e Eletroanalíticos, Departamento de Química. niserizzatti@pop.com.br.

²Colégio de Aplicação, Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC, 88040-900, Florianópolis, SC.

Palavras Chave: brometo, eletrodos seletivos..

Introdução

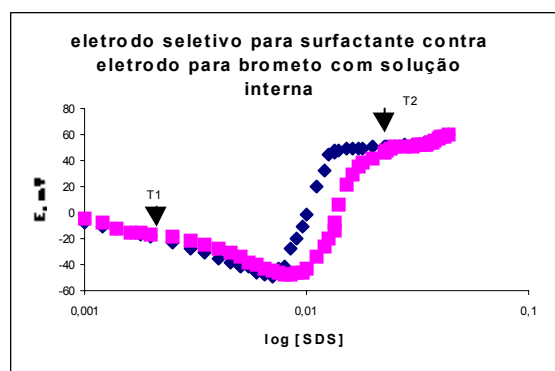
Nas últimas décadas, com a finalidade de se melhorar ou inibir algumas propriedades dos surfactantes, tem crescido o uso de sistemas formados por mistura de polímeros hidrossolúveis não iônicos e surfactantes. Para este estudo utilizou-se eletrodos para brometo e eletrodos seletivos de membrana para surfactante. Os resultados obtidos nos eletrodos construídos foram confrontados aos obtidos pelo eletrodo comercial para brometo da marca Cole-Parmer modelo 27502-04 e eletrodo comercial para surfactante da Cole-Parmer modelo 27502-45.

Resultados e Discussão

Os sensores utilizados para eletrodos para brometo são misturas de sulfeto de prata e brometo de prata, preparados segundo o processo descrito por Lima e Machado¹. O sólido foi triturado e as pastilhas prensadas a aproximadamente 25-30 Pascal, em prensa hidráulica. A quantidade de material utilizado nas pastilhas foi de 0,25g na proporção de 2:1 de AgBr/Ag₂S, respectivamente. As pastilhas foram coladas em tubos de vidro com aproximadamente 10 cm de altura e 10 mm de diâmetro. Construiu-se eletrodo para brometo com solução interna, o qual contém um fio de prata recoberto com brometo, imerso em solução 10⁻² mol/L de NaBr. O eletrodo foi testado em solução aquosa na ausência e presença de eletrólito (KNO₃ 0,1 mol/L), nas concentrações de 10⁻⁶ – 10⁻¹ mol/L, em brometo e os dados obtidos comparados com eletrodo comercial da marca Cole-Parmer mod. 27502-04.

A membrana seletiva para surfactantes foi preparada segundo Jones². Após a dissolução, deixou-se evaporar o THF, e as membranas foram cortadas e coladas a um tubo de vidro com as mesmas dimensões descritas anteriormente. O eletrodo de membrana contém um fio de prata recoberto com brometo de prata imerso em solução 10⁻² mol/L NaCl e 10⁻² mol/L em SDS. Os experimentos titulométricos foram realizados a 25°C na presença de solução 10⁻⁴ mol/L de NaBr.

A figura 01 apresenta o gráfico do potencial em função da concentração de SDS, na ausência (♦) e presença de PEO 0,5% (■), massa média 10.000.



No gráfico observa-se dois pontos de transição, o primeiro ponto de transição, T1 (cac), representa a concentração onde se inicia a interação polímero-surfactante, e o segundo ponto, T2 (psp), representa a concentração, na qual ocorre a saturação do polímero.

A seguir, a tabela 01, apresenta os valores de T1, T2 e cmc para os eletrodos.

Eletrodo de membrana para surfactante contra	T ₁	T ₂	cmc
Eletrodo comercial para brometo	0,0014	0,023	0,0075
Eletrodo 0,25g AgBr/Ag ₂ S (2:1) com solução interna	0,0016	0,024	0,0070

Conclusões

Os resultados apresentados na tabela 1 mostraram que o eletrodo seletivo para brometo têm respostas similares aos do eletrodo seletivo comercial. Sendo os valores de T₁, T₂ e cmc semelhantes aos valores encontrados na literatura², pelo método de tensão superficial.

Agradecimentos

CAPES/Depto de Química-UFSC.

¹ Lima, J. L. F. da C. e Machado, A. A. S. C. *Ver. Port. Quím.* **1979**, *21*, 153.

² Jones, M. N., *The Interaction of Sodium Dodecyl Sulfate with Polyethylene Oxide*, *J. Coll. Interf. Sci.*, **23**, 36, 1967.

Determinação físico-química do teor dos macronutrientes (N, P, K, Ca e Mg) da argila de Candiota.

Letícia Sias da Fonseca^{1*} (PG), Ruth Néia T. Lessa¹ (PQ). le.sias@ibest.com.

1. Universidade Federal de Pelotas (UFPeL).

Palavras Chave: argila, Candiota, macronutrientes.

Introdução

A “argila de Candiota” é uma denominação de cunho genérico, atribuída aos argilitos que se encontram da mina de Candiota – RS. Origina-se da deposição de siltes em pântanos antigos onde se desenvolveram as camadas de carvão com as quais ela está intercalada. Por esse motivo ela é denominada de “coal leds” ou “coal mensures”. Essa grande reserva de argila é constituída de espessuras variáveis de 1,50 a 1,80m na camada superior e 0.50 a 0.80m na camada inferior, ocupando um volume total estimado em 157 milhões de metros cúbicos, segundo a Companhia Riograndense de Mineração (CRM). As argilas pertencem ao grupo dos argilominerais constituído de silicatos hidratados de alumínio, ferro e magnésio. Junto com estes elementos básicos vêm sílica, alumina, mica, ferro, cálcio, magnésio, matéria orgânica e etc. A determinação dos teores dos seus constituintes é muito importante na identificação das argilas e na previsão da viabilidade de seu emprego em diferentes ramos industriais¹. Portanto, o objetivo do presente trabalho foi determinar o teor dos seus macronutrientes: nitrogênio total, fósforo, potássio, cálcio e magnésio em amostras de argila de Candiota em diferentes granulometrias.

Resultados e Discussões

As amostras de argila de Candiota foram coletadas a 1,5m de profundidade, após foram moídas e separadas conforme a granulometria, obtendo-se 3 diferentes amostras: A-1 – 0,125mm, A-2 – 0,225mm e A-3 - >0,225mm. As amostras foram submetidas a análises físico-químicas segundo Tedesco (1995), utilizando-se espectrofotometria de absorção atômica, espectrofotometria de chama, espectrofotometria visível e titulometria, conforme fluxograma da figura 01. Os resultados encontrados para os teores dos macronutrientes das amostras analisadas estão expostos na tabela a seguir:

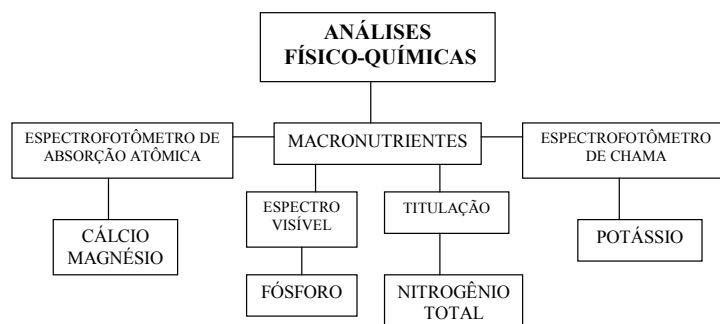


Figura 01. Fluxograma das análises físico-químicas.

Tabela 01. Resultados dos teores N total (%), P(mgdm⁻³), K (mgdm⁻³), Ca (cmol_cdm⁻³) e Mg (cmol_cdm⁻³).

	N	Ca	Mg	P	K
A-1	0,0342	12,199	7,905	2,73	105,656
A-2	0,0304	12,19	8,635	3,25	153,682
A-3	0,0356	11,428	8,138	3,58	148,345

Os valores encontrados para os teores de cálcio e magnésio estão acima dos valores considerados normais, que são até 12 cmol_cdm⁻³ para o cálcio e até 6 cmol_cdm⁻³ para o magnésio¹.

Conclusões

Concluiu-se que os resultados apresentaram valores normais para os teores de nitrogênio total, potássio e fósforo, porém os valores encontrados para cálcio e magnésio estão acima do normal segundo a literatura.

¹ Tedesco, M.J.; Análise de Solo, Plantas e outros matérias. 1995, 6-31.

² Kiehl, E.J.; Manual de Edafologia.. 1979, 62-85.

Utilização de argilas para purificação de ésteres metílicos de ácidos graxos de óleo de soja (Biodiesel)

Marlus Krugel (IC)¹, Maria da Graça Nascimento (*PQ)², *Pedro Ramos da Costa Neto (PQ)¹
pedrorcn@cefetpr.br

(1)Depto de Química e Biologia-CEFET/PR. Av. Sete de Setembro, 3165 CEP 88230-901, Curitiba Pr. (2) Depto de Química –UFSC, Florianópolis-SC.

Palavras Chave: Argilas, biodiesel, transesterificação.

Introdução

A purificação de ésteres alquílicos de ácidos graxos de óleos vegetais (biodiesel), utilizando lavagens com água para remoção de impurezas (glicerina livre, sabões, catalisador etc), é um procedimento comum, mas apresenta o inconveniente posterior da remoção de traços de água emulsificada. Uma alternativa para amenizar este problema é realizar a purificação a seco, onde alumina ativada pode ser usada para esta finalidade¹. Neste trabalho foi comparado os resultados da purificação de biodiesel metílico de óleo de soja, lavado com água e filtrado em argilas (bauxita, atapulgita e bentonita), através da determinação de materiais insaponificáveis e insolúveis em éter etílico.

Resultados e Discussão

Os ésteres metílicos foram preparados por transesterificação em meio básico, usando óleos de soja refinado, degomado e usado em frituras. A porcentagem de conversão dos óleos em ésteres, foi estimada por RMN ¹H (200 MHz) e pelos teores de glicerina total, livre e combinada, através da Norma AOCS Ca 14-56², tendo-se verificado resultados quantitativos. Após a reação de transesterificação, a glicerina foi separada por decantação e o volume de ésteres divididos em duas partes. Uma delas foi submetida a três sucessivas lavagens com solução de NaCl à 10%, foi separado a camada aquosa e os ésteres foram secos com CaCl₂ anidro. A outra porção foi dividida em três partes e filtradas separadamente em colunas contendo argilas ativadas (bauxita e atapulgita) e bentonita não ativada, cujas características físicas e químicas são mostradas na tabela 1.

Tabela 1. Características físicas e químicas das argilas bauxita, atapulgita e bentonita.

argilas	voláteis 900°C (%)	pH	dens. (g/cm ³)	gran. (mesh)	Al ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)
bauxita	7,90	7,45	2,14	20x40	78,00	8,14
atapulgita	15,25	7,24	1,96	20x40	11,71	66,21
bentonita	11,03	6,28	1,85	20x40	----	----

A determinação dos materiais insaponificáveis e insolúveis em éter, foi realizada nos óleos antes da transesterificação e nos ésteres, antes e depois de

purificados pelos dois procedimentos e (água e argilas), segundo Normas Analíticas para óleos orduras³.

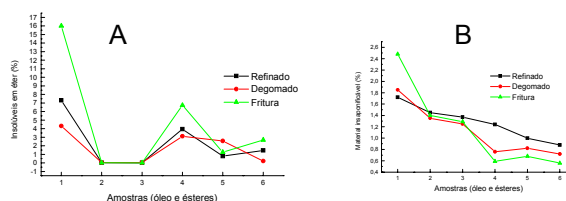


Figura 1. Resultados da determinação de materiais insolúveis em éter etílico (A) e insaponificáveis (B), realizadas nos óleos puros (1), nos ésteres impuros (2), nos ésteres purificados com água (3) e nos ésteres purificados respectivamente com bauxita, atapulgita e bentonita (4, 5 e 6).

verificou-se que os materiais insolúveis em éter encontrados nos óleos puros, praticamente desapareceram após a reação de transesterificação, possivelmente foram removidos com a glicerina. Mas, na purificação com as argilas observou-se um aumento destas impurezas, principalmente com a bauxita, demonstrando contaminação destas por parte das argilas Figura 1 (A). Por outro lado, a remoção dos materiais insaponificáveis foi mais eficiente com as argilas do que com a água, tendo-se obtido o melhor resultado com a bentonita não ativada, Figura 1 (B).

Conclusões

Conclui-se que a purificação de ésteres metílicos de ácidos graxos com sucessivas lavagens com água e com argilas, não agregou nada na remoção dos materiais insolúveis em éter. Entretanto, as argilas foram mais eficiente do que a água na remoção dos materiais insaponificáveis.

Agradecimentos

CEFET/PR, UFSC e CNPq

- YATES, R. A. and CALDWELL, J. D. *J. Am. Oil Chem. Soc.* V. 70; n. 5; 507 – 511; 1993.
- CANAKCI, M. GERPEN, J. V. *Transactions of the American Society of Agricultural Engineers*, v. 42, p. 1203-1210, 1999.
- São Paulo. Instituto Adolfo Lutz. *Normas Analíticas*. São Paulo, 1976, 371 p.

Foto-remediação e monitoramento de efluente líquido proveniente do refino de petróleo.

Paulo R. da Silva (IC), Rafael Tarozo (PG) rafaelt@universiabrasil.net, Sônia N. Nomi (IC), Magda E. T. da Cunha (PG), M. Cristina Solci (PQ), M. Josefa S. Yabe (PQ), Carmen L. B. Guedes (PQ) carmen@uel.br

Universidade Estadual de Londrina - Departamento de Química - Caixa Postal 6001 - Londrina - PR - CEP86051-990

Palavras Chave: fluorescência, fotodegradação, aromáticos.

Introdução

Compostos orgânicos tóxicos, presentes entre os contaminantes do efluente líquido de refinarias de petróleo, preocupam os órgãos reguladores de controle ambiental. Processos fotoquímicos são importantes em países tropicais, onde a luz solar reduz o tempo de permanência dos poluentes no ambiente¹. Aromáticos ou derivados não são biodegradados, daí a necessidade de desenvolver tecnologia para tratamento de efluentes industriais.

Resultados e Discussão

O efluente líquido do refino de petróleo foi tratado com luz solar e lâmpada fluorescente. Os efeitos das irradiações sobre as amostras foram monitorados através da determinação de amônia, DQO e espectroscopia de fluorescência. Foi determinado $7,92 \times 10^{-4}$ mol L⁻¹ de amônia no efluente; $9,02 \times 10^{-6}$ mol L⁻¹ na amostra irradiada 10h sob lâmpada fluorescente; e não foi encontrada amônia no efluente irradiado sob luz solar. A redução ou desaparecimento da amônia pode ter ocorrido devido à volatilização e/ou degradação. Na amostra irradiada 10h sob luz solar, houve redução significativa na DQO em relação à amostra bruta do efluente (Tabela 1), devido ao consumo de matéria orgânica via processos envolvendo luz solar.

Tabela 1 – Demanda química de oxigênio (DQO)

Amostra	Absorvância	DQO(mg/L)
Efluente	0,218 ± 0,003	506,1 ± 8,1
Irradiada 10h lâmpada fluorescente	0,225 ± 0,004	535,3 ± 10,0
Irradiada 10h luz solar	0,054 ± 0,001	121,9 ± 3,6

O aumento na fluorescência (Figura 1), notado nas primeiras horas de irradiação ao Sol, deve-se ao efeito físico (volatilização). Em intervalos maiores de irradiação ocorre redução na fluorescência, ficando

evidente que o processo atuante é fotoquímico. A eliminação total de fluorescência a 350 nm após 10h de irradiação solar ocasiona um ligeiro aumento de fluorescência a 300 nm, justificada pela formação de derivados menos fluorescentes. Aromáticos são transformados e destruídos durante o processo e o processo térmico não altera a fração fluorescente.

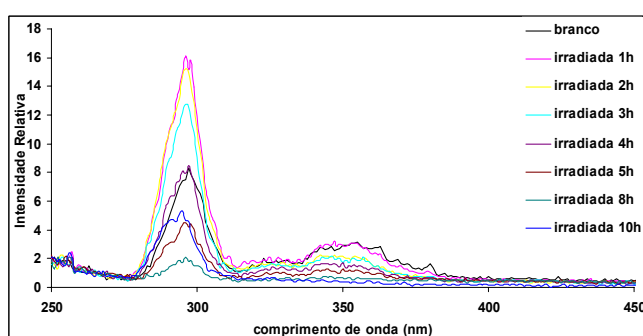


Figura 1 – Fluorescência do efluente de refino irradiado ao sol.

Conclusões

A análise por fluorescência² detectou na amostra irradiada 10h sob luz solar ausência de material fluorescente, comprovando que os aromáticos e poliaromáticos inicialmente presentes no efluente sofrem intemperismo fotoquímico³. A fotodegradação destes componentes coincide com a acentuada diminuição na DQO e o desaparecimento da amônia. A proposta de remediação utilizando tanques para tratamento fotoquímico, como alternativa de pré-tratamento, pode atenuar o efeito tóxico de alguns componentes do efluente, e assim, otimizar o sistema convencional baseado na biodegradação.

Agradecimentos

PETROBRAS, CAPES, CNPq e CPG-UEL.

¹Nicodem, D. E.; Fernandes, M. C. Z.; Guedes, C. L. B. e Correa, R. J. *Biogeochemistry*, **1997**, 39, 121.

²Guedes, C. L. B. Intemperismo Fotoquímico de Petróleo sobre Água do Mar: Estudo do Processo Natural e Efeito da Adição de Tetrafenilporfina. *Tese de Doutorado. Instituto de Química. UFRJ*. **1998**.

³Nicodem D. E., Fernandes M. C. Z., Guedes C. L. B., Correa R. J., Severino D., Coutinho M. C., Silva J. *Progress in Reaction Kinetics and Mechanism*, **2001**, 26, 1468.

Desenvolvimento de método para a determinação de Cádmiio em carvão utilizando amostragem direta de sólidos e espectrometria de absorção atômica em forno de grafite de alta resolução com fonte contínua

Alessandra F. da Silva (PG)¹, Daniel L. Gallindo Borges (PG)¹, Bernhard Welz (PQ)^{1*}, Adilson José Curtius (PQ)¹ e Uwe Heitmann (PQ)². * welz@qmc.ufsc.br

1 Depto. de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, 88040-900, Florianópolis, SC, Brasil.

2 Insitut fur Spektrochemie und Angewandte Spektroskopie, Albert-Einstein Strasse 9, 12489, Berlin, Alemanha.

Palavras Chave: HR-CS-AAS, cádmio, carvão

Introdução

A espectrometria de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua (HR-CS-AAS) constitui um novo conceito instrumental ainda indisponível comercialmente. A técnica utiliza uma lâmpada de arco curto de xenônio de alta intensidade, que emite um espectro contínuo que cobre toda a faixa de comprimentos de onda utilizados em AAS, um monocromador duplo com rede de difração Echelle (DEMON) com distância focal de 302 mm e poder de resolução de $\lambda/\Delta\lambda = 110000$ e um detector com arranjo CCD linear possuindo 512 pixels e uma resolução espectral de 2 pm/pixel. Devido ao detector com arranjo CCD, todo o ambiente espectral a até $\pm 0,1$ nm em torno da linha analítica torna-se visível em alta resolução, proporcionando uma grande quantidade de informações em adição à medida usual de absorvância *versus* tempo. No presente trabalho, será mostrado que a técnica de HR-CS-AAS permite avaliar uma série de novas possibilidades para o desenvolvimento de métodos que eram indisponíveis anteriormente, o que será exemplificado através da determinação de Cd em carvão com introdução direta da amostra sólida.

Resultados e Discussão

Um total de nove amostras certificadas de carvão de diferentes composições e origens foi analisado em adição a duas amostras reais (carvão da mina candiota, no RS, Brasil e carvão de Spitzbergen, Noruega). O desenvolvimento do método analítico envolveu, primeiramente, a escolha do pixel ou conjunto de pixels escolhidos para a correção de eventos contínuos de fundo. Uma segunda otimização envolveu a investigação do sinal transiente e da influência das temperaturas de pirólise e atomização para todas as amostras na absorvância integrada para Cd, com posterior otimização das referidas temperaturas. A análise do sinal transiente permitiu ainda avaliar, para cada amostra, o intervalo de integração do sinal, no intuito de eliminar eventos indesejáveis como absorção não-específica. Em algumas das amostras, foi observado um fundo contínuo antecedendo o sinal do analito em temperaturas de

pirólise inferiores a 800 °C. Absorção de fundo por moléculas estruturadas foi observada na região que sucede o sinal do analito, possivelmente devido à formação de moléculas de SO₂ e/ou CS durante a temperatura de atomização. Estes eventos puderam ser separados do sinal do analito ou amenizados com a escolha de um intervalo adequado de integração e/ou uso de Ir termicamente depositado sobre a plataforma pirolítica como modificador permanente. O espectro completo tridimensional pôde ser armazenado e subtraído do espectro da matriz, possibilitando a correção de fundo sob a linha analítica. O uso de Ir termodepositado sobre a plataforma SS (*Solid Sampling*) pirolítica permitiu, ainda, o uso de temperaturas de pirólise de até 900 °C, com atomização em 1500 °C e boa sensibilidade com calibração contra padrões aquosos. Os valores determinados para concentração de Cd estão em excelente concordância com os valores certificados para todas as amostras analisadas.

Conclusões

A técnica de HR-CS-AAS mostrou ser uma técnica poderosa na detecção e eliminação de interferências espectrais e também no desenvolvimento de métodos de análise por SS-GF AAS. A utilização de Ir como modificador permanente permitiu a calibração com padrões aquosos e o uso de elevadas temperaturas de pirólise, eliminado de maneira mais eficiente a matriz. É esperável que outras procedimentos analíticos complexos em forno de grafite possam ser resolvidos de maneira similar com uso de HR-CS-AAS

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq pelo suporte financeiro e à Analytik Jena pela doação do instrumento.

Degradação química da fração aromática da gasolina em água subterrânea e superficial.

Luciano V. Corbucci* (IC) lucianovetorasso@bol.com.br, Carmen L. B. Guedes (PQ) carmen@uel.br, Thiago P. Segato (IC), Rafael Taroço (PG), Ivanira Moreira (TQ).

Universidade Estadual de Londrina - Departamento de Química - Caixa Postal 6001 - Londrina - PR - CEP86051-990

Palavras Chave: HPAs, BTEX, H₂O₂

Introdução

A contaminação de águas naturais decorrente de derrame de petróleo¹ ou vazamento em postos de combustíveis vem merecendo cada vez mais atenção da população e dos órgãos de controle ambiental. Estudos recentes avaliam o problema e analisam as formas mais adequadas de remediação dos locais contaminados. Neste trabalho são apresentadas alternativas de tratamento natural com luz solar e POA com H₂O₂, que podem ser utilizados em ações corretivas baseadas no risco ambiental que a mistura comercial etanol-gasolina pode causar no caso da contaminação de recursos hídricos com BTEX ou HPAs.

Resultados e Discussão

Filmes² preparados com 100mL de gasolina comercial dispersa sobre 400mL de água, em recipientes de 1,5L tampados com vidro Pyrex[®]. Algumas amostras foram submetidas à luz solar e outras mantidas no escuro durante 12 horas. Águas superficiais e subterrâneas contaminadas com derivados da gasolina foram expostas ao Sol ou mantidas no escuro durante 35 minutos em recipientes de 250 mL, com adição de H₂O₂ 6,57x10⁻¹M nos intervalos zero, 15 e 30 minutos. As análises foram feitas num Shimadzu RF-5301 PC. A ação de H₂O₂ sobre BTEX em água subterrânea reduziu em 75,5% a fluorescência. Quando a mesma água contendo peróxido é exposta a luz solar a redução é de 79%.

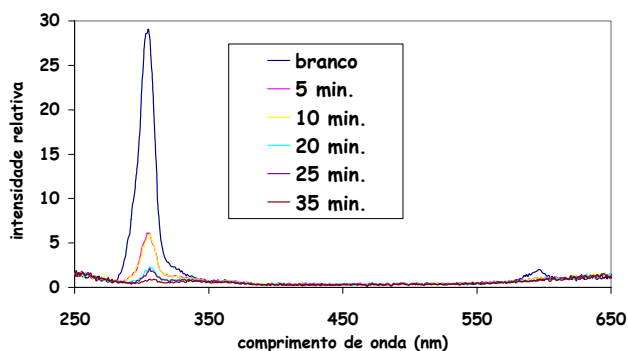


Figura 1. Degradação de BTEX em águas subterrâneas sob ação de luz solar e H₂O₂.

Os espectros de fluorescência dos HPAs em águas superficiais mostram a degradação destes contaminantes sob ação da luz solar³ e H₂O₂. Na catálise homogênea, a área integrada de fluorescência foi reduzida em somente 28%, enquanto que no POA em sinergia com a luz do Sol houve 65% de redução da fluorescência destes derivados da gasolina comercial em água.

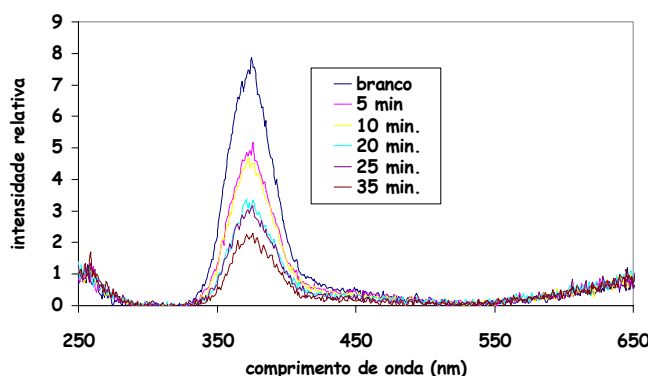


Figura 2. Degradação de HPAs em águas superficiais sob ação de luz solar e H₂O₂.

conclusões

A intensa redução na fluorescência da fração aromática da gasolina comercial deve-se, em maior parte, ao efeito do peróxido de hidrogênio. A ação do peróxido de hidrogênio sobre BTEX encontrados em água subterrânea contaminada com gasolina, não depende da presença de luz solar. A luz solar acelera a degradação oxidativa de HPAs presentes em águas superficiais contaminadas com gasolina.

Agradecimentos

CNPq, PETROBRAS, degussa e CPG-UEL.

¹Nicodem, D. E.; Fernandes, M. C. Z.; Guedes, C. L. B. e Correa, R. J. *Biogeochemistry* **1997**, *39*, 121.

²Guedes, C. L. B. Intemperismo Fotoquímico de Petróleo sobre Água do Mar: Estudo do Processo Natural e Efeito da Adição de Tetrafenilporfina. *Tese de Doutorado. Instituto de Química. UFRJ. 1998.*

³Nicodem, D. E.; Fernandes, M. C. Z.; Guedes, C. L. B.; Correa, R. J.; Severino, D.; Coutinho, M. e Silva J. *Progress in Reaction Kinetics and Mechanism* **2001**, *26* (2/3), 219.

Fotocatálise com dióxido de titânio (P25) aplicado e suportado na superfície de filme de petróleo sob luz solar.

Thiago Pinotti Segato^{1*} (IC) thiago@uel.br, Eduardo Di Mauro² (PQ) dimauro@uel.br, Carmen Luísa Barbosa Guedes (PQ)¹, Luciano Vetorasso Corbucci (IC)¹; Leandro Freneda Mazzochin (PG)¹

Universidade Estadual de Londrina - CCE - ¹Departamento de Química e ²Departamento de Física - CCE - Caixa Postal 6001 - Londrina - PR - CEP 86051-990

Palavras Chave: catálise heterogênea, asfalto, fluorescência.

Introdução

O destino de poluentes nos ambientes naturais depende dos processos de degradação natural¹. O intemperismo fotoquímico de petróleo em sistemas naturais^{2,3,4} inicia-se através das reações de oxigênio singlete, gerado na presença de luz solar e oxigênio molecular, com hidrocarbonetos poliaromáticos (HPAs), originando peróxidos que degradam gerando radicais livres, desencadeando a formação de fenóis, ácidos carboxílicos e outros. Ocorre também a formação de fotodímeros a partir de alguns HPAs. O objetivo deste trabalho é investigar a eficiência de fotodegradação de petróleo sob luz solar, utilizando TiO₂ (P25) aplicado e suportado diretamente sobre o filme do óleo.

Resultados e Discussão

Os filmes do óleo bruto contendo ou não o catalisador foram expostos à luz do Sol e monitorados em intervalos de 2, 5, 10, 15, 20, 30, 40 e 60 horas através de espectroscopia de fluorescência e absorção na região do infravermelho. Na análise por fluorescência, utiliza-se 1:1000 v/v petróleo/dicloro-metano com sincronismo de 30nm entre os monocromadores e varredura de 300 a 800nm. Na obtenção dos espectros no infravermelho é feita com o filme do óleo em pastilha de NaCl.

Nas primeiras horas de irradiação solar o intemperismo fotoquímico de petróleo ocorreu via reações envolvendo oxigênio singlete, atuando sobre componentes aromáticos de baixa e média massa molecular, isto é, BTEX e HPAs com 2 ou 3 anéis. O processo de fotodegradação do óleo bruto prossegue via radical livre, principalmente sobre a fração asfáltica de elevada massa molecular.

Nas duas primeiras horas da fotocatalise com TiO₂ ocorre perda de componentes voláteis do óleo bruto e aumento na concentração de componentes com massa molecular elevada. A fluorescência na faixa de 500 a 650nm reduziu progressivamente ao longo da irradiação, correspondendo à degradação fotoquímica de asfalto. O aumento da fluorescência na faixa de 350 a 450nm, de 15 até 60h de irradiação, deve-se à fotodegradação de

aromáticos mais pesados (asfalto), ocorrendo preferencialmente via radicais fotogerados durante o processo natural e catalítico, dando origem a compostos de menor massa molecular que passam a fluorescer no UV próximo e não mais no visível.

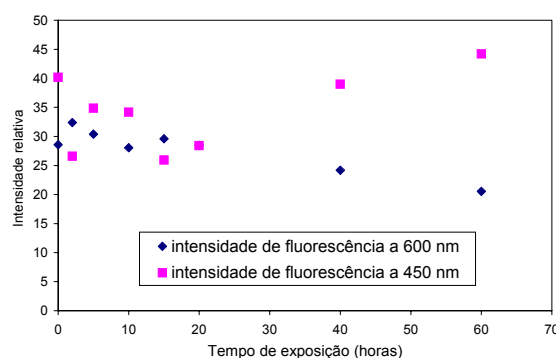


Figura 1. Intensidade de fluorescência do filme de petróleo irradiado com TiO₂.

Observou-se redução na fluorescência de asfalto (~ 600nm) e aumento na intensidade de fluorescência de aromáticos polares (~ 450nm).

Conclusões

A fotocatalise com TiO₂ promoveu a degradação preferencial de asfalto do petróleo. Alteração mais discreta ocorreu em outras frações do óleo durante o intemperismo. A fotodegradação natural ocorre em sinergia com a fotocatalise.

Agradecimentos

CNPq, PETROBRAS, degussa e CPG-UEL.

¹Nicodem, D. E.; Fernandes, M. C. Z.; Guedes, C. L. B. e Correa, R. J. *Biogeochemistry* **1997**, 39, 121.

²Nicodem, D. E.; Guedes, C. L. B. e Correa, R. J. *Marine Chemistry* **1998**, 63, 93.

³Nicodem, D. E.; Guedes, C. L. B.; Fernandes, M. C. Z.; Correa, R. J.; Severino, D.; Coutinho, M. e Silva J. *Progress in Reaction Kinetics and Mechanism*. **2001**, 26 (2/3), 219.

⁴Guedes, C. L. B.; Di Mauro, E.; Antunes, V. e Mangrich, A. S. *Marine Chemistry* **2003**, 2015, (in press).

Análise de hidrocarbonetos em sedimentos do Manguezal do Itacorubi - Ilha de Santa Catarina - Florianópolis - SC.

Cristiane R. de Oliveira¹ (IC), Sandro L. Mireski¹ (IC), Luiz A. S. Madureira¹ (PQ)*
*madureira@qmc.ufsc.br

(1) Departamento de Química, UFSC. Florianópolis, SC. CEP 88040900.

Palavras Chave: Hidrocarbonetos, Aromáticos, Sedimento.

Introdução

Entre os hidrocarbonetos alifáticos, os *n*-alcanos são o grupo predominante em várias espécies de plantas e animais. Tanto organismos terrestres quanto marinhos sintetizam *n*-alcanos com predomínio de cadeias com números ímpares de átomos de carbono em relação aos pares. Entretanto, em plantas terrestres os compostos acima de *n*-C₂₃ aparecem em maior abundância.¹

Outro grupo importante é os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA). Raramente são encontrados como produto de biossíntese e alguns apresentam alta toxicidade para diversos organismos. Os HPA podem ser formados pela combustão incompleta de produtos refinados de petróleo como gasolina e óleo diesel, sendo transportados para ambientes costeiros, por exemplo, através da atmosfera e rios.¹

O manguezal do Itacorubi ocupa uma área de 1,42 km² na ilha de Santa Catarina adjacente à Baía Norte, na área estuarina da bacia hidrográfica de 22,12 km² formada pelo rio Itacorubi e por seu afluente o rio Sertão. Ambos são sinuosos e de pouca vazão e atualmente são canalizados e dragados a partir de suas nascentes. Por estar localizado dentro do perímetro urbano o manguezal vem sofrendo forte antropização para atender as necessidades de expansão.²

O objetivo do trabalho é avaliar a distribuição dos hidrocarbonetos alifáticos e aromáticos em sedimentos oriundos do manguezal do Itacorubi. O extrato orgânico total foi obtido a partir da extração do sedimento com mistura de diclorometano-metanol (2:1) sendo, em seguida, feita a esterificação dos ácidos graxos. Uma parte desse extrato foi analisada diretamente por cromatografia gasosa - espectrometria de massas (CG-EM). Uma outra parte foi fracionada em coluna de sílica-alumina para obtenção das frações 1 e 2, contendo os hidrocarbonetos *n*-alcanos e os HPA, respectivamente.

Resultados e Discussão

Entre os compostos identificados no extrato total, constatou-se a predominância de uma série homóloga de ácidos graxos (A₁₄-A₃₂) seguida dos hidrocarbonetos lineares (C₁₇-C₃₃), conforme mostrado na Figura 1.

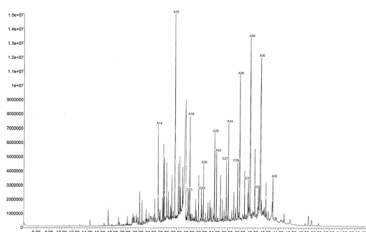


Figura 1: Cromatograma do extrato orgânico total esterificado do sedimento.

A fração 1 (Figura 2) apresentou uma série de hidrocarbonetos característica de plantas terrestres (> *n*-C₂₃), havendo predomínio dos compostos com nº de átomos de carbono ímpares sobre os pares.¹

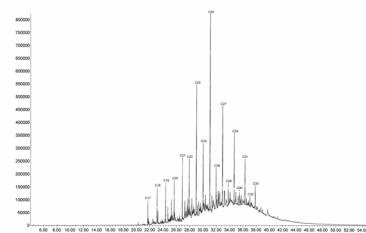


Figura 2: Cromatograma da fração 1, contendo os hidrocarbonetos lineares.

Em relação à fração 2, não foi identificado nenhum HPA. No entanto, é preciso que outros locais também sejam examinados para se avaliar melhor a extensão, ou não, da contaminação por derivados de petróleo.

Conclusões

É preciso aumentar o número de amostragens para avaliar melhor o nível de contaminação de todo o manguezal como também quantificar e empregar índices que levam em consideração a abundância relativa dos hidrocarbonetos e dos aromáticos.

Agradecimentos

Ao CNPq pelo apoio técnico e ao Comando do Corpo de Bombeiros – Laboratório de Perícia de Incêndios, pela utilização do CG-EM.

¹ Nishigima, F. N., Weber R. R., Bicego, M.C.; *Marine Pollution Bulletin*, 2001, 42, 1064-1072.

² Soriano - Sierra, E.J.; Caracterização dos biótopos e sua ocupação pelas comunidades vegetais no manguezal do Itacorubi (ilha de Santa Catarina), Brasil. *Trab. Conc. Publ. Prof. Adjunto UFSC*, 1993, 125.

Determinação de Pb, Cd e As em materiais certificados por ET AAS, empregando microdigestão ácida e a mistura Ir+Rh como modificador permanente.

Maria Bertília Oss Giacomelli⁽¹⁾(PQ)*, Maria Caminati Lima⁽¹⁾(PQ), Volnei Stupp⁽¹⁾(PG), Jaqueline Velho Araújo⁽¹⁾(IC). bertilia@unisul.br

(1) Universidade do Sul de Santa Catarina – UNISUL, AV. José Acácio Moreira, 787 – 888704-900-Tubarão – SC

Palavras Chave: Micro-digestão, Planta, Cabelo

Introdução

O presente trabalho objetiva o uso de micro-digestão ácida¹, utilizando ácido nítrico em materiais certificados. Tal estudo visa avaliar a exatidão quando aplicada a microdigestão ácida em materiais certificados e em amostras reais.

Resultados e Discussão

Foram pesados entre 0,7mg à 4,0mg de amostras certificadas e todas solubilizadas em 1000µL de HNO₃ conc. (100% v/v) ou 1000µL de solução HNO₃ (50% v/v). As microdigestões foram feitas em tubos de coleta a vácuo. As temperaturas de pirólise e atomização otimizadas foram: para Pb (700°C e 1900°C), Cd (600°C e 1600°C) e As (800°C e 2400°C) sendo realizadas a partir de padrões preparados com ácido 50% (v/v) usando Ir+Rh como modificador permanente². Nas Tabelas 1, 2 e 3 estão apresentados os resultados obtidos para diferentes materiais certificados.

Tabela 1 - Resultados obtidos para Pb

Materiais Certificados	Massa (mg)	% Ácido (v/v)	Aquecimento (min à 60°)	Valor obtido (µg.g ⁻¹)	Valor Certificado (µg.g ⁻¹)
Cabelo (CRM 397)	1,5	50	40	34,4 ± 1,83	33 ± 1,2
	1,9	100	30	23,02 ± 3,6	
Sedimento (SRM2704)	0,7	50	90	158,64 ± 13,2	161 ± 17
	0,6	100	87	153,02 ± 12,3	
Planta (SRM1572)	2,1	50	10	12,88 ± 1,0	13,3 ± 2,4
	1,9	100	10	15,98 ± 2,0	

Tabela 2- Resultados obtidos para As

Materiais Certificados	Massa (mg)	% Ácido (v/v)	Aquecimento (min à 60°)	Valor Lido (µg.g ⁻¹)	Valor Certificado (µg.g ⁻¹)
Cabelo (CRM 397)	4,0	50	11	0,21 ± 0,02	0,31 ± 0,02
	4,0	100	53	0,4 ± 0,01	
Sedimento (SRM2704)	0,9	50	90	24,27 ± 0,7	23,4 ± 0,8
	0,9	100	87	22,4 ± 0,6	
Planta (SRM1572)	2,2	50	80	3,2 ± 0,1	3,1 ± 0,3
	2,2	100	80	3,2 ± 0,1	

Tabela 3 – Resultados obtidos para Cd

Materiais Certificados	Massa (mg)	% Ácido (v/v)	Aquecimento (min à 60°)	Valor Lido (µg.g ⁻¹)	Valor Certificado (µg.g ⁻¹)
Cabelo (CRM 397)	1,7	50	40	0,544 ± 0,015	0,521 ± 0,024
		100	10	0,586 ± 0,014	
Sedimento (SRM270)	0,7	50	90	3,67 ± 0,19	3,45 ± 0,22
		100	87	2,56 ± 0,20	

Conclusões

Foi observado que o uso de ácido nítrico 50% (v/v), apresentou vantagem em relação a precisão e exatidão. Para a obtenção da homogeneização em todas as amostras o tempo de 10 minutos para o aquecimento e ultra-som mostrou-se adequado. Este procedimento foi aplicado em amostras reais de interesse ambiental (sedimento, solo e plantas)³, bem como amostras biológicas (cabelo).

Agradecimentos

GEPEQ-Grupo de Pesquisa e Estudo em Química – UNISUL e FUNCINTEC

¹.Silva, M.M.;et.al.11°ENQA. Encontro Nacional de Química Analítica.EA-31.

²Silva, J.B.B.; Giacomelli, M.B.; Souza, I. and Curtius, A. J. Microchem. Journal .1998, 60, 249.

³ Giacomelli, M.B., et all. 26a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química - SBQ - 26 a 29 de Maio de 2003QA-153.

Aplicação de ácidos biliares e índice de coprostanol no diagnóstico de contaminação fecal em regiões de alta produtividade

Sandro L. Mireski¹ (IC), Deisi M. Valentim¹ (IC), Fabrício A. Hansel¹ (PG), Paulo Pagliosa² (PQ), Luiz A. S. Madureira¹ (PQ)*

*madureira@qmc.ufsc.br

(1) D. Q., UFSC, Florianópolis, SC. CEP 88040900. (2) Núcleo de Estudos do mar, NEMAR, UFSC, Florianópolis, SC.

Palavras Chave: coprostanol, ácidos biliares.

Introdução

Nas últimas duas décadas tem-se avaliado o potencial de duas classes de compostos orgânicos como possíveis indicadores de contaminação fecal: os 5- β -estanois e os ácidos biliares. Tais classes de esteróides podem ser analisadas separadamente e os resultados interpretados de forma combinada ou em separado.¹

Nesse trabalho, frações contendo esses compostos orgânicos foram isoladas a partir do extrato orgânico total de sedimentos marinhos. As amostras são provenientes de manguezais localizados em duas regiões no estado de Santa Catarina: na lagoa do Saguçu, que fica na Baía da Babitonga, em Joinville, e nos rios Tavares e Itacorubi, localizados na Ilha de Santa Catarina, Florianópolis. O coprostanol (5- β -estanol) e o isômero 5- α -estanol foram identificados nas amostras do Rio Tavares e Itacorubi enquanto que os hidroxiácidos (ácidos biliares) foram isolados da amostra da Lagoa do Saguçu. O chamado índice de coprostanol é calculado a partir da razão entre as concentrações dos isômeros 5- α e 5- β (Tabela 1).

Em relação ao método de extração, resumidamente, consiste em: extração por solvente orgânico, hidrólise alcalina do extrato orgânico e acidificação (pH=1), fracionamento em coluna cromatográfica (CC), esterificação da fração ácida (FA) e aduto de uréia da fração hidroxilada (FH), refracionamento da FA em CC, silanização e análise das frações contendo os estanois e os ácidos biliares por cromatografia gasosa e cromatografia gasosa espectrometria de massas.

Resultados e Discussão

A Tabela 1 apresenta os resultados do índice de coprostanol calculado para os dois locais estudados. Nota-se uma diferença entre os valores obtidos para os três pontos do manguezal do rio Tavares (que são menores) e os três pontos do manguezal do Itacorubi. De acordo com dados da literatura, valores acima de 0,70 indicam ambientes contaminados, entre 0,70 e 0,20 significa que há interferência no índice devido à alta produtividade primária local, e valores abaixo de 0,20 seriam para ambientes não impactados. Considerando que o manguezal do Itacorubi recebe uma grande carga de esgoto não tratado, os resultados para IT1, IT2 e IT3 são concordantes. Entretanto, para o rio

Tavares, que também recebe um grande aporte de efluente doméstico, é possível que a alta produtividade local tenha interferido nos resultados.²

Tabela 1: Índice de contaminação por coprostanol (ICC) obtido através da razão $[5\beta / (5\alpha+5\beta)]$

Mangues	Rio Tavares			Itacorubi		
Amostras	RTA1	RTB2	RTC3	IT1	IT2	IT3
ICC ($\mu\text{g g}^{-1}$)	0,40	0,27	0,36	0,76	0,82	0,64

Os ácidos biliares foram determinados na amostra da Lagoa do Saguçu (Figura 1). A escolha desse local é devido à grande carga de esgoto não tratado que chega até a lagoa proveniente da cidade de Joinville. Para esse ponto ainda não foi determinado o índice de coprostanol.

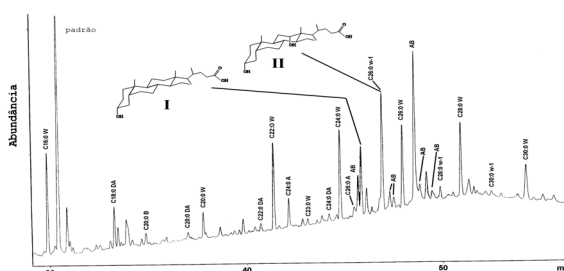


Figura 1: Cromatograma parcial da fração dos hidroxiácidos na qual foram identificados os ácidos biliares (AB). Estruturas: I – ácido litocólico e II – ácido desoxicólico os maiores biliácidos secundários encontrados nas fezes humanas.

Conclusões

Com os resultados obtidos para as amostras do rio Tavares, observou-se uma certa limitação do índice de coprostanol, possivelmente devido à alta produtividade primária local. Portanto, é importante a aplicação desse índice juntamente com a identificação dos ácidos biliares.

Agradecimentos

Ao FUNCITEC-SC, CNPq e WWF pelo apoio financeiro.

¹ Bull, I.D., Lockheart, M.J., Elhmmali, M.M., Roberts, D.J., Evershed, R.P.; *Environment International*, **2002**, 27, 647–654.

² Valentim, D. M.; *Monografia conclusão do curso de graduação*; Depto. de Química, **2002**, UFSC.

O evento climático El Niño/La Niña de 97-99 e sua influência sobre as características físico-químicas das chuvas em Rio Grande, RS.

Marina R. D. Garcia (PG)^{1*}, Nicolai Mirlean (PQ)¹.

1-Laboratório de Oceanografia Geológica- LOG/DEGEO/FURG

Av. Itália, km 8, s/n. CEP 96201-900. Rio Grande/RS

*marinareback@ziplip.com

Palavras Chave: chuva, acidificação, ENSO.

Introdução

O evento climático El Niño possui influência global. Sobre o Estado do Rio Grande do Sul, determina o aumento da pluviosidade. Já o fenômeno La Niña provoca queda nas taxas pluviométricas do Estado. O evento El Niño de 1997-1998 foi um dos mais intensos já registrados, provocando mudanças nas características químicas da atmosfera, como reportado em outros lugares do mundo¹.

Em Rio Grande, foi caracterizada a presença de chuvas ácidas, atribuídas principalmente à atividade industrial desenvolvida na área². No entanto, não foi ainda estudada a influência das variações climáticas sobre as características químicas das chuvas na área de estudo.

Nesse contexto, o presente trabalho tem como objetivo identificar variações físico-químicas nos parâmetros de pH e condutividade elétrica da água das chuvas e relacioná-los às variações climáticas atribuídas ao evento ENSO de 1997-1999.

Materiais e Métodos

Foram amostrados 136 eventos de precipitação, de 22/10/97 a 14/08/99. O coletor de chuva foi instalado a 6,0 m do solo, em área aberta e afastada em torno de 10 km do centro urbano-industrial. Foram separadas três frações de chuva (cada uma correspondendo a 1 mm de precipitação) e foi recolhida toda a chuva restante (fração 4). Cada parcela de chuva foi filtrada em membrana Millipore (0,45µm), imediatamente após o término do evento, e então mediu-se o pH e a condutividade elétrica. Os períodos de El Niño e La Niña foram determinados de acordo com Garcia *et al.*³.

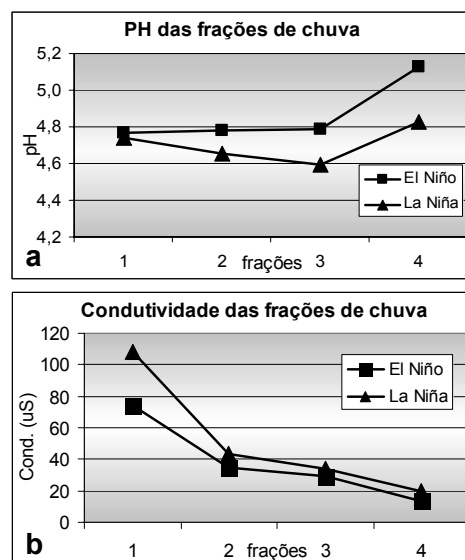
Resultados e Discussão

A precipitação úmida, sem interferência de outros sais e em equilíbrio com o CO₂ atmosférico, apresenta um pH ao redor de 5,6⁴. Na área de estudo, o pH das chuvas apresenta-se ligeiramente ácido (média de 4,83 ± 0,70), com condutividade média de 59,2 ± 73,5 µS.

Os valores de pH registrados apresentaram variações significativas entre os dois períodos apenas nas frações 2 a 4 (n= 282, α=0,30). Provavelmente, as partículas neutralizantes

presentes na atmosfera aumentaram o pH da 1ª fração de chuva (Fig. 1a). Sobre os valores de condutividade, estes apresentaram variações significativas apenas na primeira fração (n= 136, α=0,10). Durante La Niña, os períodos sem chuva mais longos e o solo mais seco podem propiciar um aumento da carga de material em suspensão na atmosfera, conseqüentemente aumentando o teor de sais dissolvidos na chuva² (Fig. 1b).

Figura 1. Médias geométricas de pH (a) e



condutividade elétrica (b) das frações de chuva.

Conclusões

Há evidências de que o fenômeno climático ENSO provocou alterações significativas nos parâmetros físico-químicos das precipitações úmidas da área de estudo.

As médias indicam uma tendência à diminuição do pH das chuvas no período mais seco de La Niña, favorecendo a formação de chuvas ácidas.

¹ Kieber, R. J.; Rhines, M. F.; Willey, J. D.; Avery Jr, G. B. *Atmos Environ* **1999**, 33, 3659-3667.

² Mirlean, N.; Baisch, P.; Vanz, A. *Quim Nova*, **2000** 23(5) 590-593.

³ Garcia, A. M., Vieira, J. P., Winemiller, K. O. *CD-ROM Anais XIV Sem Nac Oceanog (Rio Grande,RS)*, **2001**, 97.

⁴ Stern, A. C.; Richard, W. B.; Turner, D. B.; Fox, D. L. *Fundamentals of Air Pollution* **1984**, 530p.

Zeólitas magnéticas: novos materiais para a adsorção de contaminantes metálicos.

Diego I. Petkowicz (IC), Alessandra Smaniotto (IC), Rosângela A. Jacques (PQ), Sibeles Pergher (PQ), Luiz Carlos A. Oliveira (PQ)*. *lcao@uri.com.br

Departamento de Química – URI-Campus de Erechim. Av. sete de Setembro 1621 – 99700-000 Erechim - RS.

Palavras Chave: Zeólitas, óxidos de ferro, contaminantes metálicos.

Introdução

Os minerais zeolíticos têm sido utilizados como fases adsorventes no tratamento de água potável ou efluente de resíduos industriais contendo contaminantes metálicos¹. A eficiência da zeólita na remoção de metais em fase aquosa é reconhecida², porém a recuperação da zeólita visando sua reutilização não é muito eficiente por haver perdas durante a filtração e centrifugação. Neste trabalho, foi sintetizado um compósito formado por zeólita NaY/óxido de ferro magnético na proporção 3/1 e testado na adsorção de metais, tais como, zinco, cobre e cromo.

Resultados e Discussão

A zeólita NaY comercial com relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 5,2$ e $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1,02$ (área específica = $654 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$), foi utilizada na preparação de um compósito com óxido de ferro magnético visando combinar a capacidade de adsorção da zeólita com a propriedade magnética do óxido de ferro magnético ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, maghemita), possibilitando a total recuperação do adsorvente. Para a obtenção dos compósitos magnéticos zeólita/óxido de ferro, 100 mL de uma solução de NaOH (5 mol L^{-1}) foi lentamente adicionada à uma mistura de sais de ferro, $\text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (14 mmol), $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (28 mmol) e argila (bentonita - VETEC) a 70°C sob vigorosa agitação. As quantidades foram ajustadas de maneira a se obter o compósito zeólita/óxido de ferro na proporção 3/1. Após a adição de NaOH o material foi seco a 60°C por 24 horas. Para os testes de adsorção de metais foram obtidas isotermas de adsorção a 25°C utilizando 30 mL de soluções (100, 200, 500 e 1000 mg L^{-1}) dos íons Cu^{2+} , Cr^{3+} e Zn^{2+} . Os testes de adsorção foram realizados utilizando 100 mg do compósito adsorvente e um tempo de equilíbrio de 24 h. As soluções metálicas tiveram o pH ajustado em 5,0 e as concentrações determinadas por absorção atômica (Carls Zeiss Jenna AAS). A Figura 1 apresenta as isotermas de adsorção utilizando o compósito zeólita NaY/óxido de ferro 3/1. As isotermas apresentam saturação a partir de 500 mg L^{-1} (concentração inicial), mostrando capacidade de adsorção de aproximadamente 40, 85 e $105 \text{ mg/g}_{\text{compósito}}$ de Cr^{3+} , Cu^{2+} e Zn^{2+} , respectivamente.

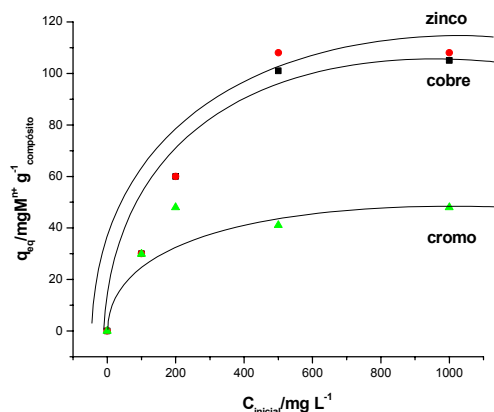


Figura 1. Isotermas de adsorção dos Cr^{3+} , Cu^{2+} e Zn^{2+} utilizando o compósito NaY/óxido de ferro 1/3.

A zeólita NaY pura apresentou capacidades de adsorção semelhantes às aquelas obtidas para o compósito NaY/óxido de ferro. A Figura 2 mostra um esquema das partículas magnéticas adsorventes que podem ser separadas magneticamente.

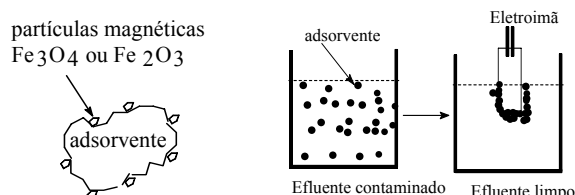


Figura 2. Esquema da adsorção do contaminante e a posterior separação utilizando um ímã.

Conclusões

Observou-se pelos testes de adsorção, com a zeólita pura e o compósito, que a presença de óxido de ferro formando o compósito não prejudica a capacidade de adsorção dos materiais, com a vantagem de se poder recuperar o material adsorvente utilizando um simples ímã.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPERGS e URI.

¹ Badillo-Almaraz, V.; Trocellier, P. e Dávila-Rangel, I. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* **2003**, 210, 424.

² De Stefanis, A.; Perez, G.; Ursini, O. e Tomlinson, A. G. *Applied Catalysis A* **1995**, 132, 353.

Métodos de regressão empregados na quantificação de Al(III) e Fe(III) por espectrofotometria em fluidos pós-hemodiálise.

Paulo Cícero do Nascimento^{*1} (PQ), João Carlos Furtado² (PQ), Cristiane Luisa Jost¹ (IC), Pedro Henrique de Almeida Konzen² (IC), Rolf Fredi Molz² (PQ), Denise Bohrer¹ (PQ), Marco Flores Ferrão³ (PQ) *npaulo@quimica.ufsm.br

1. Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, 97110-000 Santa Maria, RS – Brasil
2. Departamento de Informática 3. Departamento de Química e Física, Universidade de Santa Cruz do Sul, 96815-900 Santa Cruz do Sul, RS - Brasil

Palavras Chave: fluidos pós-hemodiálise, redes neurais, Partial Least Squares (PLS)

Introdução

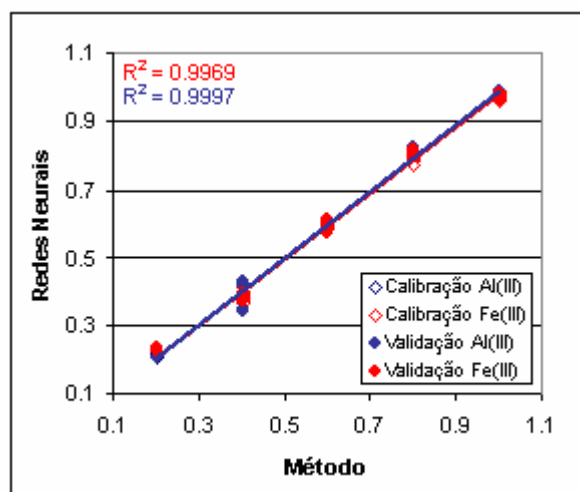
O monitoramento do fluido pós-hemodiálise pode ser uma alternativa para avaliar, de forma não invasiva, as quantidades de Al(III) e Fe(III) excretadas por pacientes renais após tratamento com Desferal[®]. A avaliação da razão Al:Fe é um parâmetro importante no tratamento de renais crônicos devido à toxicidade do Al e à anemia freqüentemente apresentada por estes pacientes. No presente trabalho, propõe-se uma análise comparativa entre métodos multivariados para determinação simultânea de Al(III) e Fe(III) em amostras sintéticas de fluidos pós-hemodiálise.

Resultados e Discussão

Soluções artificiais, simulando a composição dos fluidos pós-hemodiálise, foram contaminadas com concentrações conhecidas de Al(III) e Fe(III), posteriormente complexados ao corante violeta de piricatecol. Os espectros de absorção molecular foram obtidos com espectrofotômetro com arranjo de diodos (HP 8453 A), coletados de 190 a 1100 nm com resolução de 1nm e percurso óptico de 1cm. Das 25 amostras preparadas em triplicata, 13 foram utilizadas para calibração dos modelos e 12 para a validação, considerando-se a faixa espectral de 389 a 789 nm.¹ Três modelos de regressão multivariada foram construídos usando-se os métodos *Partial Least Squares* (PLS) e Redes Neurais Artificiais (RNAs, perceptron multicamada) com algoritmo de treinamento *backpropagation*.² Ainda, para a redução da dimensionalidade dos dados, propõe-se a decomposição dos mesmos através da wavelet “db2” da família Daubechies presente no toolbox do Matlab 6.1 R12, empregadas apenas para treinamento das RNAs. Com esta técnica, foi possível a representação do conjunto de dados por apenas 9 coeficientes de wavelets. Nos dois primeiros modelos, fez-se a análise comparativa entre o PLS1 e as RNAs na determinação de Al(III) e Fe(III) respectivamente. Por fim, avaliaram-se o PLS2 e as RNAs frente ao problema de determinação simultânea de Al(III) e Fe(III). Todos os modelos foram desenvolvidos em ambiente Matlab e a comparação entre os métodos baseou-se na observação do erro quadrático médio de calibração (RMSEC), do erro quadrático médio de

validação (RMSEV) e dos coeficientes de regressão (R^2). Modelos de calibração e validação com coeficientes de regressão de 0,999 foram obtidos tanto pelo PLS1 quanto pelas RNAs, quando feita a análise apenas de Al(III) ou de Fe(III) (Figura 1). Já no último modelo estudado, embora as RNAs tenham obtido bons modelos de calibração e validação para Al(III) e Fe(III), quando comparado ao PLS2, percebe-se que este último apresenta melhor desempenho frente ao RMSEV.

Figura 1. Curvas de calibração dos modelos com



RNAs para a determinação de Al(III) e Fe(III).

Conclusões

Como resultado final, este estudo mostrou que ambos os métodos PLS ou RNAs apresentam excelente desempenho na quantificação de Al(III) e Fe(III) no sistema estudado. Também, foi observado que o emprego da transformada wavelet possibilitou uma adequada redução da dimensionalidade dos dados.

Agradecimentos

Pibic-CNPq/UFMS, PUIC-UNISC

1. Nascimento, P.C et al.; *Anais da 25ª Reunião Anual da SBQ*, QA-025, **2002**.
2. Molz, R.F. et al; *Proceedings of the VI Brazilian Conference of Neural Networks*, p. 121-126, **2003**.

Fotocatálise de alguns herbicidas imidazolinonas na interface TiO₂/H₂O

Josy Anteveli Osajima (PG), Haroldo Gregório de Oliveira (IC), Lízia Yassumoto (IC), Renata Rumi Ishiki (PG), Keiko Takashima* (PQ) e-mail: keiko@uel.br

Universidade Estadual de Londrina/ Departamento de Química. Londrina-PR.

Palavras Chave: fotodegradação, dióxido de titânio, imidazolinona.

Introdução

A eliminação de substâncias tóxicas de efluentes industriais e domésticos tem sido um dos objetivos mais importantes no controle de poluição. A degradação fotocatalítica mediada por TiO₂ possui potencial para mineralização completa de poluentes orgânicos, porque além de rápida, biologicamente inerte e de baixo custo, a radiação solar pode ser usada. Neste trabalho foi estudada a degradação de herbicidas da família das imidazolinonas como imazapir, imazetapir e imazaquin na interface TiO₂/H₂O, variando-se a concentração e a estrutura do herbicida; a concentração de TiO₂ e de oxidantes como H₂O₂ e K₂S₂O₈ e o efeito de pH.

Parte Experimental

Suspensões aquosas de TiO₂ em imazapir e imazetapir foram iluminadas por radiação UV por, no mínimo, 4 h enquanto que, a solução de imazaquin foi irradiada por 6 h na presença de TiO₂ imobilizado em malha de aço segundo método descrito por Grätzel. Todas as irradiações foram realizadas com controle de temperatura ($\pm 0,1^\circ\text{C}$). As soluções estoque dos herbicidas foram preparadas e diluídas em concentrações adequadas para cada irradiação. As concentrações dos herbicidas degradados foram determinadas por CLAE com detector UV em 210 nm, utilizando-se como fase móvel a mistura acetonitrila/tampão fosfato na proporção 30:70 em pH 3 para imazetapir e 4 para imazaquin e na razão 20:80 em pH 3 para imazapir. O íon NH₄⁺ produzido durante a irradiação foi determinado espectrofotometricamente em 694nm pelo método de Berthelot modificado.

Resultados e Discussão

A adsorção máxima de imazapir e imazetapir na superfície de TiO₂ ocorre em 30 min. Variando-se a concentração de TiO₂, [TiO₂], de 0,5 a 12,0 g L⁻¹ em imazapir 50,0x10⁻⁶ mol L⁻¹, a constante de velocidade, k_{obs} , máxima (6,18x10⁻²min⁻¹) foi observada para 8,0 g L⁻¹ de TiO₂. Foi constatado um aumento significativo nos valores de k_{obs} de 2,41x10⁻² a 14,60x10⁻² min⁻¹ a 30°C quando a [imazapir] foi variada de 10,0x10⁻⁶ a 100,0x10⁻⁶ mol L⁻¹ em suspensão de TiO₂ contendo 8,0 g L⁻¹. Neste mesmo intervalo, foram obtidos valores de 1,84x10⁻³ a 6,10x10⁻³min⁻¹ para imazaquin na presença de TiO₂ suportado em malha de aço. Estes resultados não usuais para reações de pseudo-1^a ordem

podem ser justificados pela adsorção total das moléculas de substrato com menor concentração em sítios ativos da superfície de TiO₂, gerando radicais hidroxila e proporcionando oxidação mais rápida quando comparada às concentrações maiores. A variação de pH de 3 a 11 resultou em k_{obs} de 3,20x10⁻³ a 0,96x10⁻³ min para imazaquin 50,0x10⁻⁶ mol L⁻¹ devido à interação eletrostática entre as cargas do substrato e do TiO₂. Utilizando-se [H₂O₂] de 1,8x10⁻³ a 100,0x10⁻³ mol L⁻¹, observou-se um acréscimo de aproximadamente 10 vezes em k_{obs} , indicando que H₂O₂ favorece a geração de radicais hidroxila com a elevação da concentração deste oxidante e conseqüentemente, no aumento da velocidade de degradação. A adição de um outro oxidante poderoso como K₂S₂O₈ de 5,0x10⁻⁴ a 2,0x10⁻² mol L⁻¹ para imazetapir 50,0x10⁻⁶ mol L⁻¹ em suspensão de TiO₂ 1,5 g L⁻¹ resultaram em k_{obs} máximo de 13,98x10⁻² min⁻¹ para K₂S₂O₈ 1,0x10⁻² mol L⁻¹. Por outro lado, na presença de K₂S₂O₈ (2,0x10⁻² mol L⁻¹) e ausência de TiO₂ obteve-se um k_{obs} de 4,20x10⁻² min⁻¹ e na irradiação utilizando-se apenas TiO₂ (1,5g L⁻¹), 6,40x10⁻² min⁻¹. Isto significa que a adição de K₂S₂O₈ contribui na geração de radicais hidroxila aumentando a velocidade de degradação.

Conclusões

Os resultados obtidos demonstram que o aumento da concentração de substrato promove diminuição na constante de velocidade devido à maior adsorção deste nos sítios disponíveis na superfície de TiO₂. A elevação da concentração de oxidantes favorece a geração de radicais •OH, incrementando a constante de velocidade de degradação. Para o imazaquin, a maior constante de velocidade de degradação ocorre em pH mais baixo.

Agradecimentos

CAPES, CNPq-PIBIC, CPG-UEL.

¹ Garcia, J. C.; Takashima, K. *J. Phot. ochem. Photobiol. A. Chem.* **2003**, 155, 215.

² Hoffmann, M. R.; Martin, S. T.; Choi, W.; Bahnemann, D. W.; J. C. *Chem. Rev.* **1995**, 95, 69.

³ Nazeeruddin, M.K.; Kay, A.; Rodicio, I.; Humphry-Baker, R.; Muller, E.; Liska, P.; Vlachopoulos, N.; Grätzel, M. *J. Am. Chem. Soc.* **1993**, 115, 6382

⁴ Kempers, A.J.; Kok, C.J. *Anal. Chim. Acta* **1989**, 221, 147.

Estudo de adsorção de metais pesados em fécula de mandioca e em amidos modificados quimicamente.

Everton Skoronski (IC)*, Moisés de Stefani (IC), Greice Dutra (IC) e Jair Juarez João (PQ) skoronski@unisul.br

Universidade do Sul de Santa Catarina, Pró-Reitoria Acadêmica, CENTEC, Grupo de Pesquisas em catálise Enzimática e Síntese Orgânica – 88704-900, Tubarão/SC.

Palavras Chave: Amidos modificados, Fécula de Mandioca, Adsorção.

Introdução

Questões ligadas aos recursos naturais e ambientais, por serem de grande importância, merecem total atenção. Os seres humanos dependem desses recursos para terem melhor qualidade de vida. A necessidade de implantação de metodologias baseadas em resultados experimentais é de extrema importância no tratamento de efluentes líquidos industriais. Resultados recentes vêm mostrando que a fécula de mandioca pode ser utilizada como uma alternativa para purificação de efluentes líquidos, agindo como adsorvente das partículas iônicas, metais, partículas orgânicas e inorgânicas¹.

No presente trabalho, foram feitas modificações químicas no amido, com o objetivo de avaliar capacidade de adsorção de íons metálicos em soluções aquosas.

Resultados e Discussão

Em uma solução 0,18M de CuSO_4 foi adicionado 2,5g do material adsorvente (fécula de mandioca, sal de amido, amido oxidado e amido nitrado). Os sistemas foram mantidos sob agitação constante a temperatura de 25°C. Alíquotas foram retiradas periodicamente em intervalos de tempo de 5 minutos para análise por espectrofotometria de UV/VIS a 810 nm. Os dados obtidos foram tratados e transformados em gráficos que relacionam o decréscimo da concentração da solução em função do tempo (Figura 1). A partir dos resultados observou-se que a fécula de mandioca (amido sem modificação química) possui um maior poder de retenção de Cu(II) em relação aos amidos modificados quimicamente (sal de amido, amido oxidado e amido nitrado), adsorvendo aproximadamente 43% do metal (Cu) em 35 minutos de agitação. A partir deste instante, a concentração da solução manteve-se constante, o que indica uma provável saturação dos suportes estudados.

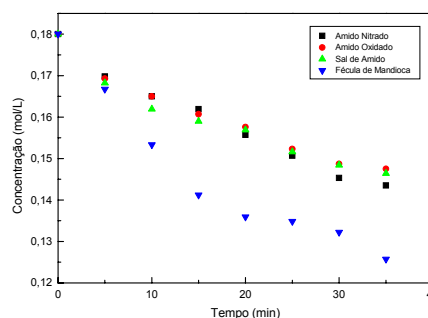


Figura 1 – Curva de adsorção de Cu(II) para os diferentes materiais adsorventes estudados.

Dentre os amidos modificados, o que apresentou um maior poder de retenção do metal em estudo foi o amido nitrado, seguido do sal de amido e do amido oxidado, com porcentagens de retenção de 25,5, 23 e 22%, respectivamente. Este fato pode ser uma indicação de que a transformação do grupo hidroxila (OH) em outros radicais mais carregados como o grupo nitro (NO_2^+), a carbonila (-C=O) e o sal (-ONa) pode dificultar as interações eletrônicas entre o suporte e o metal, ocasionando assim, uma diminuição na capacidade de retenção de Cu(II) pelos amidos modificados quimicamente.

Conclusões

Com a realização desse estudo foi possível constatar que a modificação química da estrutura do amido reduz a capacidade de adsorção de Cu(II) por esse material. Entretanto, é possível que esses resultados possam ser melhorados quando considerarmos materiais orgânicos como substratos e outros derivados do amido. Dessa forma, esse trabalho abre campo para que outras espécies de amidos modificados quimicamente sejam estudadas como suportes de íons metálicos.

Agradecimentos

À FUNCITEC/SC, INQUIL e UNISUL

I-Skoronski, E.; Stefani, M; Machado V. G.; João, J.J.; Avaliação da capacidade da fécula de mandioca para adsorção de metais em efluentes líquidos. Livro de Resumos: X Encontro de Química da Região Sul. 2002.

Estudo comparativo da adsorção de Cu(II) em carboximetilamido e quitosana em sistemas de fluxo contínuo.

Michel Mazzuco (IC)*, Muriel Bortolotto Kesting (IC), Moisés de Stefani (IC), Everton Skoronski (IC), Marilene Klug (PQ) e Jair Juarez João (PQ)

mmazzuco@pop.com.br

Universidade do Sul de Santa Catarina, Pró-Reitoria Acadêmica, CENTEC, Grupo de Pesquisas em catálise Enzimática e Síntese Orgânica – 88704-900, Tubarão/SC.

Palavras Chave: Carboximetilamido, quitosana, fluxo contínuo.

Introdução

O atual crescimento dos centros populacionais traz como consequência uma maior taxa de geração de resíduos domésticos ou industriais, que diariamente são lançados ao meio ambiente. Entre os poluentes encontram-se vários metais pesados, como por exemplo o cobre. O aprimoramento de novas técnicas de adsorção de metais pesados estão sendo estudadas¹, sendo que os sistemas analíticos de adsorção em fluxo contínuo, vem apresentando bons resultados em estações piloto de tratamento de efluentes líquidos. O objetivo do presente trabalho, é estudar a capacidade de adsorção de Cu(II) em dois materiais adsorventes diferentes, carboximetilamido e quitosana em uma coluna de adsorção de leito fixo.

Resultados e Discussão

A Figura abaixo, mostra o diagrama esquemático do experimento.

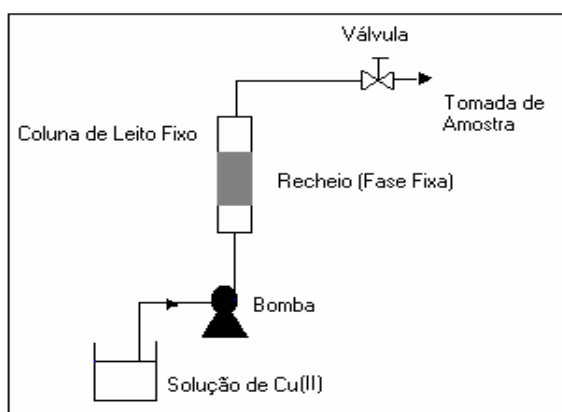


Figura 1- Diagrama esquemático do experimento.

Para realização do experimento foi utilizada uma solução 0,18M de CuSO₄. Uma bomba de deslocamento positivo de 0,55CV promoveu o escoamento da solução pelo sistema e uma válvula situada na saída da coluna controlou o fluxo a uma taxa de 2mL s⁻¹. Foram analisados dois suportes para a coluna: carboximetilamido e quitosana. A coluna foi empacotada com 3g de cada suporte. Amostras foram retiradas em intervalos de 5

minutos para análise de espectrofotometria UV/VIS, a 810nm. A capacidade de adsorção foi avaliada pelo valor da absorvância da amostra no instante considerado. Os resultados obtidos são mostrados na Figura 2.

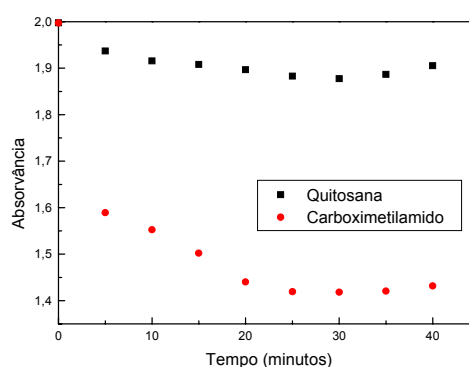


Figura 2 – Cinética de adsorção do Cu(II) em Carboximetilamido e Quitosana.

De acordo com os resultados podemos perceber que o carboximetilamido apresentou um maior poder de retenção do metal (cobre) em relação a quitosana. Outro dado importante é que em aproximadamente 35 minutos de operação, o material da fase fixa tende a saturar, diminuindo sua capacidade de adsorção.

Conclusões

A realização desse trabalho mostrou que o carboximetilamido pode ser utilizado como recheio para colunas de adsorção. Entretanto, novos estudos devem ser realizados de forma a verificar a influência de outras variáveis do processo para geração de resultados que possam ser utilizados para elaboração de um processo eficiente e barato.

Agradecimentos

À FUNCITEC/SC, INQUIL e UNISUL.

¹ Klug, M.; Giacomelli, M. B.; Gabriel, M.; Fabris, I. L.; Stüpp, V. Estudo da capacidade de adsorção de Cu(II), Zn(II) e Pb(II) pela quitosana. Livro de Resumos : 24ª Reunião Anual da SBQ. 2001

Estudo comparativo da remoção de corantes de efluentes têxteis através de quitosana em esferas e em pó.

Marilene Klug⁽¹⁾ (PQ), Dile P. Stremel⁽¹⁾ (PQ), Michel M. Mazzuco^{(1)*} (IC), Jefferson de Souza⁽¹⁾ (IC).

Universidade do Sul de Santa Catarina –UNISUL, Rua José Acácio Moreira, 787, Dehon, 88704-900 Tubarão, SC.
mmazzuco@ac.unisul.br

Palavras Chave: esferas, quitosana, corante.

Introdução

A quitina, polímero natural, encontrado em invertebrados marinhos, é a segunda maior fonte de biomassa de polissacarídeos. A quitosana é obtida a partir da hidrólise básica da quitina. A quitosana é um copolímero constituído de unidades $\beta(1\rightarrow4)$ -2 amino-2-desoxi-D-glicopirranose e $\beta(1\rightarrow4)$ -2-acetamina -desoxi-D-glicopirranose. A quitina e a quitosana podem ser aplicadas em tratamento de águas e efluentes, materiais dentários, na indústria têxtil, de alimentos entre outros. A quitosana apresenta características como biocompatibilidade, biodegradabilidade, bioatividade e não traz toxicidade aos seres humanos. A quitosana tem sido empregada para a confecção de cápsulas e esferas pois nesta forma apresenta maior resistência mecânica para ser utilizada em colunas cromatográficas e apresentar uma maior área superficial favorecendo assim a adsorção. Neste trabalho foram preparadas esferas de quitosana⁽²⁾ para remoção de corantes de efluentes têxteis e sua eficiência foi comparada com a quitosana em pó.

Resultados e Discussão

O grau de desacetilação da quitosana foi determinado pelo método de Broussignac, obtendo-se em média 80%. As esferas de quitosana foram preparadas gotejando-se uma solução de quitosana em ácido acético a 3% em solução de hexametáfosfato de sódio (4,5%*m/v*), a pH 6,5, sob agitação durante 30 minutos a temperatura ambiente. Após a neutralização, as esferas foram secas em estufa com circulação de ar a 50° C, durante 24 horas. Estudou-se a faixa de pH para obter o valor ideal de adsorção, sendo este em torno de 6,5. O efluente apresentava um pH alcalino, em torno de 10. Ajustou-se então o pH do efluente através da adição de ácido clorídrico 0,1 M. O efluente foi filtrado, a seguir retirada uma alíquota de 15mL e diluída para 100 mL. Esferas de quitosana (0,1 a 1,0g) foram adicionadas a 50 mL do efluente diluído e agitadas num banho Dubnoff a temperatura de 25°C. Alíquotas de 5 mL foram retiradas e a leitura realizada em um espectrofotômetro, UV/Vis da Varian, modelo Cary, no comprimento de onda de absorção máxima, 613 nm. O mesmo procedimento foi realizado com a quitosana em pó. As figuras 1 e 2 apresentam os resultados das

cinéticas realizadas nas mesmas condições com a quitosana em pó e esferas.

Figura 1. Cinética de adsorção de 0,5g de esferas de quitosana.

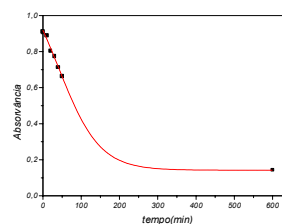
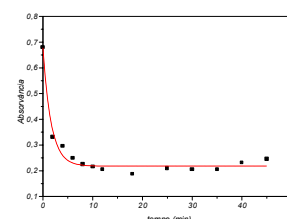


Figura 2. Cinética de adsorção de 0,5g de quitosana em pó.



As esferas de quitosana assim como também a quitosana em pó foram deixadas em contato com o efluente durante 24 horas tempo que foi considerado como o tempo infinito. No caso das esferas a absorvância foi reduzida em 90% e permaneceu constante. Na quitosana em pó, depois de 2 horas de contato iniciou-se o processo de dessorção.

Conclusões

Observou-se que as esferas são mais eficientes na remoção dos corantes do que a quitosana em pó, além de apresentarem a vantagem de não apresentarem o fenômeno da dessorção, sendo uma excelente alternativa para a remoção dos corantes empregados nas indústrias têxteis.

Agradecimentos

UNISUL-GEPEQ

¹Angelova, N.; Hunkeler, D.; J. Biomater. Sci. Polymer Edn, **2001**, 12, 1317.

² Klug, Marilene ; Streme Dile P.; Mazzuco, Michel Martins et all Reunião Regional da SBQ Sul, **2002**, Livro de resumos, 242.

Aplicação da cromatografia eletrocínética micelar (MECK) para determinação de triazinas.

Plínio Luiz Kroth (PG), Márcia da Silva Rocha (PQ), André Jablonski (PQ).

Departamento de Engenharia de Minas, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Av. Osvaldo Aranha, 99/513, Porto Alegre, RS, Brasil. E-mail: plinio@ppgem.ufrgs.br

Palavras Chave: Triazinas, eletroforese, MECK-DAD.

Introdução

Herbicidas triazínicos são amplamente usados no controle de ervas em diversas culturas. Devido sua lenta degradação, alcançam o ambiente aquático através da aplicação direta, deflúvio agrícola e lixiviação e, portanto, devem ser controlados nas águas de consumo humano, uma vez que foram relatados aumentos de tumores nos testes com animais¹. Diversas técnicas têm sido aplicadas na determinação de triazinas² e, mais recentemente, a técnica de Eletroforese Capilar, nos seus vários modos de operação, tem demonstrado ser uma excelente alternativa aos métodos convencionais de análise, devida sua alta eficiência de separação em curtos tempos de análise, uso de pequenos volumes de amostra (nanolitros), e muito baixo, quando necessário, consumo de solventes orgânicos.

O objetivo deste trabalho foi avaliar os parâmetros experimentais que afetam a separação das triazinas (atrazina e simazina) pela técnica de cromatografia eletrocínética micelar (MECK) e estabelecer uma metodologia que permita uma avaliação segura dos níveis destes compostos nas águas destinadas ao consumo humano, conforme estabelecido pela Portaria 1469 do Ministério da Saúde.

Resultados e Discussão

As separações foram realizadas em capilar de 75µm de diâmetro interno e 48,5cm de comprimento, instalado num equipamento de eletroforese capilar (HPCE 3D) com detecção DAD. Um estudo detalhado foi conduzido sobre as variáveis que afetam o sistema, ambas aquelas que afetam a introdução da amostra no capilar e aquelas que afetam as separações. Inicialmente foram avaliados os principais parâmetros que afetam a separação. Tampão borato (pH 9,2) e tampão fostato (pH 7,0) foram usados para separação de atrazina e simazina, variando-se a concentração de 5 a 50mM, ambos na presença de SDS (dodecil sulfato de sódio) usado como pseudofase estacionária, variando a concentração de 10-50mM. Com a elevação da concentração de tampão e SDS, foram verificados aumentos nos tempos de migração, devido à diminuição do potencial zeta e a conseqüente diminuição do fluxo eletrosmótico. Separações em pH mais elevados reduziram o tempo de migração, porém com perda de resolução.

Menores tempos migração foram obtidos com a aplicação de voltagens mais elevadas, porém resultando em altas intensidades de corrente acima de 22kV, ocasionando freqüente queda de corrente elétrica, principalmente quando a amostra foi introduzida em água. A injeção de amostras dissolvidas em solução tampão diluída e adição de solvente orgânico tem proporcionado melhores sinais analíticos (altura e área de pico), conforme demonstrado na Figura 1.

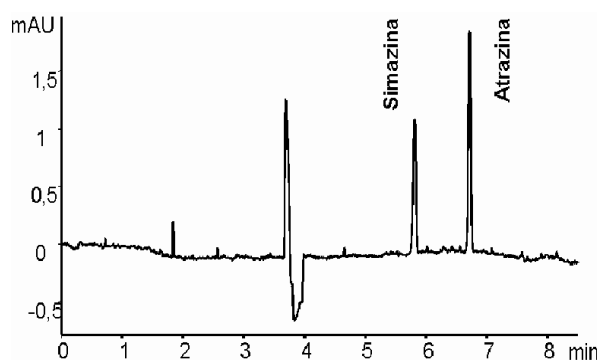


Figura 1. Eletroferograma obtido nas condições otimizadas: tampão borato 10 mM, 50 mM de SDS, pH 9,2. Injeção de 5s de padrão 0,5 mg L⁻¹ em 10 mM borato + 5% de metanol e aplicação de 22kV.

As características analíticas de repetitividade e detectabilidade dos compostos em estudo mediante a metodologia MECK-DAD são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Características analíticas.

	Repetitividade (% RSD)		LOD (µg L ⁻¹)
	Área (pico)	Migração (min)	
Atrazina	2,1	1,2	35
Simazina	1,9	1,7	18

Conclusões

A técnica MECK-DAD proporciona excelente separação de triazinas, porém os limites de detecção ainda são insuficientes para análises em amostras ambientais, e requer portanto, pré-concentração da amostra.

¹Sathiakumar, N.; Delzell, E. A review of epidemiologic studies of triazine herbicides and cancer. *Critical Reviews in Toxicology*. **1997**, 27, 599.

²Dean, J. R.; Wade, G.; Barnabas, I. J. *J. Chromatography A*. **1996**, 733, 295.

Discussão de metodologia de controle de componentes ambientais em áreas de resíduos carbonosos

Ismael Pedro Bortoluzzi⁽¹⁾ (PQ)*, Maria Ana Pignatel Marcon (PQ), Charlene Albino da Rosa⁽¹⁾ (IC), Daniela Gomes Fraga⁽¹⁾ (IC), Luis Felipe Silva Oliveira (IC)

(1) Universidade do Sul de Santa Catarina – UNISUL, Av. José Acácio Moreira, 787 – 88704-900 – Tubarão - SC
ismael@unisul.br

Palavras Chave: Oxidação, Metais pesados

Introdução

A precipitação de óxi/hidróxidos de metais é concomitante com o aumento de pH. Uma das características das áreas contaminadas por mineração e beneficiamento de carvão é a presença de pH muito baixo em função da oxidação de piritas que produzem ácido sulfúrico cuja neutralização ocorre por dissolução de ferro e outros metais. Esses metais podem ser precipitados por neutralização/oxidação estagiada.

Procedimento

Adição de oxidante e medida da velocidade de sedimentação para o ferro; adição de soda para precipitação posterior de outros elementos com obtenção de outros óxi/hidróxidos, como de alumínio, magnésio e manganês com acompanhamento de pH por potenciometria.

Discussão e Resultados

O gráfico 1 representa o logaritmo da concentração do elemento presente X pH. A faixa de interesse será de zero a -5 de concentração, que representa 0,00001M e 1M cujo log é zero.

O ferro é o contaminante mais presente em águas, por isso tem especial importância. Pode-se notar que, em concentração 1M o pH de suporte é aproximadamente 1,5. À medida que é adicionada base (NaOH), nota-se que sua concentração diminui e o pH aumenta, chegando a $\pm 3,0$. Aqui, o $Fe^{(III)}$ solúvel deixa de existir.

Como o $Fe^{(III)}$ é muito pouco solúvel, sua eliminação pode ser feita pela oxidação de $Fe^{(II)}$ para $Fe^{(III)}$, o que o torna insolúvel. Oxidantes que foram testados são peróxidos e hipoclorito. Outros elementos podem ser eliminados de forma similar por aumento posterior de pH. A granulometria do óxi/hidróxido de ferro é dependente do pH.

O gráfico 2 mostra a curva de titulação para uma amostra "natural". Cada inflexão representa o ponto de equivalência ou ponto de neutralização para um componente. Significa dizer que, neste ponto, o elemento solúvel foi eliminado. Ele vem reafirmar o que foi dito anteriormente para o ferro em $pH \pm 3,0$. Assim podem ser avaliados como importantes os pontos de pH 3; 5,0; e, provavelmente, ao redor de 6,0; 8,0 e 9,0, correspondendo a componentes com

precipitação nesses pH. As cores dos precipitados indicam razoável separação, entretanto, a adsorção superficial é um fator de contaminação.

Foram obtidos precipitados em diversas faixas de pH que estão em estudos quanto à utilização como pigmentos e agregados para plástico. Sua utilização é importante para diminuição do custo final do tratamento de águas ácidas provenientes de resíduos de carvão.

Gráfico 1. Concentração do elemento presente X pH.

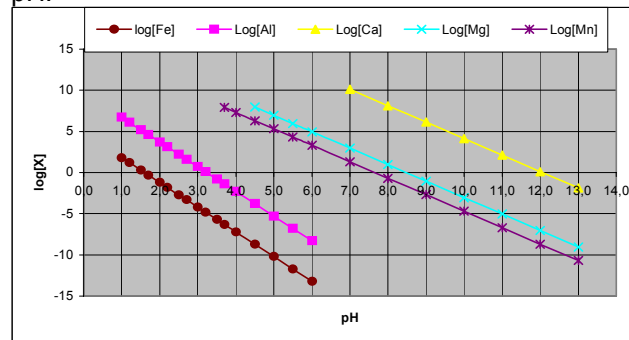
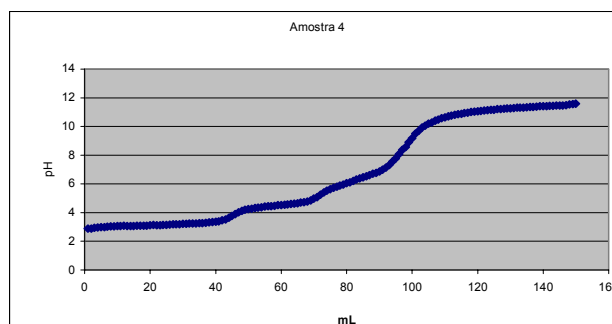


Gráfico 2. Estudo da determinação de pH limite para precipitação estagiada de metais por titulação ácido/base acompanhada por potenciometria.



Conclusão

A precipitação estagiada por oxidação e correção de pH é satisfatória para obter óxido de ferro de boa aparência, entretanto, cabe estudar composição e impurezas principalmente nos demais precipitados.

1 BAIRD, V Química Ambiental. 2002. BOOKMAN Porto Alegre.
2 La GREGA E OUTROS Tratamento de Resíduos Sólidos. McGrawHill, Madrid, 1998.

Impactos dos dejetos líquidos dos cativeiros de camarões sobre as águas do complexo lagunar/SC

Jackson Vicente João (IC)*, Tânia Martins Rodrigues (PQ), Vanderlei Gageiro Machado (PQ), Jair Juarez João(PQ)

Universidade do Sul de Santa Catarina, Pró-Reitoria Acadêmica, CENTEC, Grupo de Pesquisas em Catálise Enzimática e Síntese Orgânica - 88704-900, Tubarão/SC.

e-mail: jackson10@ac.unisul.br

Palavras Chave: Complexo Lagunar, carcinicultura, monitoramento.

Introdução

Nas últimas décadas, a carcinicultura marinha no Brasil teve um crescimento vertiginoso, em função da demanda de países como os Estados Unidos, Japão e alguns países europeus no consumo de camarões. O Complexo Lagunar na Região Sul Catarinense, formado pelas lagoas de Santo Antônio, Imaruí e Mirim, é um dos maiores criadouros naturais de camarão do país. Este complexo, possui baixa capacidade de autodepuração devido à circulação restrita das águas. Em decorrência da falta de planejamento estratégico, fundamentados em tecnologia inovadoras de monitoramento de águas, o Complexo Lagunar está sofrendo com o excesso de poluentes produzido pelos cativeiros de camarões, prejudicando não somente o ecossistema como também as águas do Complexo Lagunar. Os contaminantes de origem terrestre (sedimentos finos) e orgânica nas águas das lagoas podem atingir diretamente o pescador, que sobrevive da pesca artesanal. Além disso, o impacto da construção de tanques de camarões pode promover a queda da produtividade da pesca nas lagoas. Já existe evidências da queda de produção nas lagoas. Os dados mostram que em 1976 um pescador capturava em média 15 kg/dia de camarões, em 2002 esta média caiu para 2 kg/dia. Existe a necessidade de um monitoramento de indicadores de qualidade das águas de saída do cativeiro de camarão, a fim de promover a preservação das espécies do meio, proporcionando desta forma um equilíbrio no ecossistema das lagoas e não prejudicando as espécies marinhas presentes na mesma. O presente trabalho visa identificar a potencialidade dos impactos provenientes das águas dos cativeiros de camarões sobre as águas do Complexo Lagunar/SC e as causas e os efeitos sobre o ecossistema da mesma.

Resultados e Discussão

A prática corrente para fertilização prévia, e o reciclo da água do viveiros com a água das lagoas pode comprometer a qualidade da água, prejudicando assim as espécies nativas, diminuindo desta forma, a pesca artesanal. O controle dos níveis adequados de algumas variáveis físico - químicas são de importância para o sucesso dos cultivos e para uma melhor qualidade da água no Complexo Lagunar. Assim, executou-se o plano de controle e monitoramento de dois pontos estratégicos (água da saída do cativeiro e a água da lagoa), em

períodos diferentes de coleta, considerando os parâmetros como: pH, DBO, óleos e graxas, oxigênio dissolvido, nitrogênio amoniacal, sulfeto, DQO, fósforo, nitrogênio, ferro, cálcio e sólidos sedimentáveis. Os períodos considerados para as coletas foram selecionados de acordo com o cultivo de camarões, antes, durante e depois do período do cultivo. Os resultados mostram que durante o cultivo, a concentração de poluentes na água da saída do cativeiro foi superior aos valores encontrados para água da lagoa. Por exemplo, água da saída do cativeiro: DQO = 205 mgL⁻¹ DBO = 40 mgL⁻¹; Ca = 222 mL⁻¹; óleos e graxas = 12 mgL⁻¹; sulfetos = 1,4 mgL⁻¹ e sólidos sedimentáveis = 1,0 mL⁻¹h⁻¹ e a água da lagoa: DQO = 35 mgL⁻¹ DBO = 2,0 mg L⁻¹; Ca = 1,0 mgL⁻¹; óleos e graxas = 2,2 mgL⁻¹; sulfetos = 0,7 mgL⁻¹ e sólidos sedimentáveis = < 0,1mLL⁻¹h⁻¹. É importante salientar que água contaminada dos viveiros é despejada de volta nas lagoas (reciclo) e que após o cultivo, acumula um percentual maior de impurezas na água do Complexo Lagunar. Os valores obtidos para a água da lagoa após o cultivo foram: DQO = 55 mgL⁻¹, DBO = 20 mgL⁻¹; Ca = 540 mgL⁻¹; óleos e graxas = 10 mgL⁻¹; sulfetos = 1,2 mgL⁻¹ e sólidos sedimentáveis = 0,4 mL⁻¹h⁻¹. Estes resultados mostram que é indispensável o cuidado e o tratamento da água da saída do cativeiro, pois diversas espécies aquáticas de importância econômica utilizam as margens dos manguezais para sua reprodução ou para desenvolvimento de estágios de seus ciclos de vida.

Conclusões

Considerando os parâmetros analisados, tanto para o amostra da água da saída do cativeiro como para a amostra de água das lagoas, fica evidente a falta de tratamento da água utilizada nos viveiros. Este fator é um indicador da necessidade de um tanque para o tratamento da água que sai do cativeiro para as lagoas. Em uma próxima etapa, pretende-se identificar a matéria orgânica presente nas águas dos viveiros de camarões, fim de sistematizar uma metodologia para tratamento da água que sai do cativeiro para as lagoas.

Agradecimentos

À UNISUL, FUNCITEC/SC

1-Maia, E.P. *Cultivo de camarões marinhos no Brasil: realidade e perspectivas*. João Pessoa MCR Aquicultura Ltda. 1995. 50 p.

Estudo do lodo da ETA de Maringá (PR) e seu possível destino

Marina Moura Morales¹ (IC), Dirseu Galli¹ (TC), Eurica Mary Nogami¹ (PQ), Ervim Lenzi¹ (PQ)*

¹ - Departamento de Química - Universidade Estadual de Maringá, Av. Colombo 5790, CEP 87020-900, Maringá, PR.

* elenzi@maringa.com.br.

Palavras Chave: resíduo de ETA, tratamento de água, destinação de resíduo.

Introdução

O crescimento demográfico com a formação de núcleos urbanos cada vez maiores e a conseqüente atividade antrópica gera os mais diversos tipos de resíduos¹ cuja destinação é um permanente desafio a todos, principalmente aos pesquisadores.

Em função das características físicas e químicas próprias da água, tais como: fluidez, tensão superficial, fácil deslocamento superficial e subterrâneo, solvente universal, entre outras, acopladas ao ciclo hidrológico contaminou-se pelos rejeitos que o homem descarta sem o mínimo de preocupação, comprometendo os recursos hídricos, a saúde e a qualidade de vida². A água servida à comunidade de Maringá (PR), com exceção de uma pequena fração composta de águas subterrâneas, é obtida do rio Pirapó, que até o ponto de captação drena uma bacia hidrográfica de 1.180 km², em cujo espigão, divisor de águas da mesma, encontra-se uma dezena de cidades, entre elas: Apucarana, Jandaia, Mandaguari, Astorga, Araçongas, Triângulo, Cambira, Marialva, etc, cujos resíduos totais ou parciais afluem ao rio Pirapó. A atividade agrícola exercida na bacia hidrográfica, muitas vezes de forma incorreta, reflete também o tipo de água que chega à ETA para o respectivo tratamento. A Companhia de Saneamento do Paraná – SANEPAR, regional de Maringá é a responsável pelo tratamento da água servida à população de Maringá. O presente trabalho teve o objetivo avaliar o resíduo da ETA de Maringá, no tocante ao teor de metais pesados, macro e micro-nutrientes, analisar a temporalidade de alguns metais e avaliar uma possível destinação final do lodo da ETA.

Resultados e Discussão

Foram feitas coletas do lodo da ETA no período de 1996 a 2002. As amostras destinadas à análise do mercúrio (Hg) previamente armazenadas e após, preparadas, foram decompostas com água régia num sistema com refluxo. As amostras destinadas à análise dos demais elementos metálicos e o fósforo, previamente preparadas, foram submetidas a uma digestão ácida com HNO₃, HClO₄ e HF³. A concentração dos metais foi determinada pelo método da espectroscopia de absorção atômica, modalidade chama e modalidade gerador de vapor (Hg). A concentração do N foi determinada pelo

método de Kjeldhal e a matéria orgânica mediante determinação de carbono pelo método da sua oxidação com excesso de K₂Cr₂O₇ e posterior titulação. O P foi determinado pelo método espectrofotométrico do UV-Vis do complexo formado com o molibdato de amônio. Os resultados, em termos de intervalo de valores médios, médias globais, foram os seguintes: Pb, 5,70–411 e 147 µg g⁻¹; Cr, 24,6–195 e 85,5 µg g⁻¹; Cd, n.d.-6,56 e 2,42 µg g⁻¹; Ni, 21,0-66,0 e 48,9 µg g⁻¹; Cu, 2,0–1.320 e 445 µg g⁻¹; Zn, 80,0–943 e 527 µg g⁻¹; Co, 12,0–95,0 e 46,2 µg g⁻¹; Hg, 0,10–21,7 e 10,9 ng g⁻¹; Mn, 0,080–12,8 e 2,09 mg g⁻¹; Fe, 11,5–185 e 75,7 mg g⁻¹; Ca, 0,14–24,6 e 7,29 mg g⁻¹; Mg, 0,33–4,30 e 1,99 mg g⁻¹; K, 0,25–7,78 e 2,06 mg g⁻¹; P, 1,05–8,20 e 2,89 mg g⁻¹; Al, 2,05–13,4 e 6,86 %; S, 0,60– 1,04 e 0,75 %; C, 1,30–16,5 e 5,80 %. Os resultados mostram um aumento da concentração dos metais pesados Pb, Cr e Cd com o tempo, bem como, dos macro-nutrientes Ca, K e P, apontando para uma poluição e degradação da bacia.

Conclusões

O aumento da concentração dos metais pesados, Pb, Cr e Cd no período de 1996 a 2002 pode refletir descartes de efluentes industriais no ambiente da bacia hidrográfica do rio Pirapó; o aumento da concentração dos macro-nutrientes Ca, K e P nos lodos da ETA pode indicar um aumento na degradação de solo na bacia. Os resíduos da ETA de Maringá podem ser reciclados em aplicações de recuperação do solo.

Agradecimentos

A Equipe de Trabalho agradece o apoio financeiro dado pela Fundação Araucária (Curitiba, PR).

¹ LIMA, L. M. Q. Tratamento do Lixo. São Paulo: HEMUS Editora Ltda., 1985. p. 09 - 15

² PRZYBYSZ, L.C.B., GUIDI, E.F. Uso adequado dos sistemas de coleta e tratamento de esgotos domésticos – enfoque ambiental. Sanare, v. 7, n. 7 p. 20-23, 1997.

³ Van LOON, J.C. Selected Methods of Trace Metal Analysis: Biological and Environmental Samples. Toronto: John Wiley & Sons, 1985. 357 p.

Monitoramento da qualidade dos combustíveis comercializados na cidade de Pelotas

Eloisa Elena Hasse de Sousa (PQ)^{*}, José Rosa Silva (PQ), Júlia Maria Machado de Ávila (PQ), Kátia Regina Lemos Castagno (PQ), Luiza Placidina da Luz (PQ), Maritana Farias (PQ), Pedro José Sanches Filho (PQ), Carina Ramson de Souza (IC), Glauco Rasmuffen Betemps (IC)

Curso de Química do Centro Federal de Educação Tecnológica de Pelotas, CEFET/RS, eloisa@cefetr.rs.br

Palavras-chaves: combustíveis, monitoramento

Introdução

O Curso de Química do Centro Federal de Educação Tecnológica de Pelotas - CEFET/RS, implantou no ano de 2002 o Laboratório de Combustíveis (LACOM) em parceria com a Universidade Federal do Rio Grande do Sul - UFRGS, através do projeto CTPETRO-QUALICOM-RS, visando a criação de uma rede de laboratórios para acompanhamento da qualidade dos combustíveis no estado do Rio Grande do Sul.

O monitoramento da qualidade dos combustíveis é uma necessidade crescente, pois a adulteração da gasolina acarreta problemas nos motores dos veículos e aumenta a poluição atmosférica. Comercialmente, proporciona a sonegação fiscal, pois o solvente e o álcool adicionados à gasolina não recolhem tributos, portanto, há perda na arrecadação estadual e federal de impostos e concorrência desleal entre os postos de combustíveis. No estado do Rio Grande do Sul, tem-se 2076 postos que comercializaram 1 956 932 m³ de gasolina automotiva no ano de 1999.

O presente trabalho buscou analisar a qualidade da gasolina e do óleo diesel comercializados na cidade de Pelotas.

Resultados e Discussão

A amostragem, bem como os métodos de análise da determinação da densidade, teor de álcool etílico anidro (AEAC) e destilação nas amostras de gasolina e determinação de densidade e destilação no diesel foram realizados segundo as normas da ABNT: NBR 13992, NBR 7148 e NBR 9619.

Executou-se as curvas de destilação no destilador automático da marca Herzog HDA 627.

Conclusões

Os resultados obtidos concordam com os padrões estabelecidos pela Agência Nacional de Petróleo – ANP, o que atesta a qualidade satisfatória dos combustíveis comercializados nos postos de abastecimento amostrados.

Agradecimentos

UFRGS, CEFET/RS, FUNCEFET

Modelo de especiação da alcalinidade da água do mar

Marlon de Souza Silva¹ (PG), Erineu Schwingel² (PQ), Bruno Szpoganicz^{3*} (PQ), Melissa P. V. da Silveira³ (IC), Renata Cavellucci³ (IC), Ana Paula N. Gomes³ (IC)

¹Departamento de Química, Universidade Federal do Amazonas, ²Departamento de Engenharia Ambiental, Universidade do Sul de Santa Catarina, ³Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina.

*bruno@qmc.ufsc.br

Palavras Chave: modelo potenciométrico, especiação, alcalinidade

Introdução

Este trabalho tem o objetivo de construir um modelo potenciométrico para a determinação da alcalinidade das águas naturais e a sua especiação, baseado nos equilíbrios ácido-base das espécies que contribuem para a alcalinidade. A Alcalinidade total (A_T) é definida como a quantidade de moles de íons hidrogênio equivalente para o excesso de aceptores de prótons (bases formadas de ácidos fracos com constante de dissociação $K \leq 10^{-4,5}$, a 25 °C e $\mu = 0$) sobre doadores de prótons (ácidos com $K > 10^{-4,5}$) em 1 Kg de água do mar. $A_T = [\text{HCO}_3^-] + 2 [\text{CO}_3^{2-}] + [\text{B}(\text{OH})_4^-] + [\text{OH}^-] + [\text{SiO}(\text{OH})_3^-] + 2 [\text{PO}_4^{3-}] + [\text{HPO}_4^{2-}] - [\text{H}^+] - [\text{HSO}_4^{2-}] - [\text{HF}] - [\text{H}_3\text{PO}_4] +$ bases desconhecidas (substâncias húmicas).

Entre várias propriedades importantes que essas espécies exercem, destaca-se o efeito tampão, mantendo o pH da água constante e permitindo que se desenvolvam as formas de vida marinha que hoje conhecemos. A alcalinidade é portanto, importante para o controle da qualidade das águas naturais.

da alcalinidade de águas do mar sintéticas, onde as concentrações dos componentes são previamente conhecidas e posteriormente com águas marinhas naturais da região costeira de Laguna (canal e farol de Santa Marta) e Imbituba (praia da Vila), sul de Santa Catarina.

Tabela 1. Concentração das principais espécies responsáveis pela alcalinidade das águas naturais (mmoles/L)

	Carbonato	Fosfato	Borato	Silicato
Sintética	$9,52 \times 10^{-2}$	$3,2 \times 10^{-4}$	$1,00 \times 10^{-4}$	$3,00 \times 10^{-5}$
Canal Laguna	$7,95 \times 10^{-2}$	$3,00 \times 10^{-4}$	$5,19 \times 10^{-2}$	$2,78 \times 10^{-3}$
Farol Laguna	$9,50 \times 10^{-2}$	$6,00 \times 10^{-4}$	$8,71 \times 10^{-2}$	$4,47 \times 10^{-4}$
Praia Vila Imbituba	$8,85 \times 10^{-2}$	$6,63 \times 10^{-3}$	$5,50 \times 10^{-2}$	$9,50 \times 10^{-4}$

Resultados e Discussão

Estudos de equilíbrio foram realizados por titulação potenciométrica e as constantes de formação determinadas possibilitaram montar gráficos de distribuição das espécies detectadas e caracterizadas em solução. As constantes desses equilíbrios foram calculadas nas mesmas condições de força iônica encontrada na água do mar, mantendo-a constante, juntamente com a temperatura. As medidas foram realizadas com o auxílio de um pHmetro Corning 350 equipado com eletrodo combinado Ag/AgCl. O método envolve a adição gradual de ácido numa célula fechada e o uso de algoritmos elaborados para determinar os pontos de equivalência na curva de titulação. Os cálculos dos milimoles das espécies que contribuem para a alcalinidade, tabela 1, foram realizados com o programa BEST7, cujos dados de entrada são os logaritmos das constantes de protonação das espécies, o volume experimental da água, os incrementos de ácido e os correspondentes valores de pH. As curvas de distribuição das espécies químicas foram determinadas e montadas com auxílio dos programas SPE/SPEPLOT. A metodologia desenvolvida foi testada na especiação

Conclusões

Embora o oceano seja uma mistura complexa de componentes, informações adequadas podem ser adquiridas pela análise dos seus constituintes e das constantes de protonações, conhecidas e estimadas, das espécies responsáveis pela alcalinidade. O modelo escolhido confirma que a especiação da água do mar pode ser feita através de titulações potenciométricas.

Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro da FUNCITEC.

¹ Dickson, A. G. *Deep-Sea Research*. 1981, 28A(6), 609.

² Bradshaw, A. L., Brewer, P. G., Shafer, D. K., Williams, *Earth and Planetary Science Letters*. 1981, 55, 99.

³ Neal, C. *The Science of the total environment*. 2001, 265, 99.

⁴ Dyrssen, D. *Acta Chimica Scandinavica*. 1965, 19, 1265.

Aplicação em um sistema de pré-concentração em linha utilizando uma resina quelante desenvolvida pela técnica via spray drying

Amarildo Otavio Martins¹ (PG), Edson Luiz da Silva¹ (PG), Eduardo Carasek¹ (PQ), Rogério Laus¹ (IC), Mauro Cesar Marghetti Laranjeira¹ (PQ), Valfredo Tadeu de Fávère¹ (PQ). favere@qmc.ufsc.br

1 - Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC

Palavras Chave: resina quelante, quitosana.

Introdução

Uma tendência atual é a modificação de matrizes poliméricas para a obtenção de materiais mais versáteis e de baixo custo. As resinas quelantes, no campo da química analítica, apresentam contribuições significativas, devido à necessidade do desenvolvimento de novas metodologias analíticas para a separação e pré-concentração de analitos, presentes em amostras ambientais a nível de traços e ultra-traços. Estas resinas possuem grupos funcionais quimicamente ligados a uma matriz polimérica, os quais podem formar quelatos com íons metálicos. A formação de quelatos na fase sólida pode ser afetada por diferentes fatores, tais como a atividade química do grupo complexante, a natureza física da matriz polimérica, a carga do íon hidratado, pH da solução, e a metodologia de obtenção da resina quelante. As partículas obtidas pela técnica de secagem via spray drying, consistem fundamentalmente na retirada do solvente, estas partículas estão na ordem de microns com uma distribuição uniforme em relação ao seu tamanho.

Resultados e Discussão

A solução contendo quitosana e sulfoxina foi injetada no aparelho spray drying (Büchi B-191) através de uma bomba peristáltica, com uma taxa de aspiração de 10%. Após a evaporação do solvente (180 °C) o mesmo era purgado por um sistema de filtragem em linha. O produto na forma de microesferas secas era coletado por gravidade na parte terminal do aparelho. As microesferas de quitosana imobilizadas com o agente complexante sulfoxina foram lavadas com álcool, para a retirada do excesso de grupo complexante não adsorvidos no biopolímero. Em seguida as mesmas foram lavadas com água e reticuladas com glutaraldeído, conferindo às microesferas maior resistência a condições extremas de pH e temperatura. Foram realizados ensaios de TG (análise termogravimétrica), análise de infravermelho, análise de difração de Raio-X, cálculo da área superficial do material obtido antes e após a técnica via spray drying. O sistema de pré-concentração em linha empregado, foi constituído de uma bomba peristáltica, quatro válvulas solenóides de três vias e uma minicoluna de Teflon, preenchida com 80 mg do sorvente, o qual foi acoplada ao espectrômetro de absorção atômica com chama. A minicoluna,

com 60 mm de comprimento e 3 mm de diâmetro interno, foi preenchida em ambas extremidades com pequena quantidade de lã de vidro. O método proposto foi aplicado na análise de água potável e água da Lagoa do Peri, Florianópolis, SC. Com a finalidade de avaliar a exatidão do procedimento de pré-concentração, foi realizado testes de recuperação. As amostras de água foram previamente filtradas antes da análise. Foram tamponadas e analisadas. Cada amostra foi analisada em triplicata. Inicialmente, as recuperações de cobre e cádmio ficaram entre 81,6 e 90,9 % e limites de detecção 0,3 µg L⁻¹. Para melhorar a recuperação do analito, foram adicionados 60 µL de NaCl 10% (m/v) nas amostras de cobre e cádmio. A resina quelante desenvolvida neste trabalho a partir do biopolímero quitosana e o ligante sulfoxina, apresentou um ótimo desempenho analítico utilizando uma minicoluna, juntamente com a facilidade de obtenção do material via spray drying. A resina quelante demonstrou ser quimicamente estável e capaz de pré-concentrar metais de transição por análise de injeção em fluxo a vazões altas o que aumenta a eficiência da análise.

Conclusões

A aplicabilidade desta resina quelante foi comprovada com as amostras reais apresentando ótima eficiência nas recuperações, e baixos limites de detecção. Portanto, a técnica de obtenção via spray drying, possibilita o desenvolvimento de novos materiais pré-concentradores de íons de metais na forma de resina quelante. O método proposto apresentou boa exatidão, resultando recuperações na faixa de 94,3 a 99,3 % após as otimizações.

Agradecimentos

CNPq, UFSC, QUITECH

Maeda, H.; Egawa, H. *Journal of Applied Polymer Science*. **1987**, 33, 1275.

Muzzarelli, R. A. A. *Analytica Chimica Acta*. **1971**, 54, 133.

Inoue, K. Yoshizuka, K. Ohto, K. *Analytica Chimica Acta*. **1999**, 388, 209.

Carasek, E. *Talanta*. **2000**, 51, 173.

Determinação dos parâmetros físico-químicos e de metais em amostras de água, solo e macrófitas da Lagoa dos Patos – MS.

Marcela Boroski¹ (IC), Angela C. Rodrigues¹ (IC), Júlio César Rodrigues de Azevedo^{2*} (PG), Jorge Nozaki^{1,2} (PQ).¹Departamento de Química, Universidade Estadual de Maringá – Maringá - PR

²PELD/PEA-NUPÉLIA, Universidade Estadual de Maringá – Maringá – PR/CEFET-PR

*jrazevedo@nupelia.uem.br

Palavras Chave: metais, sazonalidade, .

Introdução

A planície de inundação do alto rio Paraná é composta por um grande número de ambientes aquáticos, podendo-se destacar canais secundários, ressacos, distributários com características de habitats semi-lênticos, lagoas temporárias e permanentes. Estes últimos ambientes são fundamentais para o funcionamento da planície, pois em sua maioria conservam uma lâmina de água mesmo durante os períodos de águas baixas, constituindo-se em refúgio para várias espécies aquáticas. Apresentam também uma considerável variabilidade quanto às características limnológicas, que está associada ao regime hidrológico do rio Paraná (Thomaz et al, 1992a; b, 1997; Pagioro et al., 1997). Segundo estes autores, durante as águas altas, os aportes de material em decomposição da planície provocam acentuados decréscimos das concentrações de oxigênio dissolvido (que podem atingir a anoxia) e um aumento das concentrações de nutrientes nas lagoas. Neste estudo foram desenvolvidas análises físico-químicas e de metais pesados na água, solo e em macrófitas, com a finalidade de verificar a variação sazonal destes parâmetros e da correlação entre os metais nas diferentes amostras.

Resultados e Discussão

As coletas foram realizadas bimestralmente, de mai/02 a mar/03, na Lagoa dos Patos – MS (22°49'33.66"S; 53°33'9.9"W), pertencente à bacia hidrográfica do Alto Paraná. Foram amostrados nove pontos superficiais da coluna de água, três pontos de macrófitas e três pontos de solo.

Em campo, foram obtidos os perfis térmicos da coluna da água, oxigênio dissolvido (OD), transparência da coluna da água (m), com disco de Secchi de 0,30m de diâmetro; pH, condutividade elétrica, potencial redox (mV), turbidez (NTU) e a alcalinidade. As demais análises físico-químicas (nitrito, nitrito, clorofila-a, amônia, fosfato, fósforo total, nitrogênio orgânico e total, DQO, COD, absorvância e fluorescência) foram realizadas em amostras in natura e filtradas com membrana de éster de celulose 0,45 µm.

Foi determinada a concentração dos metais Al, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb e Zn, com o espectrômetro de absorção atômica Varian Spectra

AA 10 Plus, nas amostras de água, solo e macrófitas.

As análises de correlação de Pearson (intervalo de confiança de 95%) mais significantes entre as quantidades de metais na água e na macrófita foram: negativa entre Co dissolvido e Co e Cr na macrófita; negativa entre Ni dissolvido e Co, Cu, Ni e Pb na macrófita; negativa entre Pb dissolvido e Co, Cu, Ni e Pb na macrófita.

As duas primeiras componentes principais (PC1 e PC2) dos parâmetros físico-químicos explicaram 75,81% da variância total. Na PC1 ocorreu a formação de três grupos, os quais foram separados de acordo com a sazonalidade e com as condições físico-químicas do meio. Na PC1 as variáveis que apresentaram os maiores pesos positivos foram temperatura e condutividade e negativo o oxigênio dissolvido. Na PC2 a variável que apresentou o maior peso positivo foi o COD e negativo o pH.

Conclusões

Através das análises físico-químicas e dos metais observou-se que dois fatores influenciam diretamente: a sazonalidade (período de cheia e seca) e ventos, ocorrendo a entrada de material alóctone e resuspensão do sedimento, alterando a quantidade de COD, metais dissolvidos e outros parâmetros analisados. Também foi observada correlação negativa com a quantidade de determinados metais dissolvidos com a quantidade existente nas macrófitas.

Agradecimentos

Ao CNPq e a Fundação Araucária pelo suporte financeiro.

Thomaz, S.M.; Lansac-Tôha, F.A.; Roberto, M.C.; Esteves, F.A.; Lima, A.F. *D'Hydrobiologie Tropicale*, **1992a**, 25, 269.

Thomaz, S.M.; Roberto, M.C.; Lansac-Tôha, F.A.; Lima, A.F.; Esteves, F.A. *Acta Limnologica Brasiliensia*, **1992b**, 4, 32.

Pagioro, T. A., Roberto, M. C., Lansac-Tôha, F. A. *International Journal of Ecological Environmental Science*, **1997**, 23, 229.

Determinação de metais pesados através da extração seqüencial em amostras de sedimento na Lagoa dos Patos – MS.

Janaína L. de Oliveira¹ (IC), Angela C. Rodrigues¹ (IC), Júlio César Rodrigues de Azevedo^{2*} (PG), Jorge Nozaki^{1,2} (PQ).¹Departamento de Química, Universidade Estadual de Maringá – Maringá - PR

²PELD/PEA-NUPÉLIA, Universidade Estadual de Maringá – Maringá – PR/CEFET-PR

*jcazevedo@nupelia.uem.br

Palavras Chave: metais, biodisponibilidade, extração seqüencial, .

Introdução

Os efeitos causados ao meio ambiente através das atividades humanas, aceleram a dispersão de metais no meio ambiente pela alteração no seu ciclo geoquímico, provocando o aumento da concentração destes na água e consequentemente em sua biota.

A determinação da quantidade total de metais não indica quanto está biodisponível. Uma das maneiras empregadas é a determinação da concentração através da extração seqüencial e dos parâmetros físico-químicos como: pH, potencial redox, condutividade, concentração de substâncias quelantes (orgânicas e inorgânicas), verificando assim sua possível mobilidade e biodisponibilidade (Leleyter & Probst, 1999). O objetivo deste trabalho é obter o perfil anual das propriedades físico-químicas e dos metais neste ecossistema, bem como a elaboração de um banco de dados para monitorar as futuras influências antrópicas no sistema.

Resultados e Discussão

As coletas de água e sedimento foram realizadas bimestralmente, de maio/02 a março/03, na Lagoa dos Patos – MS (22°49'33.66"S; 53°33'9.9"W), Foram amostrados nove pontos. Em campo foi obtido o perfil térmico da coluna da água, oxigênio dissolvido (OD); pH, condutividade elétrica, potencial redox (mV), turbidez (NTU) e alcalinidade. As demais análises físico-químicas da água (nitrito, nitrito, fosfato, fósforo total, DQO, COD, nitrogênio total e metais) foram realizadas em amostras filtradas com membrana 0,45 µm. Nas coletas de sedimento empregou-se a draga do tipo Petersen modificada.

As extrações seqüenciais foram realizadas em sub-amostras (1,0000g ± 0,0001 de sedimento liofilizado) de maio/02 a março/03. Foram determinadas as concentrações dos metais Al, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb e Zn, com o espectrômetro de absorção atômica Varian Spectra AA 10 Plus, nas frações: trocável, ligada a carbonatos, aos óxidos de ferro e manganês e na matéria orgânica.

A figura 1 e os resultados obtidos na análise estatística das correlações (intervalo de confiança de 95%) indicaram correlação negativa entre pH e os metais Al, Cu, Fe, Ni e Pb. Houve correlação entre a quantidade de alumínio dissolvido com o

alumínio no sedimento; entre o ferro dissolvido com o alumínio e manganês do sedimento, entre o manganês dissolvido com o cobalto e níquel do sedimento. As duas primeiras componentes principais (PC1 e PC2) dos pontos P01, P02 e P03 explicaram 76,67 e 8,14 % da variância total, respectivamente. Na PC1 ocorreu a formação de três grupos, os quais foram separados de acordo com a sazonalidade (períodos de cheia e seca) e com as condições físico-químicas do meio (pH, potencial redox, condutividade, COD, frações seqüenciais e granulometria do sedimento). Na PC1 as variáveis que apresentaram os maiores pesos foram Al (0,4921), Cu (0,4637) e Mn (-0,4529). Na PC2 foram o Pb (0,4721) e Zn (-0,4150).

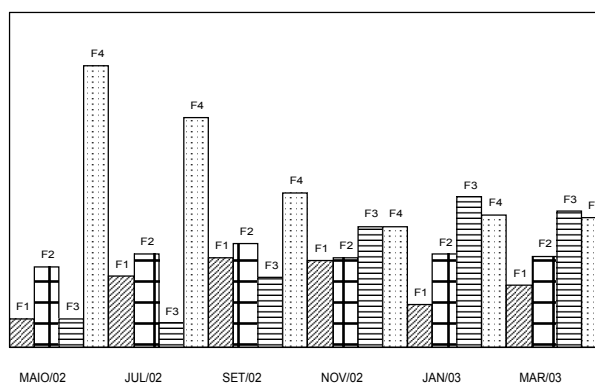


Figura 1. Variação da % na concentração de Cu nas diferentes frações e amostragem do ponto P01.

Conclusões

Através dos resultados obtidos observou-se que a quantidade de metais existentes no sedimento variam de acordo com a sazonalidade e as condições físico-químicas do meio, como pH, granulometria do sedimento e quantidade de carbono orgânico.

Agradecimentos

Ao CNPq a Fundação Araucária pelo suporte financeiro.

Leleyter L, Probst JL. *Int. J. Of Environ. Anal. Chem.*, 1999, 73 (2). 109.

Caracterização da matéria orgânica natural através da espectroscopia, UV-Vis e fluorescência.

Janaína L. de Oliveira¹ (IC), Marcela Boroski¹ (IC), Júlio César Rodrigues de Azevedo^{2*} (PG), Jorge Nozaki^{1,2} (PQ).¹Departamento de Química, Universidade Estadual de Maringá – Maringá - PR

²PELD/PEA-NUPÉLIA, Universidade Estadual de Maringá – Maringá – PR/CEFET-PR

*jcazevedo@nupelia.uem.br

Palavras Chave: Fluorescência, fúlvico, COD.

Palavras Chave: metais, sazonalidade, .

Introdução

A matéria orgânica natural, em ambientes aquáticos, é uma complexa mistura de substâncias provenientes de fontes alóctones e autóctones que podem ser classificadas em duas categorias: matéria orgânica húmica e não húmica. A matéria orgânica refratária pedogênica (MORP) apresenta cadeia carbônica essencialmente de anéis aromáticos e grupos carboxílicos e hidroxílicos ligados aos anéis aromáticos. Já matéria orgânica refratária de origem aquática (MORA) apresenta cadeia carbônica constituída principalmente por carbono alifático (Buffle et al. 1987, Zumstein e Buffle, 1987; Wilkinson et al., 1997).

Através destas diferenças estruturais pode-se caracterizar MON, aplicando técnicas espectroscópicas UV-Vis e fluorescência. A sensibilidade da espectroscopia de fluorescência também tem sido empregada para caracterizar e estudar a complexa composição de MON (Hautala et al., 2000, Peuravuori et al., 2002)

O presente trabalho tem por objetivo, através da determinação da concentração do carbono orgânico dissolvido (COD), da absorvância e fluorescência, prever a concentração de COD e determinar algumas das suas características.

Resultados e Discussão

As coletas foram realizadas bimestralmente, de maio/02 a março/03, na Lagoa dos Patos – MS (22°49'33.66"S; 53°33'9.9"W), pertencente à bacia hidrográfica do Alto Paraná. Foram amostrados nove pontos, nas regiões superficial e profunda da coluna de água.

Em campo, foram obtidos os perfis térmicos da coluna da água, oxigênio dissolvido (OD), transparência da coluna da água (m), com disco de Secchi de 0,30m de diâmetro; pH, condutividade elétrica, potencial redox (mV), turbidez (NTU) e alcalinidade. As demais análises físico-químicas, COD, absorvância e fluorescência foram realizadas em amostras filtradas com membrana 0,45 µm.

Nas amostras filtradas foram determinadas as absorvâncias na faixa de 250 a 700nm. As análises de fluorescência foram realizadas com λ_{Exc} de 314 e 370 nm e emissão na região de 300 a 600nm. Espectros sincronizados com excitação de 250 a 600 nm e $\Delta\lambda = 18$ nm, com a finalidade de caracterizar a MON dissolvida. Também foram

determinados os espectros do ácido fúlvico e húmico extraído de 150 litros de água da lagoa, após filtração com membrana 0,45 µm e passado pela resina DAX-8.

Neste estudo foram obtidos valores de A_{285}/COD de $34,7 \pm 13,6 \text{ L g}^{-1}$, $SUVA_{254}$ de $4,7 \pm 0,17$; FR de $1,51 \pm 4,27 \cdot 10^{-2}$ e de PW $452,8 \pm 1,7$, indicando assim que o carbono orgânico dissolvido apresenta predominância de substâncias húmicas dissolvidas (ácido fúlvico).

A correlação entre COD e a intensidade relativa de fluorescência, com excitação em 314 nm e emissão em 450 nm e também com absorvância (254 nm) foram determinadas. Para a absorvância foi obtida a correlação 0,9191; 0,6295 e 0,8641, respectivamente, para os pontos centrais, margem e fundo. Já para IF foram 0,9851; 0,9594 e 0,9346.

Conclusões

Para prever a concentração de COD, na Lagoa dos Patos – MS, a melhor técnica espectroscópica é a fluorescência ($R = 0,9496$) do que a absorvância em 254 nm ($R = 0,7653$). De acordo com o valor da razão $Abs(285)/COD$ ser superior a 20 g.L⁻¹, a razão FR ser 1,51 e PW ser maior que 450 nm (exc. 370), indica que a principal fonte de carbono na Lagoa dos Patos-MS é alóctone.

Agradecimentos

Ao CNPq e a Fundação Araucária pelo suporte financeiro.

Buffle, J.; Zali, O.; Zumstein, J.; Vitre, R.. *Science of the Total Environ.* **1987**, *64*, 41-59.

Hautala, K.; Peuravuori, J.; Pihlaja, K. *Wat. Res.* **2000**, *34* (1), 246-258.

Peuravuori J.; Pihlaja K. *Anal. Chim. Acta.* **1997**, *337*, 133-149 Rostan, J.C. and B. Cellot. *Aquat. Sci.* **1995**, *57*, 69-80.

Wilkinson, K. J.; Joz-Roland, A.; Buffle. *Limnol. Oceanogr.* **1997**, *42* (8), 1714-1724.

Zumstein, J. and Buffle, J. *Wat. Res.* **1989**, *23* (2), 229 – 239

Comparação da concentração residual de ditiocarbamatos entre mamões provenientes de supermercados e feiras-livres

Rejane D. Marquet¹ (IC), Catiucia S. Vareli¹ (IC), Martha B. Adaime¹ (PQ), Renato Zanella¹ (PQ) e Ionara R. Pizzutti¹ (PQ)*

¹ Universidade Federal de Santa Maria. Departamento de Química. Fx. de Camobi, km 9, RS 592, Campus, CEP: 97105-900, Santa Maria/RS – Brasil. * e-mail: pizzutti@quimica.ufsm.br

Palavras Chave: mamões, ditiocarbamatos

Introdução

Atualmente, tem-se dado muita atenção aos efeitos adversos dos pesticidas à saúde humana e às conseqüências ecológicas do uso deste. As pessoas que entram em contato direto com os pesticidas podem intoxicar-se e, dependendo do produto e dos cuidados seguidos isto pode ser fatal. Nos alimentos, esses compostos podem resultar de uma aplicação direta em uma das fases da produção, do transporte ou do armazenamento. O emprego correto deve considerar os riscos toxicológicos, a fim de ter-se baixos níveis residuais e estes serem toxicologicamente aceitáveis. O conhecimento das concentrações de pesticidas nos alimentos é extremamente importante, porém deficiente, podendo comprometer e gerar problemas nos setores agrícola, da saúde e do comércio, em relação à comercialização externa. Após a validação do método espectrofotométrico, objetivou-se comparar a ocorrência de resíduos de ditiocarbamatos em mamões, comercializados em 3 supermercados (10/2002 e 04/2003) e em 3 feiras-livres (04/2003) da cidade de Santa Maria/RS.

Resultados e Discussão

Inicialmente, coletou-se 1,5 kg de mamão, em cada ponto de comercialização. Para a análise, colocou-se cerca de 300 g de mamão em balão de 3 bocas. Em um sistema de 3 traps, colocou-se 10 mL de solução de acetato de chumbo a 30% no 1º trap, 10 mL de solução de NaOH 2,5 mol L⁻¹ no 2º trap e 15 mL de solução de acetato de cobre + dietanolamina + etanol, no 3º trap. O sistema foi devidamente vedado, e adicionou-se 20 mL de solução de SnCl₂ a 40% e 200 mL de solução de HCl a 10% (à quente), ao mamão. Uma vazão de N₂ de 50 mL min⁻¹ percorreu o sistema durante 1 hora em que o mesmo permaneceu sob ebulição. O conteúdo do 3º trap foi recolhido em balão volumétrico certificado, completado a 25 mL com etanol e analisado espectrofotometricamente, à 435 nm. Na validação realizada previamente, determinou-se os Limites de Detecção (LOD) e de Quantificação, sendo o LOD de 0,04 mg CS₂ kg⁻¹ e o LOQ de 0,05 mg CS₂ kg⁻¹. Assim, verificou-se que em apenas 8,3% das amostras de supermercados, em 2002, pôde-se

detectar resíduos de ditiocarbamatos, mas não foi possível quantificá-los. Dentre as amostras que puderam ser quantificadas, a maior concentração encontrada foi 0,27 mg CS₂ kg⁻¹, estando dentro do limite máximo de resíduos (LMR) estabelecido pela Legislação Nacional (4,0 mg CS₂ kg⁻¹). Em 50% das amostras provenientes de supermercados, em 2003, não se detectou resíduos de ditiocarbamatos. Nas demais, a concentração máxima encontrada foi de 0,33 mg CS₂ kg⁻¹. Nas amostras das feiras-livres (04/2003), pôde-se detectar resíduos em 33,3%. Nas demais, as concentrações foram passíveis de quantificação, entretanto mantiveram-se dentro do LMR, demonstrando maior conscientização do produtor rural e oferta de alimentos mais saudáveis à população. Comparando-se os resultados entre as amostras dos supermercados, observa-se que aquelas comercializadas em 2003 apresentaram concentrações residuais bem menores que as do ano anterior. Em 2002, a concentração foi passível de quantificação em 91,7% das amostras, e somente em 50% naquelas de 2003, não sendo possível detectar nas demais amostras.

Conclusões

Ainda tem-se o pensamento de que produtos hortigrangeiros adquiridos em feiras-livres são sempre “mais saudáveis e de melhor qualidade”. Verificou-se, porém, que isto nem sempre é verdadeiro ou inquestionável, pois os resultados das análises das amostras das feiras-livres mostraram resíduos de ditiocarbamatos em 33,3% das amostras (ausentes em 50% daquelas de supermercados) e quantificáveis em outros 66,7% (apenas em 50% daquelas de supermercados), em 2003.

Agradecimentos

UFSM, FAPERGS

Avaliação da cromatografia líquida para determinação de hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPAs) em amostras aquosas.

Sílvia S. Garcia(PG)*, Daniela B.Moro(IC), Carolina M. Vocatore(IC), Elisa W. Lopes(IC), André Jablonski(PQ)

1. Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e dos Matérias-PPGEM, Escola de Engenharia, UFRGS, Av. Osvaldo Aranha, 99/513, CEP: 90035-190, POA/RS. *e-mail: garcia@ppgem.ufrgs.br

Palavras Chave: cromatografia, HPAs, água

Introdução

Com o crescente aumento da população e da atividade industrial, a qualidade da água tem se tornado um dos principais problemas da sociedade moderna. A diversidade dos contaminantes lançados nos corpos d'água tornam o ambiente aquático um importante reservatório de poluentes. Estes poluentes são incorporados à água principalmente através de pontos de descarga industrial e urbana nos rios, lagos e águas costeiras. Dentre estes poluentes os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPAs) têm tido uma ênfase especial por serem agentes potencialmente carcinogênicos e/ou mutagênicos. A exposição a estes poluentes aparenta ser mais relevante em áreas urbanas, onde seus níveis são mais elevados devido à proximidade das fontes poluidoras. Somente a partir de um estudo detalhado, utilizando técnicas e equipamentos analíticos adequados (detecção da fluorescência) aos níveis de concentração esperados, será possível um maior conhecimento da contribuição individual dos HPAs, e prever a qualidade das águas. O objetivo deste trabalho foi avaliar a cromatografia líquida de alta eficiência com detecção de fluorescência (CLAE-FD) para determinação de HPAs em amostras aquosas.

Resultados e Discussão

Os compostos de interesse foram separados por cromatografia líquida utilizando o cromatógrafo líquido Agilent 1100, com coluna analítica do tipo *microbore* de octadecil silano C₁₈ polimérica Vydac, de 25 cm de comprimento e 2.1 mm de diâmetro com partículas de 5µm, a eluição com gradiente acetonitrila (ACN):água, iniciando em ACN:H₂O (60:40, v/v), passando a 100% ACN em 20 min. A ACN e água da fase móvel foram filtradas em membranas de 0,45 µm de PTFE e de ester celulose respectivamente. O tempo de equilíbrio entre as corridas foi de 5 min. A identificação e detecção foi realizada com um detetor de fluorescência em série com a coluna analítica. Os comprimentos de onda de excitação e emissão foram programados em função da máxima emissão e absorção de cada HPA. Assim, os comprimentos de onda típicos de excitação foram: 220, 244, 237,

277, 255, 300 e 250 nm; os respectivos comprimentos de onda de emissão foram: 325, 315, 360, 400, 460, 385, 376, 420, 415 e 495 nm.

A figura 1 refere-se a otimização da separação cromatográfica.

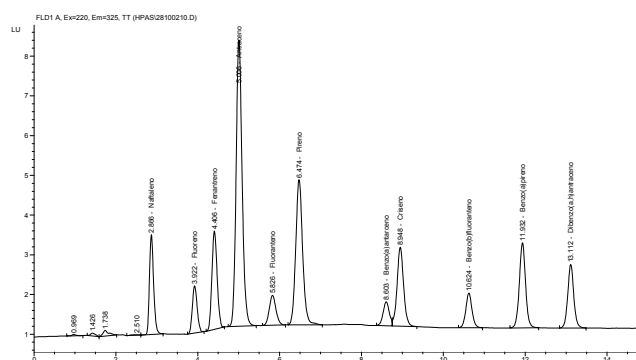


Figura 1. Cromatograma de HPAs, concentração 25 µg L⁻¹ para cada HPA

Tabela 1. Características analíticas do método.

HPAs	Intervalo a de Linearidade µg L ⁻¹	r	LD ng L ⁻¹
Naftaleno	10-1000	0,9999	288,43
Fluoreno	0,1-1000	1,0000	49,26
Fenantreno	0,1-1000	1,0000	7,28
Antraceno	0,1-1000	0,9953	0,86
Fluoranteno	0,1-1000	1,0000	8,76
Pireno	0,1-1000	0,9999	0,20
Benzo(a)antraceno	1-1000	0,9999	149,9
Criseno	1-1000	1,0000	2,65
Benzo(b)fluoranteno	0,1-1000	0,9997	2,7
Benzo(a)pireno	0,1-1000	0,9997	4,4
Dibenzo(a,h)antraceno	0,1-1000	1,0000	1,1

Conclusões

Os resultados obtidos demonstraram que a LC com detecção de fluorescência é uma técnica apropriada para análise de HPAs.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq/CT-Hidro pelo apoio financeiro e concessão de bolsas.

Extração no ponto nuvem para determinação de Cd e Pb em águas por espectrometria de absorção atômica em forno de grafite, com uso de Ir ou Ru como modificadores químicos permanentes

Daniel L. Gallindo Borges¹ (IC), Márcia A. Mesquita Silva da Veiga² (PQ), Bernhard Welz¹ (PQ) e Adilson J. Curtius¹ (PQ)* (curtius@qmc.ufsc.br)

1. Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, 88040-900, Florianópolis, SC.

2. Instituto de Química, Universidade de São Paulo, 05513-970, CP 26077, São Paulo, SP.

Palavras Chave: ponto nuvem, água, ET AAS

Introdução

Cádmio e chumbo são carcinogênicos e teratogênicos, o que torna necessário o controle constante de suas concentrações em amostras ambientais. Estas, usualmente baixas, requerem freqüentemente métodos de extração e pré-concentração capazes de permitir sua quantificação de maneira confiável. Neste sentido, é proposta a extração destes metais utilizando o ponto nuvem de soluções aquosas de um surfactante não-iônico, nas quais quelatos do metal com o ligante DDTP são extraídos para a fase rica no surfactante Triton X-114 após separação de fases e centrifugação. A determinação por espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica (ET AAS) permite ainda o uso de modificadores químicos permanentes, que propiciam aumento de sensibilidade e estabilidade térmica, além de benefícios ligados ao aumento do tempo de vida do tubo de grafite, redução do tempo de análise e de contaminantes pela purificação *in situ* do modificador.

Resultados e Discussão

As amostras foram preparadas pela adição de HCl a alíquotas de água enriquecida certificada SRM 1643d, água natural certificada SRM 1640 ou água fluvial certificada SLRS-4. O ligante DDTP foi então adicionado, seguido pelo surfactante não-iônico Triton X-114, e água deionizada foi adicionada até o volume final de 14 mL. As concentrações ótimas de HCl 0,32 mol L⁻¹, DDTP 1 % (m/v) e Triton X-114 0,1 % (m/v) foram obtidas pela avaliação da variação da absorvância integrada com o aumento de concentração de cada reagente. As amostras foram então submersas em banho térmico a 50 °C onde permaneceram por 20 min, assegurando a separação de fases. A fase aquosa pôde ser eliminada após centrifugação a 3500 rpm por 15 min. À fase rica em surfactante foram adicionados 250 µL de MeOH acidificado com HNO₃ e 20 µL desta solução foram submetidas à análise por ET AAS. Rutênio e Ir, termicamente depositados sobre a plataforma de grafite pirolítico, foram testados como modificadores permanentes para as

determinações. A utilização de Ir propiciou aumento de sensibilidade para Cd, permitindo ainda o uso de temperaturas de 800 °C para pirólise e 1400 °C para atomização. Desempenho semelhante foi observado para a determinação de Pb com o uso de Ru, com uso de temperaturas de 900 °C de pirólise e 1700 °C de atomização, sem perdas significativas do analito. Os limites de detecção para o procedimento foram determinados como 0,001 µg L⁻¹ para Cd e 0,021 µg L⁻¹ para Pb. O fator de enriquecimento obtido foi de 32 vezes para Cd e 28 vezes para Pb. Os resultados das determinações estão contidos na Tabela 1.

Tabela 1. Concentrações, em µg L⁻¹, obtidas para as amostras certificadas de água submetidas à extração em ponto nuvem (n = 5).

Amostra		Cd	Pb
1640	Certificado	22,82 ± 0,96	27,93 ± 0,14
	Adicionado	-	-
	Obtido	23,79 ± 0,26	28,25 ± 0,66
1643d	Certificado	6,47 ± 0,37	18,15 ± 0,64
	Adicionado	-	-
	Obtido	6,42 ± 0,08	18,83 ± 0,23
SLRS-4	Certificado	0,012 ± 0,002	0,086 ± 0,007
	Adicionado	0,1	2,0
	Obtido	0,105 ± 0,001	2,165 ± 0,039

Conclusões

A metodologia dispensa o uso de solventes tóxicos, substituindo-os por soluções de surfactantes de baixo custo e baixa toxicidade. A utilização de DDTP e Triton X-114 mostrou-se adequada à determinação de Cd e Pb em amostras de água, permitindo a obtenção de baixos limites de detecção e elevados fatores de enriquecimento.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, FINEP e FAPESP.

Extração seqüencial pelo Método da BCR e determinação de Ni usando Rutênio como modificador permanente em ET AAS

Maria Carminati Lima ¹ (PQ)*, Maria Bertilia Oss Giacomelli ¹ (PQ), Volnei Stüpp ¹ (PQ), Luana Tommasi Borges ¹ (IC), Blenda Medeiros Agostinho¹ (IC).

¹ Universidade do Sul de Santa Catarina – UNISUL, AV. José Acácio Moreira, 787 – 888704 – 900 -Tubarão –SC

* *mlima@unisul.br*

Palavras Chave: BCR, Sedimento, Rio.

Introdução

Este trabalho tem como objetivo aplicar o método de extração seqüencial proposto pela BCR¹ no sedimento do Rio Tubarão, visando determinar a presença de Níquel. O processo de extração permite orientar a identificação das diferentes formas em que o metal se encontra e, a partir daí estudar a possibilidade de sua mobilização e transporte ao longo do percurso. Além disso, o trabalho objetiva também avaliar a concentração dos metais nas amostras já extraídas e mantidas em refrigeração por um período de 2 anos, com amostras extraídas recentemente.

Resultados e Discussão

De dez amostras estrategicamente escolhidas e coletadas ao longo do Rio Tubarão para proceder a extração seqüencial e determinação dos metais Pb, Cu pelo método Tessier e Pb, Cu e Cd pela BCR, em trabalhos anteriores^{2,3}, foram escolhidas três amostras para avaliar a presença de Ni. Elas foram preparadas inicialmente passando-se em peneiras de 63 µm de malha e secas em estufa com circulação de ar à temperatura de 40°C. Foi pesado em triplicata 0,5 g de cada amostra em tubo de centrífuga e iniciado o procedimento da extração, seguindo a BCR e utilizando-se o agitador de Wagner. De acordo com o método, na fração 1, têm-se os metais solúveis em ácido. Encontram-se entre outros, aqueles adsorvidos ou coprecipitados com carbonatos. Na fração 2, são extraídos os metais na forma reduzida. Nesta extração são liberados os metais ligados à óxidos, principalmente aos óxidos de Ferro e Manganês que tornam-se instáveis em condições redutoras. Na fração 3, são liberados os metais na forma oxidada através da oxidação da matéria orgânica. O resíduo desta fração, após digestão total em forno microondas, denominou-se fração 4. Para otimizar as condições operacionais de análise, tem-se usado o Espectrômetro de Absorção com Atomização Eletrotérmica e corretor de fundo Zeemann. Para validar o método utilizou-se o Material de Referência Certificado - CRM 601 e, como modificador permanente o Rutênio. Até o presente, otimizou-se os parâmetros de temperaturas de pirólise e atomização para a fração 1, que estão

resumidos na tabela 1, levando-se também em conta o melhor perfil de sinal analítico para o Ni, conforme mostra a figura 1.

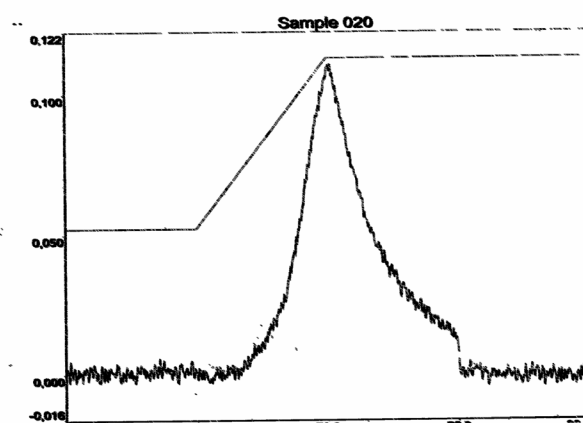


Figura 1. Sinal analítico para o Ni na fração 1, usando Ru como modificador permanente

Tabela 1 Condições operacionais otimizadas para determinação de Ni na fração 1 de sedimento de rio

Fração	Temperatura Pirólise (°C)	Temperatura Atomização (°C)	Abs.
1	1500	2800	0,3595

Conclusões

Observou-se que o uso do rutênio como modificador permanente tem se mostrada uma boa alternativa quanto ao tempo de análise e uma sensível melhora no perfil do sinal analítico para o Ni, quando comparado com o modificador paládio e magnésio.

Agradecimentos

À UNISUL, ao Grupo de Pesquisa GEPEQ e à FUNCITEC.

¹European Commission. *BCR information reference materials*, 1997. 51.

²Lima, M. C., *Tese de doutorado*. Universidade de Santiago de Compostela, Espanha, 2001.

³Giacomelli, M. B. O., Lima, M. C., Dias, L. F., Welz, B., Curtius, A. J. Fractionation of Cd and Pb in BCR No. 601 sediment reference material following the BCR protocol for sequential extraction and determination by electrothermal atomic absorption spectrometry using permanent modifiers. *J. Anal. At. Spectrom.* 2002., 1339 – 1343.

Qualidade do ar em ambientes fechados de uso público e coletivo em Passo Fundo-RS

Raquel Paula Fortunato¹ (PG)*, Marçal Pires² (PQ)

¹Rua Coronel Miranda, 940 – Apto 205 – Bairro Boqueirão – Passo Fundo/RS – Cep. 99025-050 e-mail: ie-raquel@itrix.com.br.

²Fac. Química –PUCRS, Av. Ipiranga 6681, Prédio 12 B, 90619-900 Porto Alegre-RS, e-mail: mpires@puhrs.br.

Palavras Chave: Ar Interno, qualidade, saúde.

Introdução

O trabalho tem por objetivo monitorar o ar interno de ambientes públicos e coletivos a fim de avaliar e quantificar a concentração dos poluentes presentes, determinando a existência ou ausência de riscos à saúde dos usuários, uma vez que os habitantes urbanos passam boa parte de seus dias em recintos fechados, seja em casa, no trabalho, ou mesmo em locais de lazer.

Resultados e Discussão

O estudo consiste em coletar amostras de material particulado (MP) e medir a temperatura e umidade relativa do ar em ambientes fechados, com sistema de ar climatizado ou não, todos localizados no centro urbano da cidade de Passo Fundo/RS.

Inicialmente foram aplicados questionários, como instrumentos de pesquisa, através de conversas informais com os funcionários dos estabelecimentos, observou-se claramente, queixas atribuídas pela falta de conforto nos locais.

Os ensaios utilizaram como base às metodologias e os parâmetros definidos pela Resolução nº 176(1). Para a escolha dos locais de amostragem levou-se em consideração as atividades desenvolvidas, características, sistema de ar climatizado, tempo de permanência das pessoas nos locais. Para coletar o ar foi utilizada uma bomba de vácuo à diafragma numa vazão de 13,5 L.min⁻¹. O MP presente no ar foi retido em filtro de membrana de éster de celulose (0,45 µm, Millipore), instalado a uma altura mínima de 1,5 m do solo, por um período de 3 a 5 horas. Durante as amostragens foi priorizado o horário de maior concentração de pessoas nos locais. Foi calculada também a razão entre a concentração da MP no ambiente interno e do ar externo, a média da concentração do ar externo foi de 10,64 µg/m³. A concentração de amostras de MP ficou na faixa entre 7,66 e 24,38 µg/m³(Tab.1). As maiores concentrações foram encontradas na escola “x” e no escritório “k”. Os valores ficaram abaixo do padrão de qualidade de ar interno (80 µg/m³) porém ocorreu variação em alguns pontos.

A concentração de MP encontrada no ar externo foi quase sempre inferior a do ar interno, ou seja, ao contrário do que se pensa, que o ar externo sempre é mais poluído e prejudicial, a menos para o

parâmetro de MP isso não se comprova. Quanto ao parâmetro físico umidade relativa do ar 62,5% dos estabelecimentos foram considerados não conformes a legislação e para o critério temperatura todos os estabelecimentos foram reprovados, inclusive aqueles com sistema de ar climatizado.

Tabela 1. Concentração do Material Particulado (MP) e temperatura do ar em ambientes internos.

Locais	Ar	T °C	Conc. MP µg/m ³	Razão I/E**
Resid. 1	Interno	17,7	9,49	0,9
Superm. A	Interno	22,6	7,66	0,7
Escola X	Interno	19,9	24,38	2,3
Escola Y	Interno	18,6	11,35	1,1
Externo Z	Externo	14,3	11,38	-
Resid. 2	Interno	16,35	13,27	1,2
Shop. C	Interno	20,9	13,65	1,3
Superm. B	Interno	17,95	16,86	1,6
Externo W	Externo	17,55	9,91	-
Escrit. K	Interno	18,1	20,22	1,9

I/E – Ar interno / Ar externo

Conclusões

Os estabelecimentos analisados atendem os parâmetros mínimos de qualidade do ar, apresentando concentrações de MP abaixo dos padrões estabelecidos para ambientes internos. Os parâmetros de conforto (temperatura e umidade relativa do ar) merece mais cuidado, a fim de minimizar os índices e proporcionar a todos os usuários dos ambientes públicos e coletivos locais mais agradáveis e confortáveis.

Agradecimentos

Aos proprietários, responsáveis e funcionários dos estabelecimentos onde foram realizadas as amostragens. À Vigilância Sanitária do Município de Passo Fundo pelo apoio e incentivo a pesquisa.

¹ Brasil. Resolução – RE nº 176, de 24 de outubro de 2000. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Disponível em: <<http://www.brasindoor.com.br/resolucao>>. Acesso em: 20 jan. 2003.

Determinação de Hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPAs) em águas superficiais do Lago Guaíba e Arroio Dilúvio (Porto Alegre-RS)

Jocinei F. Oliveira (IC), Raquel P. Fortunato (PG), Míriam F. Soares (PQ), Marçal Pires (PQ)*

Faculdade de Química-PUCRS - Prédio 12b - sala 123 - Av. Ipiranga, 6681 cep:90619 - 900 *mpires@puccrs.br

Palavras Chave: HPAs, águas naturais, CLAE

Introdução

Os HPAs são compostos com dois ou mais anéis aromáticos na sua estrutura e que estão presentes no ambiente sob forma de uma complexa mistura. As suas principais fontes são a combustão de matéria orgânica e combustíveis (gasolina, diesel) e processos industriais. Devido ao alto poder carcinogênico dos HPAs, é de grande importância a determinação e monitoramento dos níveis desses compostos no meio ambiente. O objetivo deste trabalho foi o estudo da presença de 14 dos 16 HPAs (prioritários segundo EPA) em águas de superfície do Lago Guaíba e do Arroio Dilúvio.

Resultados e Discussão

As amostras foram coletadas em oito pontos distintos. No Lago Guaíba foram escolhidos três pontos para a coleta, no Arroio Dilúvio foram recolhidas amostras em cinco pontos. As amostragens foram feitas em dois dias diferentes; porém em condições climáticas semelhantes. As amostras de água (100 mL) passaram por extração em fase sólida (SPE) em colunas de C18 - 1g Sepak (Waters) a um fluxo de 1,0 mL min⁻¹, logo após são eluídas com acetonitrila. O eluato foi analisado por CLAE -PDF, empregando coluna CLC-ODS (M), 150 x 4,6 mm x 5 µm, (Shimadzu) e pré-coluna G-ODS (Shimadzu). Como eluente utilizou-se uma mistura de acetonitrila e água (90:10), fluxo de 1 mL min⁻¹ em sistema isocrático e volume de injeção de 20 µL. Para a detecção dos compostos foram usados comprimentos de onda de excitação e emissão de 275 e 420 nm, respectivamente, sendo o tempo total de análise de 12 minutos. A determinação quantitativa dos compostos de interesse é feita pelo método de calibração externa utilizando soluções padrão certificada dos HPAs (Radian-ERA-010), usando acetonitrila grau HPLC como solvente. As curvas de calibração são lineares dentro da faixa de concentração de trabalho (300 a 2000 ng L⁻¹) com coeficientes de regressão linear satisfatórios (R² > 0,9).

Pela Tabela 1, podemos verificar os maiores níveis de benzo(b)+benzo(k)fluoranteno (173 ng. L⁻¹), fenantreno (104 ng. L⁻¹), fluoranteno (98 ng. L⁻¹) e de antraceno (87 ng. L⁻¹) encontrados no

Arroio Dilúvio, o mesmo não foi observado nas amostras do Lago Guaíba. As amostras do Lago Guaíba apresentaram menores concentrações para todos os HPAs, exceto para o benzo(a)pireno que teve um valor de (116 ng. L⁻¹).

Figura 1. Cromatograma do padrão 10000 ng. L⁻¹ em HPAs.

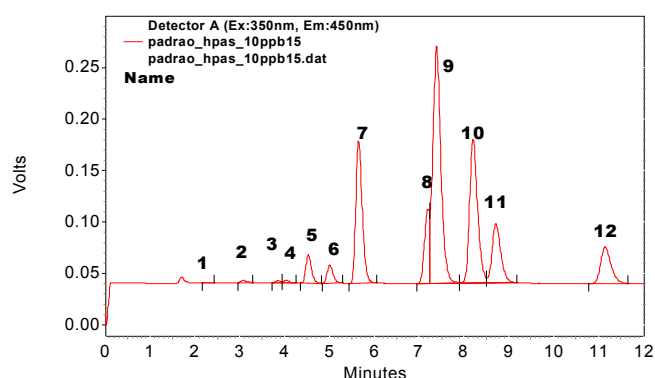


Tabela 1. Níveis mínimos e máximos dos HPAs em ng L⁻¹

Eluição	Composto	Guaíba	Dilúvio
1	naftaleno	ND	ND
2	fluoreno	ND	ND
3	fenantreno	ND	30-104
4	antraceno	ND	28-87
5	fluoranteno	5	ND-98
6	pireno	3-38	1-45
7	benzo(a)antraceno+criseno	2	6-33
8 e 9	benzo(b)+b(k)fluoranteno	ND	85-173
10	benzo(a)pireno	ND-116	ND-11
11	dibenzo(a,h)antraceno	ND	2-48
12	benzo(g,h,i)perileno+indeno	ND	8-15

ND=não detectado

Conclusões

As maiores concentrações encontradas no Arroio Dilúvio podem ser, eventualmente, atribuídas ao intenso fluxo veicular ao longo deste. Em relação às amostras do Lago Guaíba podemos ainda destacar a elevada concentração para o benzo(a)pireno 116 ng L⁻¹, porém abaixo do padrão de potabilidade brasileiro é de 700 ng L⁻¹

Agradecimentos

À FAPERGS e ao CNPq, pelo apoio financeiro.

Determinação de Pb(II) e Ni(II) por espectrofluorimetria na presença de surfactantes

Leonardo V. Vargas (PG), Aloisio de Jesus Souza (IC), Jose Luiz Westrup (IC), Renata S. Mello (IC), Faruk Nome (PQ) e Haidi D. Fiedler (PQ)* – fiedler@qmc.ufsc.br

Departamento de Química-UFSC, Florianópolis, SC, 88040-900s

Palavras Chave: fluorimetria, micelas, adsorção.

Introdução

A toxicidade e biodisponibilidade de metais pesados em águas naturais dependem das concentrações e reatividade dos íons metálicos em solução, bem como da afinidade dos mesmos por ligantes presentes na forma dissolvida, coloidal ou, nos sedimentos¹. Neste sentido, é importante descrever métodos quantitativos que permitam estudar os processos de adsorção de metais em diferentes argilas minerais que fazem parte da matriz sedimentaria. Pb(II) e Ni(II) como muitos outros metais pesados e de transição atuam de forma eficiente apagando a fluorescência de moléculas orgânicas via aumento do acoplamento spin-orbita, ou mecanismos de transferência de energia e/ou de elétrons². É por isto importante descrever a possibilidade de analisar metais, em soluções de fluorescência em soluções micelares (Fig.1), onde há uma série de vantagens relacionadas a natureza do meio micelar que, através dos processos de solubilização preferencial e compartimentalização de reagentes, possibilita o aumento de fluorescência, bem como a catálise ou inibição de reações químicas³.

Resultados e Discussão

A Figura 1 mostra a redução do sinal de fluorescência de naftaleno, 10^{-4} M, solubilizado em diferentes concentrações de dodecil sulfato de sódio (SDS), na presença de Pb(II).

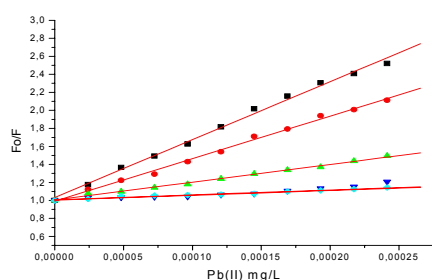


Figura 1. Gráficos de Stern Volmer para o apagamento da fluorescência do naftaleno em diferentes concentrações de SDS Na presença de Pb(II), [SDS] = (■) $7,5 \times 10^{-3}$ e (•) 10^{-2} M. (B) [SDS] = (▼) 5×10^{-2} , (▲) $2,0 \times 10^{-2}$.

O gráfico mostra uma dependência linear do apagamento de fluorescência em relação ao metal, caracterizando apenas um tipo de apagamento (estático ou dinâmico). Usando a equação de Stern-Volmer é possível calcular, do coeficiente angular das retas mostradas na figura 3, as constantes de Stern-Volmer para o apagamento de fluorescência em função das diferentes concentrações de SDS.

$$(F_0/F) = 1 + K_{sv} [\text{Metal}]$$

Os valores das constantes de Stern-Volmer em função da concentração de SDS em diferentes concentrações de SDS para Pb(II) e Ni(II) estão na Figura 2. Os resultados mostram claramente que o apagamento de fluorescência é mais eficiente na menor concentração de SDS. De fato, quanto a concentração de SDS é 0,1 M, praticamente não há apagamento de fluorescência do naftaleno.

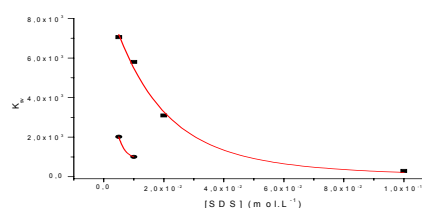


Figura 2. Constantes de Stern-Volmer em diferentes concentrações de SDS para (•)Pb(II) (■)Ni(II).

Estes resultados são consistentes com a distribuição da amostra de naftaleno e do metal de forma não seletiva entre micelas, de acordo com o modelo de Poisson-Boltzmann. De fato, este modelo de distribuição é esperado para concentrações altas de SDS e baixas de amostra orgânica e contra-íon. A linearidade do gráfico de Stern-Volmer permite analiticamente determinar a concentração de Pb(II) e Ni(II) de forma eficiente e calcular propriedades típicas da superfície de micelas iônicas

É possível determinar Pb(II), Ni(II) e outros metais e ânions usando a equação de Stern-Volmer para tratar os dados de apagamento de fluorescência em micelas. O apagamento de fluorescência segue uma estatística tipo Poisson-Boltzman.

Agradecimentos

CAPES, CNPQ, PRONEX E UFSC.

1- Nome, R.A.; Mendiguchia-Martinez, C.; Nome F. e Fiedler, H.D. Environ. Toxicol. Chem 20, 2001, 693.

2 - Escabi-Perez, J.R.; Nome, F. e Fendler, J.H. J. Am. Chem. Soc. , 99, 1977, 7749.

3 -Bunton, C.A.; Nome, F.; Quina, F.H. e Romsted, L.S Accou. Research, 24, 1991, 357.

Preparação de membranas de Quitosana aplicadas no processo de filtração por osmose reversa

Renata S. Mello (IC), Gizelle C. Bedendo (IC), Haidi D. Fiedler (PQ), Faruk Nome (PQ) e Mauro C. M. Laranjeira (PQ)*. (mauro@qmc.ufsc.br)

Departamento de Química, UFSC, Florianópolis, SC, 88040—900.

Palavras Chave: osmose reversa, membranas.

Introdução

Dentro dos processos que utilizam Osmose Reversa (O.R.), quando se trabalha com membranas funcionalizadas, uma das principais características desejadas para as mesmas, é a habilidade de separar íons dissolvidos da água¹. Diversos fatores influenciam o potencial de filtração das membranas², tais como, pressão efetiva (a qual é definida como pressão aplicada subtraída da pressão osmótica da solução), temperatura, pH, e as propriedades características de cada membrana. Estas desempenham um papel importante no processo de filtração, devido a sua estrutura intermolecular e a geração de um efeito dielétrico, o qual é responsável pelo mecanismo de rejeição de sais inorgânicos e alguns orgânicos.

No presente trabalho analisou-se o índice de rejeição das membranas DS11-AD e DS3-SE (adquiridas da Osmonics®) para soluções de NaCl, variando-se a pressão aplicada através da membrana e observando a velocidade de fluxo. Visando assim caracterizar a rejeição de cada membrana ao respectivo sal. O desempenho das mesmas foi comparado com os obtidos de membranas preparadas a partir de soluções de quitosana (QTS), em temperatura ambiente pela técnica de evaporação de solvente e posterior modificação química com agentes reticulantes³.

Resultados e Discussão

A Figura 1 mostra a variação da velocidade de fluxo de uma solução 0,01 M NaCl à diferentes pressões aplicadas através das membranas em estudo.

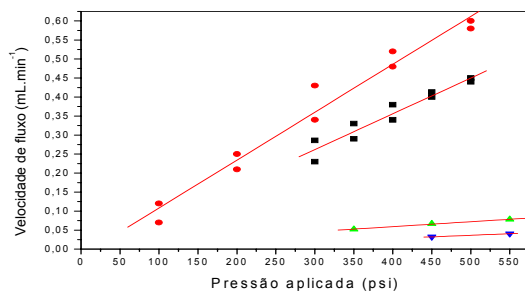


Figura 1. Variação da velocidade de fluxo solução: (●) membrana DS11-AD; (■) memb. DS3-SE (▲) membrana QSA; (▼) QSR.

A Tabela 1 mostra a variação de condutividade de uma solução 0,01M de NaCl, utilizando as duas membranas à uma pressão aplicada de 450 psi. Para a determinação da condutividade das soluções foi utilizado um eletrodo de platina da Metrohm.

Tipo de Membrana	Λ_{inicial} (mS/cm)	Λ_{final} (mS/cm)
DS3-SE	0,920	0,117
DS11-AD	0,998	0,076
QSA	1,004	0,452
QSR	1,004	0,299

Tabela 1. Condutividades da solução antes e após o processo de filtração.

Observa-se na Tabela 1 que a condutividade medida após o processo de filtração é menor que àquela medida anterior ao processo. Indicando assim a filtração das soluções e um rendimento de rejeição ao sal mais eficiente para a membrana DS11-AD de aproximadamente 93%.

Conclusões

- ✓ Obteve-se para a membrana DS11-AD uma maior velocidade de fluxo com a variação da pressão aplicada.
- ✓ Foi observado um maior índice de rejeição de NaCl para a membrana DS11-AD a uma pressão aplicada constante.

Agradecimentos

CNPq/ UFSC

¹ Yeom, C.K.; Lee, S.H. Lee; J.M. Lee. "Effect of ionic characteristics of charged membranes on the permeation of anionic solutes in reverse osmosis". *J. of Membrane Science*. Vol. 169, pp. 237-247.2000.

²Service, R.F. To net big molecules, widen the mesh. *Science*. Vol. 296, pp.449-451. 2002.

³Furlan,L; Stolberg,J; Laranjeira,MCM; Levy,NM."Development of New Material based on Cyanoethylated Chitosan to be Used as Additive on Insulating Paper", Proceedings of the Third International Symposium on Natural Polymers and Composites, ISNaPol/2000 p.227-232 (2000).

Aplicação da Cromatografia Eletrocínética Micelar (MECK) na determinação de compostos alcalóides em *Ilex Paraguariensis*.

Márcia Silva da Rocha (RD)*, Ângela Garcia de Souza (PQ), Sílvia dos Santos Garcia (PG), André Jablonski (PQ)

Departamento de Engenharia de Minas, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Osvaldo Aranha, 90/513 - Porto Alegre, 90035-180, RS - Email : *msr_rocha@yahoo.com

Palavras Chave: *Ilex paraguariensis*, compostos alcalóides, MECK-DAD

Introdução

A erva mate, *Ilex Paraguariensis*, é basicamente uma bebida estimulante, estimula a atividade física e mental e, sob o ponto de vista terapêutico, os compostos alcalóides cafeína, teobromina e teofilina merecem especial atenção¹. O presente trabalho tem por objetivo determinar a concentração dos compostos alcalóides em erva mate mediante MECK-DAD. A otimização das variáveis experimentais mais relevantes que afetam a resolução eletroforética, bem como as características analíticas da metodologia foram discutidas. Altas concentrações de compostos alcalóides foram encontradas na erva mate utilizada, sugerindo a ingestão de grandes quantidades de cafeína pelos consumidores de mate.

Resultados e Discussão

Um equipamento de eletroforese capilar (^{3D}CE-HP) com detecção DAD e capilar de sílica fundida, não recoberto, de 50µm de d.i. e 55cm de comprimento foi utilizado para a separação dos compostos alcalóides. A extração total foi realizada mediante digestão da amostra em forno de microondas (DGT 100). As extrações sucessivas dos compostos alcalóides foram realizadas mediante um sistema de extração que simula a bebida chimarrão (ver Figura 1). Trinta extratos foram coletados em frascos volumétricos de 25mL, correspondendo a um volume total de 750mL.

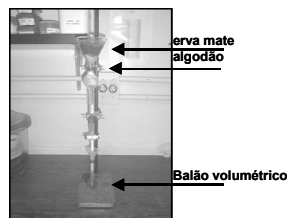


Figura 1. Sistema de extrações sucessivas dos compostos alcalóides da erva mate.

A otimização das variáveis experimentais da separação encontram-se na Tabela 1.

Tabela 1. Otimização das variáveis da separação

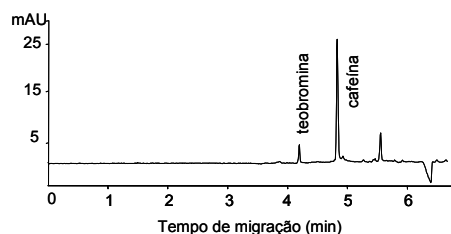
Variáveis investigadas	Variáveis selecionadas
- Natureza solução tampão (borato, glicina e fosfato)	borato
- Concentração da solução tampão (5-100mM)	10mM
- pH da solução tampão (7-10)	9.3
- Concentração do tensoativo aniônico (SDS) (10 -100mM)	60mM
- Voltagem aplicada (10-30kV)	20kV

A Tabela 2 apresenta as principais características analíticas da metodologia proposta utilizando a solução tampão selecionada:

Tabela 2. Características Analíticas

	Repetitividade (RSD)		LOD (µg L ⁻¹)
	Area pico	Tempo (min)	Altura pico
Cafeína	1,9	0,4	13
Teobromina	1,5	0,4	31
Teofilina	1,3	0,5	21

Na Figura 1 observa-se um eletroferograma típico do extrato total de erva mate.



Conclusões

A MECK demonstrou ser adequada para separação dos alcalóides de *Ilex paraguariensis*, apresentando precisão adequada, alta eficiência e resolução e curtos tempos de análise.

As concentrações de cafeína e teobromina obtidas através da extração total foram $0,9833 \pm 0,0763$ e $0,3066 \pm 0,0153$ (%), $n=3$) respectivamente e as quantidades encontradas de cafeína e teobromina nos trinta extratos corresponderam a 193mg e 68mg respectivamente.

Agradecimentos

Ao CNPq pelo apoio financeiro, bolsa RD.

¹ Saldaña, M. D. A., Zetzi, C., Mohamed, R. S., e Brunner, G., J. Agric. Food Chem., 2001, 49, 3796.

Uso do método potenciométrico da detecção do íon cloreto proveniente da desalogenação de $ArCl_x$.

Evandro Sapelli (IC)*, Izoldir Antonello (IC), Priscila de Bem Silva (IC), Denyo Silva (PQ), Eduardo Humeres (PQ), Ivan G. de Souza (PQ), Nito A. Debacher (PQ). sapelli@pop.com.br

Universidade Federal de Santa Catarina, Departamento de Química, 88040-000 Florianópolis, SC Brasil.

Palavras Chave: Desalogenação, redução, cloreto.

Introdução

Propriedades físico-químicas tais como alta constante dielétrica e elevada estabilidade térmica, foram as grandes responsáveis pela disseminação dos PCBs na indústria eletro-eletrônica até os anos 80. A elevada toxidez à seres humanos e meio ambiente destes compostos proibiu sua produção e comercialização a partir desta data. No entanto, o número de produtos industrializados contendo PCBs é muito grande, estendendo-se até os dias de hoje. Metodologias visando a detecção e destruição destes resíduos são extremamente difíceis porém necessárias.¹

Os Halletos de Arila, $ArCl_x$ podem ser reduzidos, desalogenados, por metais alcalinos como sódio, lítio e potássio em uma mistura de amônia líquida e álcool, Redução de Birch². Sódio é insolúvel em DME e THF, mas a reação com naftaleno, gera um ânion-radical solúvel, que apresenta um potencial de redução similar ao sódio em amônia líquida³.

Os métodos potenciométricos dotados de eletrodos íons-seletivos, fornecem um meio rápido e conveniente para estimar quantitativamente um grande número de ânions e cátions, mais especificamente os íons cloretos.³

O presente trabalho tem por objetivo o desenvolvimento de uma metodologia específica para detecção de cloretos provenientes da desalogenação de moléculas de $ArCl_x$ em amostras de óleo mineral.

Resultados e Discussão

Amostras padrões de óleo não contaminado foram preparadas a partir da mistura de óleo mineral isolante e 1,2,4- triclorobenzeno. A desalogenação foi realizada reagindo-se naftaleto de sódio previamente preparado, estabilizado em THF, com os padrões. A eficiência da reação de desalogenação foi verificada pela análise dos íons cloreto em solução aquosa. A extração do cloreto da fase orgânica foi realizada em um meio tamponado ácido acético/acetato de sódio. As medidas potenciométricas foram feitas na fase aquosa após a correção da força iônica com $NaNO_3$ 5 molL⁻¹. Os resultados obtidos mostrados na Tabela 1, são bastante promissores, embora o erro experimental médio tenha sido alto (17%), necessitando de aprimoramento da técnica. O erro experimental

deve-se principalmente ao ajuste da força iônica da solução e de dificuldades na separação das fases orgânica e aquosa. Mesmo pequenas quantidades de óleo na fase aquosa pode contaminar o eletrodo reduzindo a sua sensibilidade.

Tabela I. Análise de cloreto, padrão 770 e 309 ppm

Padrão 309 ppm Cloreto		Valor de cloreto (ppm)	
Volume de padrão (mL)	10,0	270	
Vol. de naftaleto de sódio mL	4,0		
Volume de tampão mL	12,0		
Padrão 774 ppm Cloreto		Valor de cloreto (ppm)	
Volume de padrão (mL)	6,0	10,0	770 <u>1070</u>
Volume de naftaleto de sódio mL	8,0	10,0	
Volume de tampão mL	15,0	20,0	

Conclusões

A técnica empregada na redução de 1,2,4-triclorobenzeno com naftaleto de sódio mostrou-se muito eficaz obtendo excelentes resultados.

O método potenciométrico usado na determinação de cloreto revela-se como uma metodologia operacional barata, que pode ser empregada em análise de campo.

Os resultados obtidos são bastante promissores necessitando de aprimoramento da técnica para reduzir o erro experimental.

Agradecimentos

DQ/UFSC; Central de Análises UFSC; Celesc

¹PENTEADO, J.C.P. *O Legado das Bifenilas Policloradas*; Quim. Nova; vol 24 (3), 390-398, 2001.

²MORRISON, R., R. Boyd; *Química Orgânica*; 13° ed.; Fundação Calouste Gulbenkian; Lisboa, 1996.

³*Handbook of Reagents for Organic Synthesis, Oxidizing and Reducing Agents*, Edited by BURKE, S.D. and R. L. Danheiser; John Wiley & Sons Ltd; 2000 New York; USA.

Interação da matéria orgânica com íons Cu (II) como indicador de modificações do sistema aquático

Maria Josefa Santos Yabe (PQ)^{1*}, Sônia Maria Nobre Gimenez (PQ)¹, Magda Elisa Turini da Cunha (MS)¹, Silvana do Espírito Santo (IC)¹, Marcelo Henrich Mudelão (IC)¹, Bruno Lomba (IC)¹, João Victor Bueno Kozan (IC)¹, Marcela Zanetti Coraza (IC)¹

¹Universidade Estadual de Londrina-Pr, Depto de Química, mjyabe@uel.br.

Palavras Chave: *matéria orgânica, sedimento, cobre.*

Introdução

A avaliação da capacidade de interação da matéria orgânica (MO) do sedimento – testemunho curto– com íons Cu (II), pode auxiliar na investigação da influência da disponibilização dos metais, de diferentes atividades antrópicas e descrever o comportamento de sistemas aquáticos. Objeto de grande interesse para as atividades de sobrevivência indígena, as modificações ambientais da bacia do rio Apucarantina - reserva indígena Kaingang, foram avaliadas a partir das relações entre interação MO/Cu (II) e a quantidade de matéria orgânica no sedimento de locais com características mistas – lóticicas e lênticas do rio Apucarantina.

Resultados e Discussão

O testemunho foi coletado em 6 locais do rio Apucarantina, com amostrador cilíndrico do tipo gravidade. As amostras foram fatiadas de 2 em 2 cm, secas à temperatura ambiente, moídas e reservadas. As análises de matéria orgânica (MO) foram feitas por espectrofotometria, e de interação da MO/Cu (II), por potenciometria com eletrodo seletivo para íons Cu.

A evolução da interação MO/Cu (II) foi maior na parte superior do testemunho e menor na parte inferior, com destaque para a faixa de 30 cm, cuja maior interação pode estar relacionada a evento ambiental bastante diferenciado, como a formação das represas no passado (Fig. 1). Mesmo que as represas tenham sido formadas há mais tempo do que o sedimento depositado na faixa de 30 cm, os processos biogeoquímicos de degradação da matéria orgânica, associados aos processos físicos de mobilização do sedimento, podem ter interferido no comportamento do ambiente aquático.

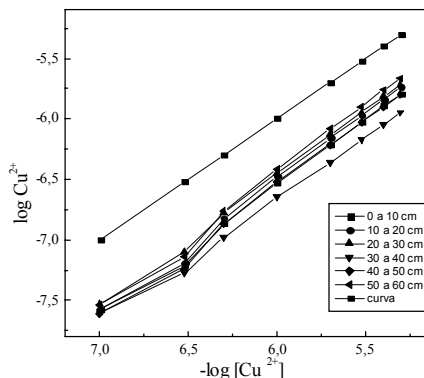


Figura 1. Interação da matéria orgânica com íons Cobre (II), na represa FIU

Conclusões

O aumento da quantidade da matéria orgânica na faixa deposicional de aproximadamente 30 cm ao longo da bacia do rio Apucarantina, na área amostrada, em correlação com o aumento da interação da matéria orgânica na mesma faixa, pode estar ligado à formação das represas no passado. Os processos biogeoquímicos de degradação da matéria orgânica, associados aos processos físicos de mobilização do sedimento, podem ter interferido no comportamento do ambiente aquático. A interação da MO/Cu (II) em correlação com a quantidade de matéria orgânica no sedimento, sugerem que modificações ambientais acentuadas ocorreram em determinado momento do passado na área estudada.

Agradecimentos

A FUNAI que concedeu bolsa para a realização do projeto.

Uso de marcadores moleculares na identificação de fontes de contaminação por hidrocarbonetos de petróleo em sedimentos da Lagoa dos Patos

Clarissa Del Rosso(PG)^{1*}, Márcia Bicego(PQ)², Gilberto Fillmann(PQ)¹

¹ Laboratório de Microcontaminantes Orgânicos e Ecotoxicologia Aquática; FURG; Av. Itália km 8 s/n; CEP 96201-900 Campus Carreiros - Rio Grande - RS – BRASIL * pgofcdrb@furg.br & docqfill@furg.br

² Laboratório de Química Orgânica, Instituto Oceanográfico, USP – São Paulo – SP - BRASIL

Palavras Chave: marcadores moleculares, hidrocarbonetos de petróleo, fontes

Introdução

Estudos anteriores demonstram que o estuário da Lagoa dos Patos, nos entornos da cidade de Rio Grande, apresenta contaminação por hidrocarbonetos de petróleo em diferentes compartimentos do ecossistema aquático (Ex.: sedimento^{1,2} e na biota²). Desta forma, este trabalho tem como objetivo determinar a origem (fontes) desta contaminação empregando os marcadores moleculares (hopanos, terpanos e esteranos) de hidrocarbonetos de petróleo. Os marcadores moleculares (hopanos, terpanos e esteranos) são indicadores úteis na identificação das principais fontes de contaminação por hidrocarbonetos em razão da sua alta resistência à degradação, sendo estáveis e persistentes no meio ambiente³.

Resultados e Discussão

Os sedimentos foram coletados em 8 estações próximas ou que tenham alguma relação com as fontes previamente identificadas e caracterizadas como contaminadas. As amostras foram extraídas em Soxhlet, com n-octadeceno e 9,10-dihidroantraceno como padrão interno, purificadas e fracionadas. A primeira fração foi analisada por GC/MS para a obtenção dos fragmentogramas característicos e identificação dos terpanos e hopanos (m/z 191) e esteranos (m/z 217 e 218). A quantificação foi feita usando a relação de áreas com o padrão interno n-octadeceno, já adicionado às amostras. O Esgoto Municipal apresentou a maior concentração de marcadores moleculares (4590 ng g⁻¹), seguido da Refinaria de Petróleo (2025 ng g⁻¹), Posto Náutico (870 ng g⁻¹) e late Clube (605 ng g⁻¹). As menores concentrações foram encontradas na estação Controle (18 ng g⁻¹) e no Saco da Mangueira (32 ng g⁻¹). A série dos terpanos inclui terpanos tricíclicos, tetracíclicos e triterpanos pentacíclicos (hopanos) sendo estes últimos encontrados em todas as amostras, o que indica a introdução de óleo de motor de popa⁴. No Esgoto Municipal foi observado C₃₀-terpano tricíclico em conjunto com hopanos, que é indicativo de óleo automotivo³. Já a presença do terpano tetracíclico (8,14 Secohopano) no late Clube indica a presença de óleo intemperizado⁵. Os hopanos com estereoquímica 17β(H),21β(H)-Hopano, que representam óleo recente⁶, ocorreram no Esgoto,

Refinaria de Petróleo e Distribuidora de Combustível. Conforme o óleo é degradado, a estereoquímica passa a configuração 17α(H),21β(H)-Hopano, comum em quase todas as amostras. No Píer do Petroleiro ocorreu a única amostra com os marcadores moleculares hopenos (22,29,30-Trisnorhop-17(21)-eno e Hop-22(29)-eno) que, por possuírem dupla ligação na molécula, são indicadores de óleo pouco degradado⁶. O diesterano (20R-13β(H),17α(H)-Diacolestano) confirma a presença de óleo intemperizado na Distribuidora, Posto Náutico e Refinaria, enquanto que os demais esteranos indicam a presença de óleo recente no Esgoto, Posto Náutico e Distribuidora de Combustível.

Conclusões

Os marcadores moleculares de petróleo (hopanos, terpanos e esteranos) indicaram que, apesar de haver sido detectada a presença de hidrocarbonetos de petróleo em todos os pontos de amostragem nos entornos da cidade de Rio Grande, existe uma distinção marcante quanto às fontes destes contaminantes e o tempo da contaminação, se recente ou crônico.

Agradecimentos

Agradecemos ao Prof. Dr. Ademilson Zamboni por ter sido o precursor deste trabalho.

1 Zamboni, A. J., 2000. Caracterização ecotoxicológica do estuário da Lagoa dos Patos no entorno de Rio Grande, RS: fundamentos e técnicas. Tese de Doutorado – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo. 185 p.

2 Fillmann, G. Comunicação pessoal.

3 Albaigés, J. & Cuberes, M. R., 1980. On the degradation of petroleum in the marine environment. *Chemosphere*, 9: 539 – 545.

4 Bieger, T.; Hellou, J. & Abrajano Jr., T. A., 1996. Petroleum biomarkers as tracers of lubricating oil contamination. *Mar. Pollut. Bull.* 32: 270 – 274.

5 Aquino Neto, F. R.; Trendel, J. M.; Restle, A.; Connan, J. & Albrecht, P., 1983. Occurrence and formation of tricyclic and tetracyclic terpanes in sediments and petroleum. In: Bjoroy *et al.* (Editors), *Advances in Organic Geochemistry*. 1981. Wiley, Chichester. p. 676 – 695.

6 Philp, R. P., 1985. *Fossil Fuel Biomarkers. Methods in Geochemistry and Geophysics*, 23. Elsevier, New York. N.Y. 292 p.

Sinergismo de bactérias lácticas para a produção de ácido láctico

Luiza L. Lock¹(IC); Valeriano A. Corbellini^{1,*}(PQ); Marco F. Ferrão¹(PQ); Nádia M. Baccar¹(PQ); Ana Lúcia B. Rohlfes¹(PQ); Mari Sílvia R. Oliveira¹(PQ); Liliane Marquardt²(PQ), * valer@unisc.br

(1) Departamento de Química e Física (2) Departamento de Engenharia, Arquitetura e Ciências Agrárias – Universidade de Santa Cruz do Sul, Av. Independência, 2293, CEP: 96815-900 - Santa Cruz do Sul - RS.

Palavras Chave: ácido láctico, bactérias lácticas

Introdução

Produtos cárneos fermentados, do tipo salame colonial, vêm sendo estudados e desenvolvidos utilizando bactérias lácticas isoladas de produtos coloniais regionais que, além de apresentarem a função de conservar os mesmos à temperatura ambiente, são responsáveis pelas suas características sensoriais das quais destaca-se o *flavour* característico da fermentação láctica. Neste sentido este trabalho visou avaliar o sinergismo na produção de ácido láctico e no decréscimo de pH de misturas de duas bactérias lácticas isoladas.

Resultados e Discussão

Inicialmente, duas bactérias isoladas produtos agroindustriais provenientes da região do Vale do Rio Pardo, RS, foram selecionadas em virtude do seu melhor desempenho na produção de ácido láctico. As bactérias Q6-1 (isolada de queijo) e E3-1 (isolada de embutido) foram padronizadas através da técnica de diluição seriada em placa. As bactérias padronizadas foram inoculadas em tubos de ensaio contendo 9,9mL de leite desnatado a 11%, sendo o volume total do inóculo de 0,1mL. Neste estudo foram empregadas as seguintes proporções da bactéria Q6-1 em relação a E3-1: 0, 20, 40, 50, 60, 80 e 100%. Os meios inoculados foram incubados por 48h à 37°C, realizando, em seguida, a medida de pH (acidez total) e produção de ácido láctico, sendo esta realizada através da espectrofotometria na região do visível (425nm). Os resultados obtidos são apresentados nas figuras 1 e 2, em relação a proporção da bactéria Q6-1.

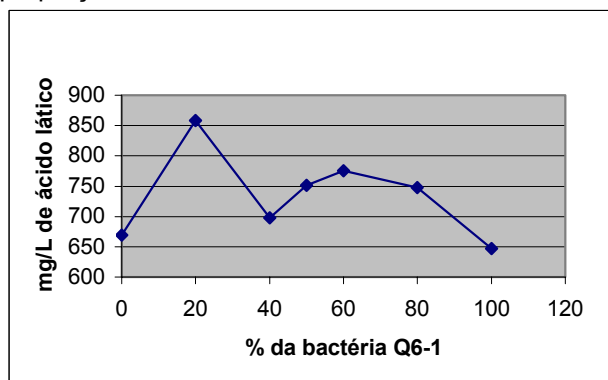


Figura 1: Gráfico da produção do ácido láctico em função da proporção da bactéria Q6-1.

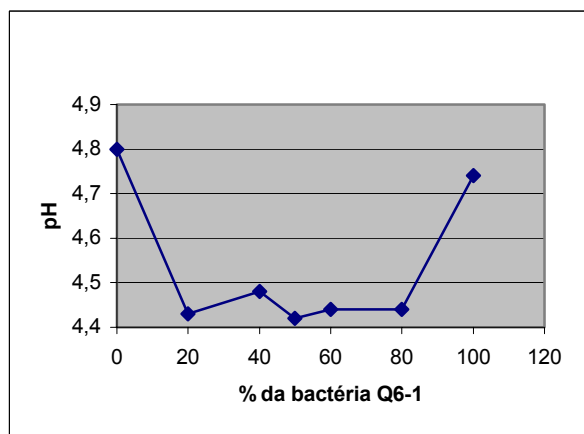


Figura 2: Gráfico do pH em função da proporção da bactéria Q6-1.

É possível perceber que as bactérias Q6-1 e E3-1, quando utilizadas em conjunto no leite desnatado a 11%, produzem maior quantidade de ácido láctico do que quando cultivadas separadamente. A maior produção de ácido láctico foi verificada na proporção de 20% de Q6-1 e 80% de E3-1 em 0,1mL de inóculo padronizado. Este resultado é compatível com a produção de metabólitos por uma cultura que são assimilados pela outra durante o crescimento consorciado levando a um metabolismo mais acelerado semelhante ao encontrado no iogurte com as bactérias lácticas *Lactobacillus bulgaricus* e *Streptococcus thermophilus*.

Conclusões

Através das análises realizadas no meio de cultura, a partir das bactérias lácticas isoladas, pode-se observar o efeito sinérgico que a mistura das duas bactérias lácticas apresentam, independente da proporção utilizada. Esta eficiência na utilização de culturas mistas possibilita um melhor desempenho destas para elaboração de produtos cárneos fermentados.

Agradecimentos

SCT-RS, BIC-FAPERGS, FAP-UNISC, PMT/VRP e PROGRUPE-UNISC.

¹Balduino, R. et al. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 1999, 19(3), 356.

²Balduino, R. et al. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 1999, 19(3), 363.

Determinação da massa molar da heparina e heparina despolimerizada através da Cromatografia Líquida de Alta Eficiência

Thalia C. Coelho* (IC)¹, Rogério Laus (IC)¹, Mauro C. M. Laranjeira (PQ)¹, Valfredo T. de Fávère (PQ)¹, Carlos H. L. Soares (PQ)²

¹Universidade Federal de Santa Catarina, Departamento de Química –CFM Florianópolis – SC - 88040-900 (thaliacoelho@hotmail.com)

²Universidade Federal de Santa Catarina, Departamento de Bioquímica –CCB Florianópolis – SC - 88040-900

Palavras Chave: Heparina, Heparinóide, HPLC.

Introdução

A heparina é um mucopolissacarídeo biologicamente ativo da família glicosaminoglicana, as suas principais propriedades farmacológicas são suas atividades anticoagulante no tratamento de enfarto do miocárdio e antitrombose no tratamento de trombozes venosas pós-operatórias. Heparina de baixa massa molar (HBMM) são substâncias que tem ação biológica similar a heparina, HBMM é obtida através da despolimerização da heparina com a produção de fragmentos com massa molar entre 2.000 e 10.000 Daltons. É uma alternativa para preparar heparinas que tenham atividade antitrombose elevada e atividade anticoagulante menor do que as heparinas de alta massa molar, possuindo as propriedades farmacológicas necessárias para aplicações terapêuticas melhoradas. Neste sentido, o presente trabalho propõe a síntese de heparina de baixa massa molar para ser aplicada no desenvolvimento de sistemas de liberação controlada de heparinóide visando estabelecer novas vias de formulação de medicamentos em uso na profilaxia e no tratamento de eventos de trombozes agudas, atuando principalmente no aumento da eficácia terapêutica, na redução do número de doses e na toxicidade deste medicamento.

Resultados e Discussão

Amostra de heparina comercial fornecida pela Bioibérica (Espanha) foi purificada com metanol para remoção do sulfato de dermatana. A amostra purificada foi transformada num sal de amônio quaternário com cloreto de benzalcônio para proteção dos grupos sulfatos no processo de esterificação. A esterificação foi realizada com cloreto de 4 -clorobenzila a 35 °C na qual foi mantida nesta temperatura durante 25 horas. O éster benzílico de heparina obtido na forma de sal de sódio foi despolimerizado com solução de NaOH, à 58 °C, para a obtenção da heparina de baixa massa molar. A massa molar da heparina e heparina despolimerizada foi determinada por cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC) pelo método da exclusão, que efetua a separação de

acordo com o tamanho efetivo das moléculas. As moléculas pequenas podem penetrar na maioria dos poros e apresentarem um maior tempo de retenção, enquanto as maiores são excluídas de todos os poros. Assim, moléculas grandes movem-se rapidamente através da coluna e as moléculas pequenas são eluídas lentamente pela fase móvel. Foi utilizado como eluente: H₂O / 0,05 M NaOH, num fluxo de 0,8 mL/min e monitorado com um detector UV-VIS a 210 nm. Os resultados obtidos para heparina mostram que 92% apresentam massa molar de 12.800 Daltons (Da), 8% apresentam 10.000 Da. Para a heparina despolimerizada, os resultados mostram que 15% apresentam massa molar de 12.800 Da, 35% apresentam 6.900 Da e 50% apresentam massa molar entre 12.800 e 6.900 Da. Os resultados da despolimerização foram satisfatórios, uma vez que uma boa porcentagem de heparina apresentou um fragmento de 6.900 Da que seria responsável pela diminuição atividade anticoagulante necessária para administração via oral.

Conclusões

Vários métodos têm sido relatados na literatura para determinação da massa molar da heparina. A cromatografia líquida de alta eficiência pelo método da exclusão, devido a sua simplicidade, disponibilidade de equipamento, utilização de pequenas quantidades de amostras e reagente simples mostrou ser uma eficiente técnica para quantificar a massa molar da heparina e heparina despolimerizada.

Agradecimentos

Agradeço ao PIBIC/CNPq, Departamento de Química-UFSC.

¹ Lane, D. A.; Macgregor, I. R.; et al, *Anticoagulant activities of four unfractionated and fractionated heparins*, *Thrombosis Research*.. 1978, 12, 257.

Testes de tratabilidade em água de abastecimento

BEATRIZ MUNHOZ P. FARIAS* (PG)¹, DENILSON ANTONIENSEN (TC)², ARI SANTOS (PQ)³, DAIANE DE LA ROSA(TC)⁴.

1-UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS- bia@supersul.com.br 2- LACE-CEFET-RS 3- UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS 4- LACE-CEFET-RS
AGUA, POLUIÇÃO, TRATAMENTO

Introdução

Os serviços públicos de abastecimento devem fornecer sempre água de boa qualidade. As análises e os exames das águas obtidas nos mananciais com a frequência desejável deverão ser capazes de revelar a necessidade de processos corretivos, enquanto o tratamento da água deverá compreender somente os processos imprescindíveis à obtenção da qualidade que se deseja, com custo mínimo. Assim, desenvolveu-se uma pesquisa com a duração de quatro meses, perfazendo um total de 352 horas, onde simulou-se, em escala de bancada, o tratamento das águas do Arroio Padre Doutor, que abastece as referidas instituições. Num primeiro momento, foi definida a composição físico-química e bacteriológica da água em questão, a partir daí foram definidos e realizados os testes de cada uma das etapas que envolvem o tratamento.

Foram objetivos do trabalho:

- ♦ Verificar a eficiência de floculantes na remoção de sólidos e matéria orgânica da água;
- ♦ Avaliar a eficiência de diferentes suportes na filtração da água;
- ♦ Avaliar a quantidade de desinfetante necessária para promover a eliminação de patógenos da água;
- ♦ Avaliar o desempenho da seqüência floculação/sedimentação, filtração e desinfecção no tratamento da água testada.
- ♦ Propor quantidades de reativos para o sistema de tratamento das águas.

Resultados e Discussão

A eficiência da fase de floculação/coagulação pode ser avaliada pelo consumo de coagulante e pela turbidez da água decantada, onde o que se procura é o menor consumo de produto e uma melhor qualidade da água. Com base nisto, foram estabelecidas as dosagens e a seqüência dos testes partiu sempre da menor dosagem prevista.

Os produtos testados foram: sulfato de alumínio, polímero catiônico e polímero aniônico. Tendo em vista a total ineficiência do polímero aniônico para o tratamento das amostras, sua utilização foi imediatamente descartada.

No teste de filtração o objetivo baseava-se em montar em escala de bancada, filtros com diferentes meios filtrantes e a combinação destes, para assim analisar a eficiência de cada filtro. A filtração da

água bruta demonstrou ser um processo inadequado, já que o melhor desempenho na remoção de poluentes como matéria orgânica e sólidos foi de 52% e 28%, respectivamente. Enquanto, nos demais testes, alcançaram 75% e 58%.

No teste de desinfecção o objetivo foi estabelecer a dosagem de hipoclorito de sódio necessária para a obtenção de uma água própria para o consumo humano e com um teor de cloro residual para a manutenção desta propriedade.

A dosagem de solução de hipoclorito a uma concentração de 2 ppm de cloro, mostrou-se suficiente para a destruição dos organismos patogênicos avaliados. A referida dosagem garante um residual de 0,5 ppm de cloro, concentração capaz de preservar boas condições sanitárias, e manter os padrões de potabilidade para este parâmetro, que, segundo a portaria 1469 do Ministério da Saúde, deve ser inferior a 1 ppm.

Conclusões

Tendo em vista a natureza do trabalho tornou-se imprescindível a comparação da qualidade alcançada ao final dos ensaios realizados com os padrões de potabilidade estabelecidos pelo Ministério da Saúde.

A avaliação dos teste permitiu supor que as dosagens de sulfato de alumínio e de polímero catiônico de, respectivamente, 20 e 5 ppm, para o processo de floculação/ sedimentação, seguido pelo filtro misto e finalizado pela desinfecção com hipoclorito de sódio (2 ppm), são suficientes para garantir a qualidade da água para o consumo humano. Entretanto, cabe salientar que a conservação das condições de operação da estação de tratamento de água e a manutenção das condições sanitárias dos reservatórios em cada ponto de distribuição do campus são fundamentais para a garantia da preservação das características físico-químicas e bacteriológicas desde o tratamento até o seu consumo.

Tratamento de efluentes de indústrias de processamento de arroz utilizando argila como coagulante

Carla Aparecida Dian de Mello* (PG), Nito Angelo Debacher (PQ)
cadian@qmc.ufsc.br

Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, 88040-900, Florianópolis, SC - Brasil

Palavras-chave: processamento de arroz, tratamento efluente, argila

Introdução

O crescimento populacional e o desenvolvimento industrial têm ocasionado efeitos negativos sobre o ambiente, tais como a poluição e degradação dos recursos naturais. O controle ambiental deve ser feito a fim de assegurar danos irreparáveis e garantir a melhoria da qualidade de vida da população. Deve-se considerar a melhor tecnologia de tratamento de efluentes disponível, que reduza o investimento inicial e os custos de operação.

O objetivo principal do tratamento de efluentes é corrigir as suas características indesejáveis, de tal maneira que o seu uso ou sua disposição final possam respeitar os parâmetros de legislação vigentes.

O processamento do arroz envolve descarga de considerável volume de efluente cujos nutrientes causam sérios problemas na flora e na fauna presentes no corpo receptor. Então, torna-se necessário a depuração dessa água residuária antes do seu lançamento em rios e riachos.

Um dos processos de tratamento, pode ser por coagulação e floculação.

Resultados e Discussão

Utilizou-se como coagulante, argila pertencente à família das montmoriloníticas, Agefloc. O Agefloc foi calcinado por 8 horas, onde obteve-se uma perda de massa de 5,93%. (Figura 1). A análise química da superfície da argila calcinada por energia dispersiva de Raio-X, indicou a presença dos seguintes elementos: Fe, Ca, Mg, Al, O e Si. Não houve diferença nas quantidades comparadas à argila sem calcinação.

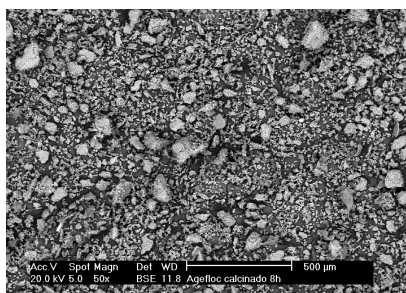


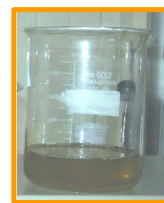
Figura 1: Micrografia da superfície da argila

Os ensaios de JAR-TEST realizados com efluentes de indústrias de processamento de arroz, foram comparados, utilizando os coagulantes Cloreto Férrico (FeCl_3) Sulfato de Alumínio $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ e argila montmorilonítica, Agefloc, nas concentrações de 500 ppm, 300 ppm, e 200 ppm, respectivamente.

Como auxiliares de floculação utilizou-se 5 ppm de polímero aniônico. Foram utilizadas as melhores concentrações do coagulante e auxiliares de floculação sendo que o melhor resultado foi obtido com Agefloc 200 ppm em pH natural de 4,02.



AgEflor



Cloreto Férrico



Sulfato de Alumínio

Estes resultados demonstram a eficiência dos processos para promover a coagulação e floculação.

Conclusões

A utilização de processos físico-químicos para tratamento de efluente, apresenta-se como uma tecnologia tecnicamente viável.

Em relação ao passivo ambiental, o lodo produzido pelo processo AgEflor, pode sofrer destinação final mais simples, se comparado ao lodo com uso de sais metálicos.

Pelos motivos expostos, consideramos as tecnologias apresentadas viáveis para fins de utilização na remoção de carga, em sistemas de tratamento de efluentes, em indústrias de processamento de arroz.

Agradecimentos

[CNPq], [Agetec Engenharia LTDA]

Adanson, A.W., Physical Chemistry of Surfaces, 5ed. John Wiley, 1990.

Dana, E.S. Dana's Textbook of mineralogy, 4th edition, 1966.

Islam MR, Roy P, Shimizu N, Kimura T, Effect of processing conditions on physical properties of parboiled rice, 2002.

Utilização de argila como coagulante no tratamento de águas residuais de minas de carvão.

Carla Aparecida Dian de Mello* (PG), Nito Angelo Debacher (PQ)
cadian@qmc.ufsc.br

Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, 88040-900, Florianópolis, SC - Brasil

Palavras-chave: drenagem ácida, tratamento efluente, argila.

Introdução

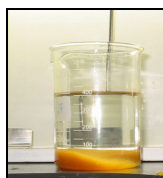
A exploração do carvão mineral ao longo destes últimos cem anos, tem produzido, muitos problemas ambientais. Principalmente pelo alto grau de acidez da água oriunda das minas ativas e abandonadas que contamina os cursos d'água e formam lagoas ácidas a partir das cavas deixadas pela mineração a céu aberto.

A acidez da água da região carbonífera é devido a reação de oxidação e dissolução da pirita (FeS_2) em água. Esta água, além de um pH baixo, contém sólidos suspensos e dissolvidos, os quais devem ser removidos para atender os parâmetros de lançamentos exigidos nas legislações ambientais vigentes. A remoção geralmente se consegue com a coagulação, floculação e decantação. Dentre os coagulantes existentes no mercado, podemos destacar sais metálicos à base de ferro e alumínio, coagulantes orgânicos e inorgânicos, entre outros.

Com as crescentes pressões pela preservação do meio ambiente e pela redução dos custos industriais com insumos e utilidades, em especial em relação à água tratada, se faz necessária uma nova concepção para tratamento de efluentes, daí a relevância deste trabalho em buscar nas argilas uma alternativa na substituição destes coagulantes.

Resultados e Discussão

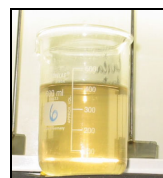
Os ensaios de JAR-TEST realizados com água de drenagem ácida de mina, foram comparados, utilizando os coagulantes Cloreto Férrico (FeCl_3), Sulfato de Alumínio $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ e argila montmorilonítica, Agefloc. Como auxiliares de floculação, utilizou-se 5 ppm de polímero aniônico.



Agefloc



Cloreto Férrico



Sulfato de Alumínio

Foram utilizadas as melhores concentrações do coagulante e auxiliares de floculação. O melhor resultado foi com Agefloc 50 ppm em pH ótimo de 4,00, sendo o pH natural de 2,82.

O controle do pH foi feito usando hidróxido de sódio, até atingir a faixa ideal para o coagulante.

Tabela. Resultados obtidos por coagulação e floculação em teste de jarros.

Agefloc, ppm	50,00	-	-
FeCl_3 , ppm	-	-	250,00
$\text{Al}_n(\text{SO}_4)_3$, ppm	-	300,00	-
NaOH, ppm	20,00	-	-

As medidas de turbidez e sólidos suspensos no efluente bruto e após o tratamento com os coagulantes mostraram os seguintes resultados: para o efluente bruto, Agefloc, Sulfato de Alumínio e Cloreto Férrico, a turbidez (NTU) foi de 63,65; 2,04; 22,32; 56,55, respectivamente. Os valores obtidos para sólidos suspensos (g/L) foram de 0,0491, 0,1084 e 0,1589, respectivamente, para os coagulantes. A turbidez da água é provocada por sólidos em suspensão, consistente com os resultados obtidos.

Conclusões

O efluente tratado com Agefloc apresentou índices de material em suspensão considerados satisfatórios pela legislação vigente.

Em relação ao passivo ambiental gerado, o lodo produzido pelo processo Agefloc, pode sofrer destinação final mais simples, comparado ao uso de sais metálicos.

Para os ensaios, os resultados foram satisfatórios, indicando que o tratamento com Agefloc, é um método promissor para processos combinados de tratamento, onde o efluente é de difícil biodegradação.

Agradecimentos

[CNPq], [Agetec Engenharia LTDA]

Achterberg EP, Herzl VMC, Braungardt CB, Millward GE; Metal behaviour in an estuary polluted by acid mine drainage: the role of particulate matter, **2003**.

Sasaki K, Haga T, Hirajima T, Kurosawa K, Tsunekawa; Distribution and transition of heavy metals in mine tailing dumps, **2002**.

Shaw, D.J. Introdução à Química dos Colóides e Superfícies, **1975**.

Determinação dos ácidos graxos presentes no óleo das sementes de andiroba (*Carapa guianensis* Aubl.) via CG-EM

Maria Silvana A. Moraes¹ (IC), Flaviana C. Damasceno¹ (IC), Laiza C. Krause¹ (PQ), Elina Bastos Caramão² (PQ), Maria Regina Alves Rodrigues¹ (PQ). e-mail: regina.rodrigues@ufpel.edu.br

¹ Universidade Federal de Pelotas – Instituto de Química e Geociências - Departamento de Química Orgânica, Campus Universitário, s/n - CEP 96010-900-Pelotas-RS

² Universidade Federal do Rio Grande do Sul – Instituto de Química - Departamento de Química Inorgânica

Palavras Chave: andiroba,, ácidos graxos, CG-EM

Introdução

A andiroba (*Carapa guianensis* Aubl) é uma árvore de grande porte, podendo atingir 30 metros de altura, e no Brasil é encontrada principalmente na região amazônica. As partes usadas são a madeira, as folhas, a casca e as sementes. O óleo extraído das sementes, geralmente por prensagem ou extração com solvente apolar, possui propriedades anti-inflamatórias, anti-sépticas e cicatrizantes. Além do uso medicinal, o óleo da andiroba também é muito usado pela indústria cosmética, em cremes hidratantes, em produtos para o cabelo, e no combate à celulite, pela sua composição em ácidos graxos essenciais, particularmente rico em ácidos da família oleico. O óleo também é usado como um repelente inseticida e para tratar picada de insetos e doenças da pele¹⁻³.

O presente trabalho tem o objetivo de identificar os principais ácidos graxos dos triglicerídios presentes no óleo da andiroba via CG-EM.

Resultados e Discussão

Cerca de 4 Kg de sementes de andiroba, fornecidas pela Cooperativa Agrícola Mista dos Produtores Extrativistas de Altamira/PA, foram submetidas a secagem em uma estufa a 40°C durante uma semana. Depois de secas as amostras forma descascadas e cortadas manualmente.

As amêndoas, depois de moídas, foram submetidos a extração por maceração por 2 dias, com éter de petróleo para retirar o óleo, seguido de extração com Soxhlet, também com éter de petróleo, para remoção das gorduras residuais. O rendimento encontrado foi de 60%. O teor de umidade do óleo foi medido, encontrando-se o valor médio de 6%.

Após a extração e concentração dos extratos, alíquotas do óleo foram derivatizadas usando BF₃ metanólico. Os extratos foram concentrados em N₂ e depois diluídos em 1 mL de diclorometano, para posterior análise cromatográfica. Cerca de 1 µL de cada amostra foi analisado via CG-DIC Shimadzu QA 17A e CG-EM Shimadzu QA 5050A, ambos equipados com coluna capilar DB-5 (30 m X 0,25 mm X 0,25 µm), para identificação dos ésteres metílicos.

As condições analíticas foram 180°C (0min) - 1°C min⁻¹ - 205°C - 5°C min⁻¹ - 225°C - 10°C min⁻¹ - 270°C (10min).

Em paralelo, uma amostra de óleo fornecida pela Cooperativa de Altamira, foi também submetida à derivatização e análises cromatográficas, nas mesmas condições, para avaliação do método extrativo.

As análises permitiram-nos identificar cerca de 9 ésteres metílicos com base na injeção de padrões, comparando os tempos de retenção, além de outros, por comparação com os espectros de massas da biblioteca Wiley do equipamento. As amostras analisadas dos dois tipos de óleos apresentaram perfil cromatográfico similar.

Foram identificados os ésteres metílicos dos ácidos palmítico, esteárico, araquídico, palmitoléico, olico, linoléico, linolênico (citados na literatura), como também beênico e eicosenóico (não citados).

Conclusões

Com base nos resultados encontrados nas análises cromatográficas, o óleo de andiroba tem grande concentração de ácido oleico (~ 53%), sendo que os outros ácidos graxos insaturados estão em pequenas quantidades. Quanto aos ácidos graxos saturados, o ácido esteárico se encontra em grande quantidade, ~29% e, os demais, em baixas concentrações.

As duas amostras, tanto a do óleo obtido através da extração em laboratório, quanto a fornecida pela Cooperativa, apresentaram perfis cromatográficos similares.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Cooperativa Agrícola Mista dos Produtores Extrativistas de Altamira/PA pelo fornecimento das sementes e ao CNPq pela bolsa de iniciação científica.

¹ Taylor, L.; *Herbal Secrets of Rainforest*; Ed.; Prima Publishing; p. 313.

² Lorenzi, H.; *Árvores Brasileiras – Manual de Identificação e Cultivo de Plantas Arbóreas do Brasil*; Ed.; Instituto Plantarum de Estudos da Flora, 2000; p. 240.

³ Ollis, W. D.; Ward, A.D.; Oliveira, H. M.; Zelnik, R.; *Tetrahedron* 1975, 26, 1637-1645.

Tingimento de tecidos de algodão com efluente reutilizado

Silvana Stefanel de Quadros (PG), Daniela Raduenz (IC) e Ivonete O. Barcellos¹ (PQ)

Universidade Regional de Blumenau, Departamento de Química, SC, CEP 89010971

* -job@furb.br

Palavras Chave: Efluente têxtil, adsorção, corantes reativos

Introdução

A distribuição mundial da água revela somente 2,6% de água doce no planeta e dela apenas 0,6% disponível em lagos, rios, subterrâneos e atmosfera. Os maiores consumidores da água são a agricultura e as indústrias, incluindo o setor têxtil, que consome 15% do volume, devolvendo-a depois do processo altamente contaminada. O tratamento de efluentes têxteis é um dos assuntos de maior interesse do ponto de vista ambiental. Considerando que a água será provavelmente o grande mal do novo milênio, estudos e pesquisas envolvendo tratamento de efluentes têxteis com posterior reutilização do mesmo, em alguns processos de tingimento é de suma importância do ponto de vista industrial. Este trabalho teve como objetivo reutilizar em tingimentos de tecido de algodão água de efluente têxtil pós tratamento empregando quitosana.

Resultados e Discussão

O tratamento do efluente proveniente da empresa COTEMINAS, direto das máquinas e do tanque de equalização, foi realizado sob diferentes condições, variando-se a concentração de quitosana e dos demais parâmetros e produtos utilizados pela indústria. A **Figura 1** mostra o espectro de absorção (espectrofotômetro UV-Visível, Shimadzu) das amostras de efluentes tratadas e não tratadas, observa-se o decaimento intenso da cor significando eficiência na adsorção do corante. Após o tratamento, com a água reciclada foram preparados banhos de tingimentos reproduzindo cores e condições adotadas no processo industrial.

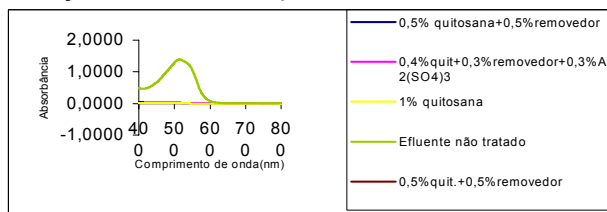


Figura 1: Apresenta variação da absorbância do espectro UV-Visível para o efluente tratado durante 60 min, com diferentes concentrações de quitosana a 50 °C, sob agitação constante.

Na **tabela 1** observa-se os valores referentes a intensidade da cor e rendimento colorístico em

termos de k/S e ΔE (diferente de cor residual). A **tabela 2** mostra os resultados obtidos com relação a solidez dos tecidos tintos com corantes reativos por esgotamento.

Tabela1: Parâmetros avaliados nos tingimentos.

Amostras de ≠ tingimentos	K/S	ΔE
1- com H ₂ O destilada	0,1935	
2-com Efl. Equalizador+1% quit.	0,2518	2,71
3-com Efl. Máq.+0,4% quit.+ 0,3% removedor + 0,3%Al ₂ (SO ₄) ₃	0,1481	6,21
4-com Efl. Equalizador+0,7%quit.+ 0,3% Al ₂ (SO ₄) ₃	1,1808	0,81
5-com Efl. Equalizador+0,4%quit.+ 0,3%removedor+0,3%Al ₂ (SO ₄) ₃	0.0691	9,47

Tabela2: Ensaios de solidez

Amostra	Nota solidez a fricção		Nota solidez a lavagem DIN 54010
	seco	úmido	
1	5	4,5	5
2	5	4,5	4,5
3	5	5	4
4	5	5	5
5	5	5	4

Conclusões

Conclui-se que a reutilização do efluente de equalização tratado com quitosana, resultou em melhores tingimentos posteriores, comparando com a utilização de efluentes tratados com removedor de corante ou adição de outros produtos, comumente usados no tratamento industrial. A quitosana apresentou um ótimo resultado na remoção de corante, pois obteve até 96,42% de eficiência.

Agradecimentos

PiPe – FURB e COTEMINAS

- 1- OHKAWA, Kousaku, Textile Res. J. 72(2), 120-124 (2002).
- 2- SHIMIZU, Yoshiaki, Textile Res. J. 72(7), 563-567 (2002).

Caracterização das substâncias húmicas de solo hidromórfico sob diferentes sistemas de manejo

*Rosa Maria V. Castilhos¹(PQ), Valdinar B. dos Santos¹(PG), Carla M. da Rosa¹(IC) Deborah P. Dick² (PQ), Danilo D. Castilhos¹(PQ), Eloy A. Pauletto¹ (PQ), rosamvc@ufpel.tche.br

1- UFPEL/ Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel / Dept^o. Solos . – Caixa Postal 354 – Pelotas, RS - CEP: 96001-970
2-UFRGS/ Instituto de Química – Av. Bento Gonçalves n^o 9500. Porto Alegre, RS - CEP: 91501-970

Palavras Chave: arroz irrigado, planossolo, ácidos húmicos

Introdução

A matéria orgânica é um importante indicador de qualidade dos solos. Pesquisas sobre as alterações nas substâncias húmicas de solos em decorrência de diferentes sistemas de preparo e cultivos são escassos nos solos de várzea do RS, onde são cultivadas extensas áreas com arroz irrigado. Esta pesquisa objetivou avaliar o efeito de diferentes sistemas de manejo nas substâncias húmicas de um solo hidromórfico.

Resultados e Discussão

Amostras de um Planossolo Hidromórfico eutrófico solódico, coletadas nas profundidades de 0-5cm e 5-10cm, em experimento de longa duração (16 anos), conduzido na Embrapa Clima Temperado. Os tratamentos avaliados foram: **ST**= Sistema tradicional de cultivo: um ano de arroz com preparo convencional do solo seguido de dois anos com pousio da área; **APC**= Sistema de cultivo contínuo de arroz com preparo convencional do solo e controle de invasoras com herbicidas; **RC**= Rotação arroz x soja x milho, com preparo convencional do solo; **APD**= Sucessão de azevém no inverno x arroz no verão, sob plantio direto; **SN**= Testemunha: solo mantido em condições naturais (pastagem nativa). Foi feito o fracionamento químico da matéria orgânica, com base na solubilidade em meio ácido e alcalino, estimando-se o teor das frações: não húmicas (NH) ácidos fúlvicos (AF), ácidos húmicos (AH) e humina (HU), através do teor de carbono (C) contido em cada fração. O C nas frações NH, SH e AF foi determinado por espectroscopia, a 580nm, após reação durante 4 horas, a 60°C, com solução ácida de dicromato de potássio 0,625 mol L⁻¹. O C total do solo foi determinado pelo método Walkley-Black. Para as SH e AF determinaram-se as absorvâncias em 465 e 665 nm, calculando-se a razão (E4/E6). Para os AH, foram obtidos espectros de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) (espectrofotômetro Bomem MB 102), em pastilha de KBr (2mg de amostra: 100 mg de KBr), no intervalo de 4000 a 400 cm⁻¹ e com acúmulo de 32 scans e resolução 4 cm⁻¹. Com os dados obtidos foi calculado o índice de aromaticidade: I_{1628}/I_{2926} , segundo Chefetz et al.

O sistema com plantio direto de arroz (APD), após 16 anos manteve os teores de C total do solo e das frações AH e HUM semelhantes aos do solo sob condições

naturais. Os sistemas com preparo convencional do solo reduziram os teores de carbono total e das frações AH e HU, em comparação ao solo natural. Os sistemas com maior revolvimento do solo (APC e RC) promoveram a mineralização preferencial das substâncias húmicas de menor peso molecular (AF). Na proporção de ocorrência das frações húmicas a HU predominou (46% a 62%) em relação ao AH (25 a 40%) e AF (7 a 2%), independente dos sistemas de manejo. Os espectros de infra-vermelho dos ácidos húmicos apresentaram o mesmo padrão da absorção. As principais bandas de absorção identificadas e suas atribuições foram: (a) banda larga de absorção próxima a 3400 cm⁻¹ atribuída ao estiramento de OH de álcoois, fenóis e ácidos carboxílicos; (b) picos em 2924 e 2852 cm⁻¹ devido ao estiramento simétrico e assimétrico de C-H de grupos alifáticos; (c) banda em torno de 1710 cm⁻¹, atribuída ao estiramento C=O de ácidos carboxílicos e/ou cetonas; (d) absorção próxima a 1628 cm⁻¹ associada à ligação C=C de anéis aromáticos; (e) pico em 1539 cm⁻¹, atribuída a N-H de ligações peptídicas; (f) picos em torno de 1430 e 1370 cm⁻¹, atribuídos à deformação de C-H de grupos alifáticos; (g) banda em 1242 cm⁻¹ atribuída a estiramento C-O e deformação O-H de ácidos carboxílicos; (g) banda em 1075 cm⁻¹ devido a ligação C-O de polissacarídeos. O índice de aromaticidade I_{1628}/I_{2926} variou entre 0,70 a 1,14, situando-se abaixo dos valores observados para AH de solos oxidados e de carvão (>1,14). A banda de absorção de grupos nitrogenados foi bastante pronunciada, comparada com espectros de AH de solos oxidados. O maior grau de alifaticidade e a presença em maiores proporções de grupos nitrogenados indicam um baixo grau de transformação dos AH, devido ao ambiente hidromórfico destes solos e à inundação periódica no cultivo do arroz.

Conclusões

Os sistemas de manejo influenciaram o teor das substâncias húmicas apenas na camada de 0-5 cm. Não houve efeito na composição dos ácidos húmicos, determinada por FTIR. Os AH estudados apresentaram baixo grau de humificação, quando comparados aos AH de ambientes não hidromórficos.

Monitoramento dos teores de compostos organo-halogenados das águas do Rio Itajaí-Açú, através da metodologia AOX.

Muriel D. do Amaral^{1*}(IC), Márcia G. Marian Vieira¹(PQ), Vanessa N. C. Santos¹(IC), Leonardo R. Rörig¹(PQ). muriel@cctmar.univali.br

¹Centro de Educação Superior de Ciências Tecnológicas, da Terra e do Mar – CTTMar- Curso De Ciências Biológicas - Biotecnologia, Universidade do Vale do Itajaí– SC

Palavras Chave: organo-halogenados, poluição ambiental.

Introdução

AOX (adsorbable organic halogen) é uma medida usada para estimar a quantidade total de materiais orgânicos halogenados dissolvidos em amostras de águas; é um termo utilizado para descrever uma família de compostos químicos resultantes de fontes naturais e/ou humanas.¹ A preocupação com a contaminação de sistemas aquáticos superficiais e subterrâneos tem crescido no meio científico; essa preocupação aumenta, principalmente, quando a água é usada para o consumo humano. Os compostos orgânicos halogenados podem ser emitidos, entre outras coisas, pelas indústrias químicas (produção de celulose, produção de papel e de cartão, indústria de curtumes, tratamento de superfícies de metais, lavanderias a seco e esfoladouros) e existem também a contaminação do ambiente aquático por pesticidas. São encontrados grandes concentrações desses compostos em efluentes industriais e municipais, lodos, lixos sólidos e ar de exaustão.²

Existem compostos halogenados com nocividade menos saliente afetando: o sistema de imunidade de peixes; o sistema de reprodução de focas e destruindo o ozônio das camadas superiores da atmosfera.²

Devido a grande preocupação causada pela contaminação desses compostos orgânicos halogenados, numerosos estudos objetivando um monitoramento da concentração desses no baixo curso do Rio Itajaí-Açú estão sendo efetuados através do analisador AOX (Coulomat 7020CL).

Resultados e Discussão

Foi realizado uma coleta ao longo do baixo curso do Rio Itajaí-Açú, desde a cidade de Timbó até a foz, na cidade de Itajaí.

Utilizando-se o analisador AOX (Coulomat 7020CL), que quantifica compostos organo-halogenados adsorvíveis presentes em amostras líquidas, pôde-se obter resultados quanto a presença destes compostos em águas coletadas, em uma amostragem piloto, em cinco diferentes pontos do baixo curso do Rio Itajaí-Açú.

Os valores obtidos da DQO e para os pontos #0, #1, #3, #5, #6, respectivamente foram: 30,416, 92,657, 269,805, 214,041 e 213,196 mgO₂/L. Sendo Assim fez-se diluições para que o valor da DQO de cada

amostra fosse de 10 mg/L, pois se a amostra apresentar muita matéria orgânica, esta irá saturar o carvão ativado.

Feitas as devidas diluições, fez-se as análises de AOX, cujos resultados foram de 0,034, 0,104, 0,379, 0,166 e 0,121 mg/L, conforme apresentado na tabela 1.

Como no Brasil não há uma portaria que determine a concentração máxima admissível de AOX, porém Comunidade Econômica Européia estabeleceu em 0,1µg/L a concentração máxima admissível de qualquer pesticida em águas destinadas para consumo humano e em 0,5µg/L para o total de resíduos.

Tabela 1. Resultados da DQO e AOX.

	# 0	# 1	# 3	# 5	# 6
DQO (mgO ₂ /L)	30,416	92,657	269,805	214,041	213,196
AOX (mg/L)	0,034	0,104	0,379	0,166	0,121

Conclusões

Visto os resultados e estes ficarem acima da concentração máxima admissível, é necessário que se faça uma análise qualitativa destas amostras, para que se saiba quais os compostos orgânicos halogenados estão presentes e suas possíveis fontes emissoras. Esta foi apenas uma amostragem piloto tendo como objetivo uma avaliação preliminar das águas do Rio Itajaí-Açú, sendo que se dará continuidade a este trabalho.

Agradecimentos

Agradecimentos a UNIVALI, GTZ e FATMA.

¹ DORES, E. F. G. C.; FREIRE, E. M. D. L. Contaminação do ambiente aquático por pesticidas. Estudo de caso: águas usadas para consumo humano em primavera do Leste, Mato Grosso – Análise Preliminar. *Quim. Nova*, v.24, p. 27-36, 2001.

² OSBERGHAUS, U. *Curso Básico em Análises de Compostos Orgânicos Halogenados Adsorvíveis (AOX)*. Federação de Proteção Ambiental – FEPAM. Porto Alegre, 1994.

³ STRÖHLEIN GmbH & CO. *Coulomat 7020 CL: Operating Instructions Issue 10/96*. Laboratory, Measurement and Environmental Technology. Kaarst, Alemanha: Ströhlein GmbH & Co., 1996.

Uma metodologia de baixo custo para determinação de organo-halogenados em amostras aquosas através do analisador AOX.

Muriel D. do Amaral^{1*}(IC), Márcia G. Marian Vieira¹(PQ), Vanessa N. C. Santos¹(IC), Leonardo R. Rörig¹(PQ). muriel@cctmar.univali.br

¹Centro de Educação Superior de Ciências Tecnológicas, da Terra e do Mar – CTTMar- Curso De Ciências Biológicas - Biotecnologia, Universidade do Vale do Itajaí– SC

Palavras Chave: compostos orgânicos halogenados, qualidade das águas, poluição ambiental.

Introdução

Devido ao grande número de compostos orgânicos halogenados os quais estão envolvidos no meio ambiente, criou-se a necessidade de utilizar um método de detecção de tais compostos em efluentes; assim o parâmetro de soma (AOX) foi desenvolvido na Alemanha em 1986, criando-se restrições na descarga de AOX.¹

O interesse pela implementação de uma nova técnica utilizada para analisar a quantidade de compostos orgânicos halogenados totais (AOX) presentes em bacias hidrográficas importantes como o Itajaí e obter informações sobre a qualidade da água, as quais são fundamentais para as atividades de gerenciamento de recursos hídricos surgiu após a descoberta de que quase todos compostos halogenados são antropogênicos e existem compostos orgânicos halogenados com nocividade marcada perante os seres vivos; como toxicidade, mutagenicidade, teratogenicidade e cancerogenicidade. Existem compostos halogenados com nocividade menos saliente afetando: o sistema de imunidade de peixes; o sistema de reprodução de focas e destruindo o ozônio das camadas superiores da atmosfera.²

Resultados e Discussão

Para realizar as análises utiliza-se o analisador COULOMAT-7020CL, que mede a presença de traços de organo-halogenados em amostras líquidas. Para a aplicação de tal metodologia é necessário conhecer a DQO (Demanda Química de Oxigênio) da água a ser analisada, pois se o valor for superior a 10 mgO₂/L, é necessário se fazer diluições das amostras a serem analisadas pelo AOX. Esse procedimento é feito para evitar que o carvão fique saturado de compostos organo-halogenados.³

Utiliza-se uma alíquota de 100ml de amostra, o pH deve ser baixado, com ácido nítrico, até atingir um valor inferior a 2, adiciona-se 5ml de nitrato de sódio 0,2 mol/L e uma medida de carvão ativado. A amostra deve ser agitada durante uma hora e em seguida filtrada em uma membrana de policarbonato (porosidade de 0,40 µm). O filtrado juntamente com a membrana é introduzida no forno do analisador, onde ocorrerá a combustão a uma temperatura de 950°C. Um fluxo de oxigênio arrasta

os gases, primeiramente, até a unidade de secagem, contendo ácido sulfúrico concentrado, onde ocorrerá o resfriamento dos gases. Após passar pela unidade de secagem, os gases, chegam a célula eletrolítica, onde estão os eletrodos de prata e platina, e também a cadeia de medição, onde ocorre a reação entre os halogênios, oriundos da combustão do filtrado, e a prata liberada pelo eletrodo, conforme esquema apresentado na figura 1. A cadeia de medição quantifica esta reação entre halogênios e prata, e o resultado é expresso através de um gráfico gerado em um computador dedicado ao analisador.

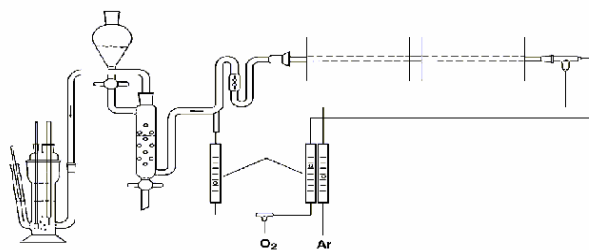


Figura 1. Esquema ilustrativo do analisador de organo-halogenados COULOMAT-7020CL.

Conclusões

Esta técnica mostra-se muito eficiente na análise quantitativa de compostos organo-halogenados, chegando a quantificar traços, presentes em águas superficiais e efluentes, além de ter um custo reduzido. Sendo assim, esta substitui, na maioria dos casos, análises de alto custo como as cromatografias gasosa e líquida.

Agradecimentos

Agradecimentos a UNIVALI, GTZ e FATMA.

¹ GERMANY COMMITTEE FOR STANDARDIZATION. *Water quality – Determination of Adsorbable Organically Bound Halogens (AOX)*. Germany Standard. Kaarst, 1996.

² OSBERGHAUS, U. *Curso Básico em Análises de Compostos Orgânicos Halogenados Adsorvíveis (AOX)*. Federação de Proteção Ambiental – FEPAM. Porto Alegre, 1994.

³ STRÖHLEIN GmbH & CO. *Coulomat 7020 CL: Operating Instructions Issue 10/96*. Laboratory, Measurement and Environmental Technology. Kaarst, Alemanha: Ströhlein GmbH & Co., 1996.

Análise quantitativa de ácidos carboxílicos em sedimentos da Baía da Babitonga-SC.

Sandro L. Mireski¹(IC), Marcelo da R. Alexandre¹(PG), Luiz Augusto dos S. Madureira¹(PQ)*
*madureira@qmc.ufsc.br

(1) Departamento de Química, UFSC. Florianópolis, SC. CEP 88040900.

Palavras Chave: Ácidos carboxílicos, Sedimento.

Introdução

Entre as classes de biomarcadores uma das mais intensivamente estudada é a dos ácidos carboxílicos. Mais de 500 ácidos são conhecidos em plantas e microrganismos. Entre as principais classes (originários de animais, plantas, algas, bactérias, etc) destacam-se os mono e poli-insaturados, iso e anteiso, os hidroxiácidos, etc.¹

A Baía da Babitonga representa a principal área estuarina do Estado de Santa Catarina. Seu corpo d'água principal ocupa cerca de 166.837 km². A vegetação da região é marcada por extensos manguezais, representando aproximadamente 80% de toda área de mangue do estado. Neste contexto ambiental e sócio-econômico insere-se uma intensa ação antrópica, representada principalmente pelo município de Joinville, principal pólo industrial e urbano de Santa Catarina. Além de Joinville, outros municípios apresentam atividades com impacto ambiental, como São Francisco, onde existe um porto e um terminal petrolífero de dimensões e importância consideráveis.

Para esse trabalho foram coletadas amostras de sedimento de 8 locais da Baía. Após fracionamento, a fração rica em ácidos (AC) foi quantificada por cromatografia gasosa (CG) e cromatografia gasosa espectrometria de massas (CG-EM).

Resultados e Discussão

Em todos os pontos amostrados houve uma forte predominância dos ácidos carboxílicos lineares pares sobre os ímpares. Essa distribuição pode ser observada para o local BB 4A (Figura 1).

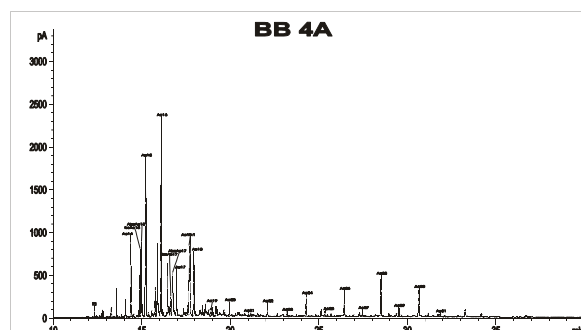


Figura 1: Cromatograma da fração BBF3 (AC₁₄-AC₃₁) no ponto de coleta BB4A.

Os ácidos identificados foram quantificados sendo os valores apresentados na Tabela 1.

Tabela 1: Total de ácidos encontrados na Baía da Babitonga.

Amostras	$\Sigma \eta$ -ácidos ($\mu\text{g.g}^{-1}$)
BB2	9,8
BB3	64,2
BB4A	92,2
BB4B	32,1
BB5A	83,6
BB5B	100,2
BB6A	31,6
BB6B	41,2

A partir desses valores foi possível relacionar os dados dos vários pontos entre si e com informações sobre a biota local. Os níveis nos pontos BB5A e BB5B, localizados na lagoa do Saguauçu, foram maiores possivelmente devido à influência de contaminação por efluente doméstico. O ponto BB2 (Figura 2) é o que tem a menor influência de aporte terrestre e maior influência do mar. Os demais pontos apresentaram concentrações de ácidos carboxílicos intermediárias, típica para sedimentos de ambientes costeiros.

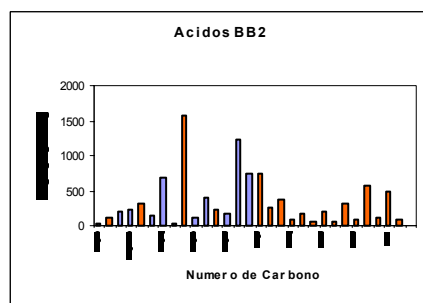


Figura 2: Distribuição de ácidos (AC₁₄-AC₃₁) na fração AC no ponto de coleta BB2.

Conclusões

Os resultados obtidos para as amostras da Baía da Babitonga mostraram uma variação dos ácidos carboxílicos, possivelmente devido à localização dos pontos de coleta e contribuição antrópica.

Agradecimentos

Ao CNPq pelo apoio financeiro.

¹ Killips, S. D.; Killips, V. J.; *An introduction to organic geochemistry*, Longman Scientific & Technical, New York, USA, 1993, 157-159.

² Souza, L. A.; *O processo de ocupação das áreas de mangues em Joinville: agentes, estratégias e conflitos*. Dissertação de Mestrado em Geografia, Dep. de Geociências, 1991, UFSC.

Degradação do Petróleo no Estuário da Lagoa dos Patos

Douglas Mayer Bento^{*1}, Paulo Baisch²

1- Mestrando em Oc. Física, Química e Geológica, 2 - Orientador

Lab. de Oc. Geológica (LOG); Av. Itália Km 8 Campos Carreiros FURG - LOG / DEGEO/ANP-PRH27 Cep: 96201-900; Rio Grande - RS; Fone/fax: (0xx53) 233-6605 * e-mail douglasbento2002@yahoo.com.br

Palavras Chave: *petróleo, biodegradação, dispersante.*

Introdução

O Estuário da Lagoa dos Patos é um ecossistema sujeito à ocorrência de acidentes ambientais, por nele estar localizado o Porto de Rio Grande, tornando-se uma via de exportação/importação de diversos produtos como Óleo Diesel e Petróleo, entre outros⁵. A grande vulnerabilidade do ambiente marinho, justifica o estudo da degradação do petróleo. Os compostos orgânicos, de um modo geral, tendem a acumular-se nos sedimentos, sendo que os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPAs) estão entre os poluentes mais carcinogênicos, mutagênicos e tóxicos encontrados em ambientes estuarinos^{3,4,6,7}.

Este ambiente já foi alvo de estudos para a verificação de níveis de contaminação dos HPAs^{2,9}. Entretanto é verificada a ausência de estudos que revelem a degradação dos hidrocarbonetos do petróleo nesta região. Para a realização deste trabalho, foi firmada parceria com uma indústria produtora de dispersante químico e com o departamento de Química da FURG – Mestrado de Eng. de Alimentos.

O objetivo do trabalho é verificar os produtos da degradação do petróleo no meio ambiente estudado, através de um derrame controlado de petróleo. Também será realizada a comparação da degradação do óleo diesel em um ambiente com adição de um dispersante químico, em relação a outro onde haverá a adição de um biosurfactante e, ambos, com um ambiente sem interferentes.

Resultados e Discussão

Será realizada uma simulação de derrame de petróleo para determinar os produtos da sua degradação. O local escolhido foi a Ilha dos Cavalos, o qual integra o Estuário da Lagoa dos Patos, de fácil acesso e com características típicas do Estuário. Serão construídas cinco caixas de um metro quadrado cada, de lâminas de aço inox de 60 centímetros de altura, sendo que 30 centímetros serão enterrados. Logo após, serão efetuados um derrame de petróleo, do tipo cru e em outras três caixas será colocado óleo diesel, sendo que será colocado o fungo *Aspergillus fumigattus* em uma caixa, na outra dispersante.

Haverá a medição do pH e do Potencial Redox (Eh), quando, posteriormente às amostras serão imediatamente acondicionadas em recipientes específicos e conservadas a frio. Os

hidrocarbonetos alifáticos e os HPAs serão determinados por cromatografia gasosa e o espectrômetro de massa. Também serão controlados ao longo do experimento COT, nitrogênio total e fósforo total^{1,8}, para verificar o consumo de nutrientes pelo microrganismo, conforme dados preliminares do ambiente (Tab. 1).

Tabela 1. Dados relativos aos níveis de nutrientes presentes no na Ilha dos Cavalos.

Parâmetro	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3
Carbono orgânico total - COT (%)	0,8757	0,8674	----
Fósforo total (%)	0,25	0,28	0,19
Nitrogênio total (%)	0,16	0,13	0,15
Eh "in situ" (mv)	+ 186	+ 182	+ 180
Eh "laboratório" (mv)	+ 189	+ 220	+ 198
pH	6,04	5,55	6,95

* valores referentes ao "background" do ambiente

Conclusões

Até o momento os dados obtidos são de "background" do local escolhido para o experimento, na qual mostram as concentrações dos principais nutrientes para o desenvolvimento do fungo *Aspergillus fumigattus*, os valores encontrados estão de acordo com o esperado para um ambiente estuarino. Esse trabalho encontra-se em fase de desenvolvimento, que incluiu a construção e a implantação das unidades de experimentação do derrame controlado de óleo no sistema estuarino da Lagoa dos Patos.

Agradecimentos

A Agência Nacional do Petróleo - ANP/PRH-27 pelo suporte financeiro e ao Laboratório de Geociências da FURG

¹ Aminot, A et Chausseped, M. 1983. *Manual des analyses chimiques en milieu marin*. Brest: CNEOX. 395p.

² Baisch, P.; Zamboni, A.J.; Cordeiro, L.H. & Rocha, A.C. 2000. *Níveis de hidrocarbonetos aromáticos policíclicos nos sedimentos do estuário da Lagoa dos Patos, Rio Grande, RS*. Anais da XIII Semana Nacional de Oceanografia, Itajaí - SC. 302-304p.

³ Eisler, R. 1987. *Polycyclic aromatic hydrocarbons hazards to fish, wildlife, and invertebrates: a synoptic review*. U. S. Fish Wildl. Serv. Biol.

⁴ Freedman, B. 1995. *Environmental ecology: the ecological effects of pollution, disturbance, and other stresses*. 2 nd ed. San Diego, California.

⁵ Griep, G.H.; Calliari, L.J. & Krug, L.C. 2001. *Programa de recursos humanos da ANP para o setor petróleo e gás PRH-ANP/MME/MCT na FURG*. Anais do XIV Semana Nacional de Oceanografia, Rio Grande - RS: Ed. Centro Acadêmico Livre de Oceanologia. 1 CD-ROM.

⁶ Kennish, M.J. 1992. *Ecology of Estuaries: Anthropogenic Effects*. CRC Press, Inc. Florida, 1992. 133-181p.

⁷ Marques JR. A. N.; Moraes, R. B. C. & Maurat C. M. 2002. *Biologia Marinha*. Rio de Janeiro. P: 311-334, IN: Pereira, R. C.; Gomes, A. S. (org.). Interciência. 382 p.

⁸ Strickland, J. D.H.; Parsons, T. R. 1972. *A practical handbook of seawater analysis*. Fisheries Research Board of Canada. 2 ed. Ottawa: Bulletin. 311p.

⁹ Zamboni, A. J. 2000. *Caracterização ecotoxicológica do estuário da Lagoa dos Patos no entorno de Rio Grande, RS: Fundamentos e técnicas*. Tese de Doutorado. Escola de Engenharia de São Carlos - USP. 193p.

Avaliação do efluente de uma indústria de refino de óleo vegetal no Saco da Mangueira – Rio Grande – RS

Douglas M. Bento^{*1}, Maria da Graça Zepka Baungartem², Clarissa Del Rosso², Idel Cristiana Bigliardi Milani², Liziara Cabrera², Sabrina De la Rocha², Ubiratan de Freitas²

¹ Lab. de Oc. Geológica, ² Lab. de Hidroquímica; FURG; Av. Itália Km 8 s/n; CEP 96201-900 Campus Carreiros – Rio Grande – RS – Brasil. * e-mail douglasbento2002@yahoo.com.br

Palavras Chaves: efluente, parâmetros físico-químicos.

Introdução

Este trabalho foi efetuado no Curso de Pós-Graduação em Oceanografia Física, Química e Geológica. Consistiu de um estudo hidroquímico do efluente de uma indústria de refino de óleo vegetal no Saco da Mangueira, empregando os seguintes parâmetros físico-químicos: salinidade, material em suspensão, oxigênio dissolvido, pH, sulfato, fosfato, silício reativo, nitrogênio amoniacal, amônia, nitrito, nitrato e percentual de oxigênio¹, com a finalidade de conhecer o tipo de efluente que é lançado neste local.

Resultados e Discussão

O local de amostragem foi o efluente de uma indústria de refino de óleo vegetal que deságua no Saco da Mangueira. A água foi coletada nas distâncias de 0, 10 e 25 m do efluente, e também foi coletado um ponto controle. A água foi guardada para análises posteriores. O Oxigênio foi fixado "in situ", e no laboratório, foi determinado a temperatura, pH, O₂, DBO₅ e salinidade. As amostras foram filtradas em filtro 0,45 µm de acetato de celulose e congeladas. discussão de alguns dados:

Oxigênio Dissolvido: os teores encontrados nas 4 estações foram superiores ao recomendado pela legislação ambiental², que é de 5 mg/L, para águas Classe B.

Fosfato: os teores encontrados nas 4 estações foram superiores ao recomendado² que é 0,8 1,2 µM. Isto é devido à influência de efluentes de indústrias de fertilizantes existentes ao redor do Saco da Mangueira.

Nitrogênio amoniacal: os teores foram altos nas 3 estações do efluente, devido à água receber o efluente não tratado da indústria. No ponto controle o teor foi menor.

Nitrito: os teores estão em conformidade com a legislação², houve um aumento a 10 m do efluente e um decréscimo a 25 m na concentração de nitrito.

Nitrato: os teores de nitrato foram baixos, indicando que estava ocorrendo pouca nitrificação completa no Saco da Mangueira.

Percentual de Saturação de Oxigênio: no ponto controle estava normal o %, encontrou-se baixo percentual de saturação de O₂ na desembocadura

do efluente e um alto percentual de saturação de O₂ nos demais pontos, devido à aeração e alta hidrodinâmica.

Tabela 1- Parâmetros físico-químicos dos pontos coletados.

Parâmetros	Controle	0 m	10 m	25 m	Referência
Salinidade	1,3	1,3	1,5	1,6	-
Temp. °C	20	21,5	21	20,5	-
pH	7,5	7,7	7,3	7,7	6,5 – 8,5
MS (mg/L)	75	41	45,3	37	30 – 50
O ₂ (mg/L)	8,9	6,9	10,4	10,4	> 5
Sat.de O ₂ %	98,9	78	117	117,3	100
Sulfato mg/L	95,3	248	---	189,8	< 200
Fosfato µM	3,1	2,4	2,5	1,66	0,8 – 1,2
Silício Reativo µM	73	71,9	62	68,6	Até 150µM
DBO ₅ mg/L	3,6	7,3	16,8	16,7	< 5
Nitr.Amoniacal µM	12,3	43,6	40	47,8	5
Amônia µM	0,002	0,01	0,008	0,024	~ 0,02
Nitrito µM	0,6	0,2	0,95	0,312	Até 1
Nitrato µM	1,5	2,0	---	1,9	10 – 15

Conclusões

Os resultados obtidos de modo geral não estão fora do previsto na da legislação ambiental². Convém ressaltar que os valores encontrados para os compostos nitrogenados têm-se duas hipóteses:

Como as concentrações de amônio foram altas e as de nitrato baixas, pode-se supor que ocorreu um aporte recente de amônio visto que o % de saturação de O₂ não era limitante^{3,4}.

Outra hipótese é que a nitrificação total junto ao efluente não seja eficiente devido a substâncias químicas presentes no efluente lançado e/ou fatores físicos que inibam as bactérias nitrificantes^{3,4}.

Agradecimentos

Ao Laboratório de Hidroquímica da FURG.

¹ BAUMGARTEN, M. G. Z., ROCHA, J. M. B., NIENCHESKI, L. F. H. 1996 Manual de Análises em Oceanografia Química, 1ª edição, Editora da Furg, Rio Grande.

² Legislação Ambiental da FEPAM, 1995.

³ ESTEVES, F. A. 1998 Fundamentos de Limnologia, 2ª edição, Editora Interciência, Rio de Janeiro.

⁴ CARMUZE, JP.1994. Metabolismo dos Ecossistemas Aquáticos, Editora Edgard Blücher: FAPESP, São Paulo.

Avaliação da técnica de solidificação/estabilização aplicada a resíduos sólidos gerados em cabines de pintura.

Maria Z. M. Monteiro (PG)*, Eduardo U. B. e Silva (IC)*, Armando Borges de Castilhos Jr.(Dr.), maiamonteiro@yahoo.com.

Departamento de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS.

Palavras Chave: solidificação/estabilização, resíduos sólidos de tintas, encapsulamento.

Introdução

As empresas do ramo de pintura industrial geram resíduos complexos com altas concentrações de metais pesados, os quais são adicionados nas formulações das tintas sob forma de pigmentos, aditivos e cargas.

A técnica de solidificação/estabilização (S/E) ou encapsulamento é adequada para melhorar as características físicas e de manuseio de um resíduo, diminuir a superfície de exposição através do qual possa ocorrer perda ou transferência de poluentes e limitar a solubilidade de qualquer constituinte tóxico contido no resíduo.¹

Resultados e Discussão

As técnicas de S/E adotadas neste trabalho para imobilizarem os íons metálicos Pb e Zn foram duas: pré-tratamento utilizando matrizes de cimento/cal e resina poliéster. Para avaliação destas técnicas foram utilizadas a norma francesa (NFX 31-212) e a norma brasileira (NBR-10005).

A parte experimental realizada consistiu em: amostragem, caracterização físico-química do resíduo sólido, preparação das matrizes e aplicação das normas. O equipamento utilizado para a caracterização química do resíduo sólido e do resíduo encapsulado foi o espectrofotômetro de absorção atômica AASA – marca Zeiss- Germany.

A fórmula para calcular a eficiência de estabilização é:

$$\%EE = \frac{(CLb - CLt)}{CLb} \times 100$$

onde:

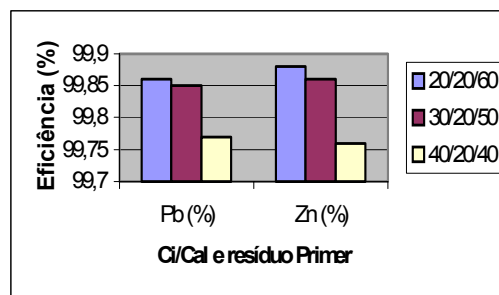
EE – eficiência de estabilização (%);

CLb – concentração do lixiviado bruto (mg/kg);

CLt – concentração do lixiviado tratado (mg/kg).

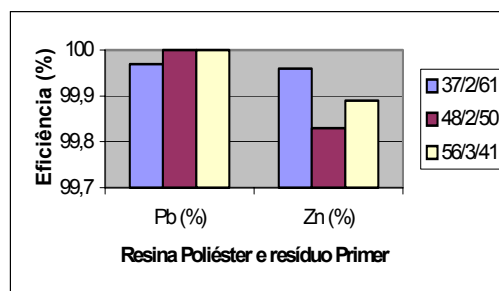
Os gráfico 1 e 2 representa os cálculos de eficiência de estabilização dos íons metálicos Pb e Zn das matrizes das duas técnicas aplicadas para solidificar e estabilizar os poluentes presentes no resíduo sólido Primer. Pode-se observar que as duas técnicas utilizadas neste trabalho foram eficientes na fixação dos íons metálicos nas matrizes.

Gráfico 1- Eficiência x fixação dos elementos no



Cimento/Cal.

Gráfico 2- Eficiência x fixação dos elementos na



resina poliéster.

VANTAGENS E DESVANTAGENS ENTRE AS TÉCNICAS

Encapsulamento com Cimento/Cal	Encapsulamento com Resina Poliéster
Corpo solidificado maciço e pesado	Corpo de prova solidificado maciço e leve
Fácil operação	Necessita equipamento adequado
Custo baixo	Custo alto

Conclusões

As metodologias empregadas neste trabalho para a aplicação das duas técnicas foram apropriadas para solidificar e estabilizar (imobilizar) os íons metálicos nas matrizes.

Agradecimentos

UFRGS, CAPES, CNPq

¹ MEANS, J.L.; et al. "The Application of Solidification/Stabilization to Waste Materials" Battelle environmental Systems and Technology Division- Risk Reduction Engineering Laboratory- Cincinnati, Ohio. Lewis Publishers, 1995.

Determinação de surfactantes aniônicos em efluentes de postos revendedores de combustíveis da região de Florianópolis/SC

*Juliano Vicente¹ (IC), Djan P. de Freitas² (IC), Luiz Augusto S. Madureira¹(PQ).

jvqmc@zipmail.com.br

¹ Universidade Federal de Santa Catarina. Departamento de Química, CEP 88040-900, Florianópolis SC

² Centro Federal de Educação Tecnológica de Santa Catarina (CEFET) CEP 88020-300. Florianópolis SC

Palavras Chave: efluentes, surfactantes aniônicos.

Introdução

A atual necessidade da preservação ambiental e a fiscalização dos órgãos reguladores (FATMA/SC), têm motivado o desenvolvimento de estudos sobre análises de efluentes lançados em corpos receptores de água.

Surfactantes aniônicos são compostos orgânicos muito utilizados em processos de limpeza. Sua ocorrência em rios, córregos e lagoas está associada ao processo de eutrofização dos mesmos. A resolução CONAMA (Conselho Nacional de Meio Ambiente) n° 020 de 18 de junho de 1986, prevê que a concentração máxima permitida em água doce ou salgada de contato primário (recreação, aquicultura e abastecimento), é de 0,5 mg L⁻¹. Já para efluentes, a FATMA determina a concentração de 2 mg L⁻¹. Os efluentes, num total de três amostras, foram coletados em diferentes postos de combustíveis do município de Florianópolis, e acondicionados em recipientes de plástico de 1L, sendo conservados a 4 °C.

Este trabalho utilizou a análise colorimétrica empregando azul de metileno em meio ácido. Esta reação proporciona a formação de um par iônico com os surfactantes do tipo sulfatos e sulfonatos, com posterior extração líquido-líquido. Os extratos obtidos foram submetidos a um tratamento com solução salina ácida para a retirada de interferentes positivos. A concentração do analito foi estimada após análise por espectroscopia UV/visível a 652 nm.

Resultados e Discussão

Dados da literatura relatam que o método de azul de metileno é linear em faixa de concentração de aproximadamente 0,010 a 0,200 mg L⁻¹. Para isto foi construída um curva de calibração em água utilizando padrões de dodecilsulfato de sódio (SDS) nas concentrações de 0,100; 0,120; 0,140; 0,160; 0,180; 0,200 mg L⁻¹ (Figura 1).

Os valores da Tabela 1, demonstram que a concentração da amostra 3 excedeu aos limites permitidos pela FATMA em 21,5%. Os valores referentes às amostras 1 e 2, apresentaram-se dentro do permitido, no entanto, as mesmas foram coletadas em regime de chuva, podendo ter ocorrido diluição dos surfactantes nos efluentes.

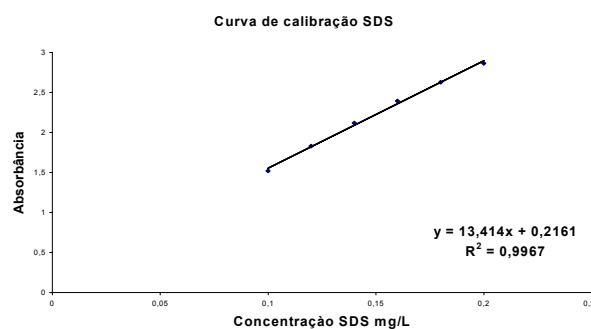


Figura 1. Curva de calibração SDS em água.

Tabela 1. Valores referentes às concentrações de surfactantes e desvio padrão das respectivas amostras.

Amostras	Concentração mg L ⁻¹	Desvio padrão
Posto 1	0,549	0,004
Posto 2	0,414	0,002
Posto 3	2,434	0,002

Conclusões

Através da análise colorimétrica, empregando azul de metileno, a técnica mostrou-se satisfatória na detecção de surfactantes aniônicos (sulfatos e sulfonatos) nos efluentes de postos de revenda de combustíveis. Para melhor avaliação dos resultados, sugere-se um acompanhamento destas águas residuárias conforme o regime de chuvas da região, podendo assim evitar resultados errôneos.

Bibliografia

1. American Public Health Association – Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20 ed. New York, 1998.
2. OSBURN, Q. W. 1986. Analytical methodology for LAS in waters and waste. *J. Amer. Chem. Soc.* 63:257.

Determinação de As, Hg, Sb, Se e Sn em amostras ambientais por FI-CVG-ICP-MS usando amostragem em suspensão[♦]

Anderson Schwingel Ribeiro* (PQ), Mariana Antunes Vieira (PG) e Adilson José Curtius (PQ).

E-mail: anderson@qmc.ufsc.br

Universidade Federal de Santa Catarina – Departamento de Química – Florianópolis – SC – 88040900

Palavras Chave: amostras ambientais, amostragem em suspensão, FI-CVG-ICP-MS.

Introdução

Devido a grande diversidade e complexidade das amostras ambientais, muitas metodologias analíticas passam por uma etapa de mineralização das amostras sólidas, através de procedimentos tediosos, que fazem uso de grandes quantidades de vidrarias e reagentes, aumentando os riscos de contaminações e perdas dos elementos voláteis. Uma alternativa simples para contornar esses inconvenientes é o uso da amostragem na forma de suspensão, que combina as vantagens da amostragem sólida e líquida [1-2].

No entanto, um dos pontos críticos na análise por espectrometria de massa com fonte de plasma indutivamente acoplado (ICP-MS) é o modo de introdução da amostra no plasma, o qual requer de condições especiais para análise de suspensões, fazendo uso de acessório como por exemplo, o vaporizador eletrotérmico (ETV) [2].

Uma alternativa, para o Hg e outros elementos que geram hidretos é a geração química de vapor com sistema de injeção em fluxo (FI-CVG) acoplado ao ICP-MS. Esta configuração apresenta a vantagem de separar o analito da matriz e fornece uma pequena zona de reação, propiciando eliminar ou minimizar as interferências.

Neste trabalho, apresenta-se uma nova metodologia para a determinação de As, Hg, Sb, Se e Sn em amostras ambientais por FI-CVG-ICP-MS usando a amostragem em suspensão.

Resultados e Discussão

O sistema FI estudado dispõe de um separador gás-líquido e uma unidade de secagem contínua do gás, que foram recentemente desenvolvidos [3].

As suspensões das amostras foram preparadas por dois procedimentos, misturando-se aproximadamente 50 mg da amostra moída a tamanho de partículas $\leq 50 \mu\text{m}$ com: (A) 16,6 % v/v de HCl para os sedimentos ou (B) 5 % v/v de água régia para todas as amostras. Após a mistura, as suspensões foram colocadas em banho ultra-sônico por 30 min antes e depois de uma etapa de repouso de 24 h, com eventual agitação manual. Posteriormente, o volume final de 15 mL foi completado com água desionizada para o procedimento A e conduzido para análise. Já para o

procedimento B as suspensões foram avolumadas com HCl 6 mol L⁻¹ e então aquecidas em banho-maria a 90°C durante 15 min.

Para validação da metodologia desenvolvida, foram analisadas dez amostras de referência certificadas (4 sedimentos, 3 carvões, 1 cinzas e 2 esgotos). Usando a calibração convencional com soluções padrões em meio aquoso, resultados concordantes com os certificados foram obtidos para Hg, Sb e Sn para as amostras de sedimentos usando o procedimento (A). Para o procedimento (B) bons resultados foram obtidos para o Hg, Se e Sn nas amostras de sedimentos, Se nas amostras de carvões e cinzas e Hg para as amostras de esgotos. Para o As, foi utilizado o procedimento (B) e foi necessário empregar a curva de calibração por adição, para uma melhor exatidão dos resultados para este metal.

Os desvios padrões relativos foram sempre menores que 5 % e os limites de quantificação obtidos, em $\mu\text{g/g}$ foram: As: 0,02; Hg: 0,06; Sb: 0,08; Se: 0,2 e Sn: 0,09.

Conclusões

A metodologia desenvolvida mostrou-se adequada para determinação de As, Hg, Sb, Se e Sn em amostras de sedimentos, As e Se em amostras de carvões e cinzas e de Hg em amostras de esgotos preparadas na forma de suspensão para análise por FI-CVG-ICP-MS. Certamente, esta metodologia poderá ser empregada com sucesso para outros elementos que geram hidretos ou outras espécies de vapor, assim como a sua determinação em outras amostras.

Agradecimentos

CNPq e FINEP.

¹ Vieira, M. A.; Welz, B.; Curtius, A. J., *Spectrochim. Acta Part B* 57 (2002) 2057-2067.

² Maia, S.M.; Silva, J.B.B.; Curtius, A.J.; Welz, B.; *J. Anal. At. Spectrom.* 15 (2000) 1081-1086.

³ Ribeiro, A.S.; Arruda, M.A.Z.; Cadore, S.; *J. Anal. At. Spectrom.* 17 (2002) 1516-1522.

[♦] Artigo em preparação.

Análise multivariada aplicada na identificação de medicamentos contendo Prednisona

Ana Paula Lawisch (IC)¹, Lucas S. Dalcol (IC)¹, Valdir Bruxel Junior (IC)², João Carlos Furtado (PQ)², Rolf Fredi Molz (PQ)² e Marco F. Ferrão (PQ)^{3*}

¹Curso de Farmácia, ²Departamento de Informática e ³Departamento de Química e Física, Universidade de Santa Cruz do Sul - UNISC – RS, e-mail: ferrao@unisc.br

Palavras Chave: prednisona, análise de medicamentos, quimiometria

Introdução

Visando um melhor controle de qualidade na produção de medicamentos, onde a geração de resíduos seja minimizada, propõem-se a utilização das técnicas multivariadas de análise e espectroscopia por reflexão difusa no infravermelho. A finalidade é desenvolver uma metodologia que permita identificar as diferenças de origem dos fármacos presente nas formulações, bem como a existência ou não da influência do operador na preparação da amostra e aquisição dos espectros. Na realização deste trabalho foram analisadas amostras de medicamentos contendo prednisona na forma manipulada e industrial usando espectroscopia por reflexão difusa no infravermelho médio com transformada de Fourier (DRIFTS)¹, aliado a técnica de análise hierárquica de agrupamentos (AHA).²

Resultados e Discussão

Amostras de medicamentos, manipulado (M) e industrial (C), contendo prednisona foram empregadas. Espectros em triplicata para cada amostra contendo 5mg de princípio ativo e para o excipiente (E) utilizado no manipulado, foram coletados num espectrofotômetro NICOLET Magna 550, com resolução de 4cm⁻¹ e 32 varreduras. Este procedimento foi realizado por dois diferentes operadores. A matriz de dados resultante foi identificada segundo a origem das amostras (Fornecedor) para cada um dos dois operadores. Desta forma 6 classes foram atribuídas em função das amostras analisadas. A análise hierárquica de agrupamentos foi realizada utilizando-se o aplicativo Pirouette® da Infometrix. Vários tratamentos nos dados foram experimentados, bem como distintos pré-processamentos. O resultado da melhor modelagem é apresentado na figura 1.

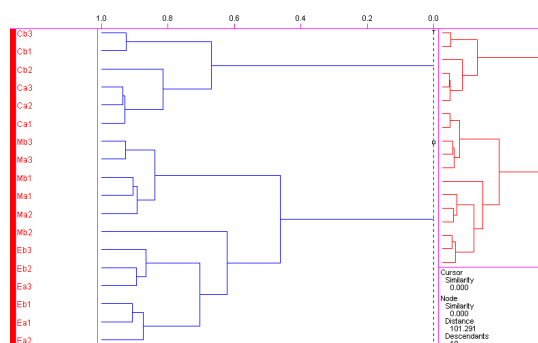


Figura 1 – Dendrograma para o modelo empregando os dados autoescalados, a correção do espalhamento de luz (MSC) e construção flexível.

Com base no dendrograma pode-se observar a formação de dois grandes grupos: um referente aos espectros da amostra industrial e outro contendo os espectros da amostra manipulada e seu respectivo excipiente.

Conclusões

Apesar do modelo ter agrupado o excipiente com a amostra manipulada, o grupo encontra-se discriminado em dois sub-grupos, onde apenas a amostra Mb2 não está bem classificada. Não houve evidência da influência do operador na execução da análise, pois os grupos formados seguem a composição. Os dois grupos principais formados indicam que o excipiente exerce fator principal no agrupamento das amostras.

Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPERGS e ao FUNDAP-UNISC.

¹Ferrão, M.F., *Técno-lógica*, 2001, 5, 63.

²Sabin, J.G., Banet, E.V. e Ferrão, M.F., *Técno-lógica*, 2003, 7, 69.

Atenuação do benzeno em aquífero contaminado com óleo diesel

*Lilian Maria Mazzuco¹(PG), Sandro Froehner²(PQ), Gabriel Starke²(IC), Henry Xavier Corseuil²(PQ)

*lilian@ens.ufsc.br

1-Departamento de Química, UFSC, 88040-900, Florianópolis, SC; 2-Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental, UFSC, 88109-700 Florianópolis, SC.

Palavras Chave: Benzeno, indicadores geoquímicos, biodegradação.

Introdução

O óleo diesel obtido através da destilação do petróleo é constituído basicamente de hidrocarbonetos. Alguns dos hidrocarbonetos que estão presentes em sua constituição são os hidrocarbonetos aromáticos policíclicos (HPA) além dos BTEX (benzeno, tolueno, etilbenzeno e xileno) que representam cerca de 7,1 e 17,7%, de sua formulação, respectivamente. Devido a sua alta toxicidade e a maior solubilidade, o benzeno tem recebido maior atenção. Quando ocorre um derramamento de óleo diesel na água subterrânea, o benzeno, é rapidamente transferido para o aquífero, formando uma pluma de contaminação que dependendo das condições hidrogeológicas do local pode alcançar um ponto de recarga rapidamente. O objetivo deste trabalho foi estudar a migração do benzeno na água subterrânea e mostrar os indicadores geoquímicos que estão sendo efetivos na remoção do benzeno.

Resultados e Discussão

Para avaliar a migração e a degradação do benzeno no ambiente subterrâneo, fez-se um derramamento controlado de 20L de óleo diesel em uma área de 20m², onde foram instalados 23 poços para monitoramento com quatro níveis de profundidade, conforme **Figura 1**.

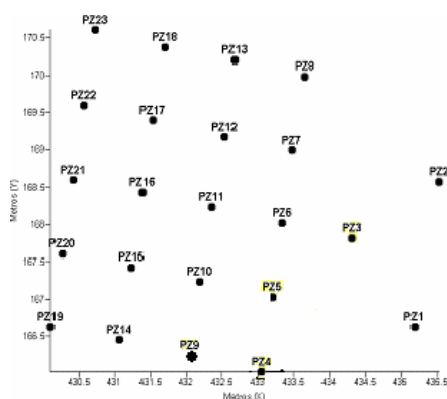


Figura 1. Esquema de alocação de poços de monitoramento.

Foram realizadas sete coletas de água nestes poços no período de 2000 a 2003. Parâmetros como oxigênio dissolvido (OD), pH, temperatura, potencial de oxido-redução (ORP), foram obtidos em campo através do aparelho Flow-Cell, o qual

esta equipado com sondas para medidas com fluxo contínuo. As determinações das concentrações de outros indicadores geoquímicos foram realizadas por espectrometria UV-Vis ou por cromatografia, dependendo do indicador. Para o benzeno, utilizou-se a cromatografia gasosa com *Headspace* segundo metodologia da EPA¹. O primeiro monitoramento foi realizado quatro meses após a contaminação. Foi observado que a pluma contendo o benzeno havia migrado até o poço D04 (Figura 1), no entanto, no poço D05 não foi detectada a presença de benzeno. A terceira coleta mostrou que a concentração do contaminante diminuiu, na fonte 42% e no poço D04 49%, em relação a primeira coleta, possivelmente devido a degradação e migração. Um novo monitoramento 955 dias após a contaminação, mostrou que a concentração de benzeno caiu praticamente a zero em todos os poços. Até a quarta coleta (560 dias) os resultados dos indicadores geoquímicos mostraram uma possível degradação aeróbia do benzeno, pois a concentração de OD na fonte diminuiu de 6 para 0,98 mg.L⁻¹. Entretanto, a partir da quarta coleta, um aumento da concentração de ferro (II) indicou que o processo estava ocorrendo via ferro redução.

Conclusões

Apesar da maioria dos estudos que envolvem a contaminação de aquíferos por diesel, ignorarem a presença de benzeno, os resultados desta pesquisa demonstram a existência deste contaminante, em concentrações que chegam até 100 vezes mais a permitida que é 5 µg.L⁻¹ (2). Os dados apresentados mostram que o benzeno está se deslocando chegando a poços que estão a 3,0 metros da fonte de contaminação. Os indicadores geoquímicos indicaram a ocorrência da degradação aeróbia do contaminante e após 585 dias a formação de uma zona anaeróbia de degradação, foi observada.

Agradecimentos

CNPq, Petrobrás, UFSC

¹ U.S.EPA, Environmental Protection Agency. SW-846. Test methods for evaluation solid waste physical/chemical methods, may 1996. CD-ROM. ² Portaria 1469 Ministério da Saúde 12-2000.

Organoclorados no sedimento e na biota do rio Camaquã, RS, Brasil

Gilberto Fillmann¹ (PQ) & Luciano Hermanns¹ (PG)*

¹CONECO (Laboratório de Contaminantes Orgânicos e Ecotoxicologia Aquática), Departamento de Oceanografia, FURG, BRAZIL oceanh@furg.br

Palavras Chave: Organoclorados, sedimento, peixe.

Introdução

Os compostos organoclorados foram utilizados nas atividades agrícolas do sul do Brasil até as décadas de 80 e 90. Entretanto o uso ilegal destes compostos ainda pode ser encontrado nas culturas do RS. A alta persistência e a toxicidade destes compostos são um grande perigo para a biodiversidade. O Rio Camaquã (com drenagem de 24000 Km² de água) é um importante rio que deságua no centro da Lagoa dos Patos. A análise dos compostos organoclorados no sedimento e na biota do Rio Camaquã podem indicar o grau de utilização destes e os possíveis efeitos no ecossistema. Assim como, colaborar com o mapeamento das principais áreas contaminadas por organoclorados no RS.

Resultados e Discussão

Amostras de sedimento e peixes foram coletadas em quatro pontos ao longo do Rio Camaquã. Músculo e o fígado foram coletados de duas espécies de peixes *Hoplias malabaricus* (traíra) e *Hipostomus commersonii* (Cascudo). PCBs, DDTs, HCHs e Clordanes foram analisados utilizando a técnica de cromatografia gasosa equipado com detector por captura de elétrons (GC-ECD). A qualidade analítica foi checada utilizando padrões internos, materiais de referência certificados e brancos. As concentrações dos vários compostos organoclorados nas amostras, exceto para sedimentos onde os clordanes ficaram abaixo do limite de detecção, obedeceram a seguinte ordem: PCBs>DDTs>Clordanes>HCHs. As concentrações de organoclorados foram maiores nos fígados dos peixes do que nos músculos e nos sedimentos. Os níveis de PCBs chegaram a 1,4 µg g⁻¹ (peso lipídico) no fígado de *H. malabaricus* (organismo topo de cadeia) e até 0,7 µg g⁻¹ (peso lipídico) em fígado de *H. commersonii* (organismo detritívoro) (Tabela 1). As concentrações de PCBs nos peixes do Camaquã podem ser comparadas às encontradas em locais contaminados como o Rio Tames, Inglaterra (3,3 µg g⁻¹)¹ e Lagoa Chiquita, Argentina (3,1 µg g⁻¹) (Menone, 2000)². As concentrações de organoclorados nos sedimentos estiveram diretamente relacionados as concentrações de carbono orgânico e menor granulometria. Apesar das baixas concentrações de DDTs (0,12 – 0,27 ng g⁻¹ peso seco), a razão entre os metabólitos nos sedimentos indicou um recente

aporte deste praguicida (Figura 1), o qual pode ter sido por fontes agrícolas ou atmosféricas.

Figura 1. Distribuição dos isômeros de DDT nas amostras de sedimento do Rio Camaquã.

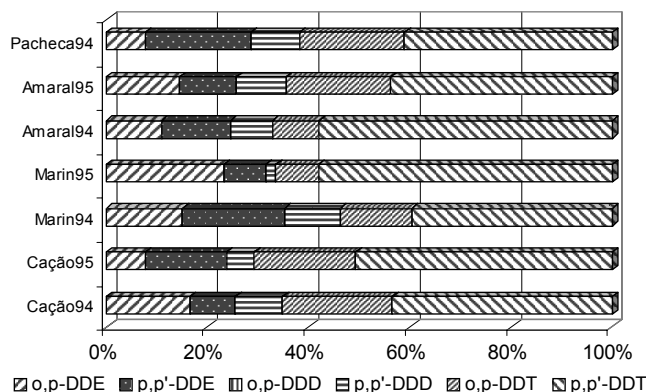


Tabela 1. Concentrações máximas dos compostos organoclorados nos sedimentos (peso seco) e no fígado (peso lipídico) em ng g⁻¹ do Rio Camaquã.

Amostras	HCHs	Clordanes	DDTs	PCBs
Sedimento	0,03	<LD*	0,13	0,07
Cascudo	0,04	0,11	0,63	0,33
Traíra	0,01	0,16	1,21	1,47

* <LD: abaixo do limite de detecção do método (0,01 ng g⁻¹)

Conclusões

As concentrações relativamente altas de organoclorados na biota, associado a possíveis aportes atuais de DDTs no Rio Camaquã são bastante preocupantes para o ambiente e população local, já que este rio é utilizado tanto para a pesca como para o abastecimento de água.

Agradecimentos

A colaboração do Professor Dr Shinsuke Tanabe da Universidade de Ehime, Japão.

¹Yamaguchi, N., Gazzard, D., Scholey, G., e Macdonald, D. W. *Chemosphere*, Volume 50, Issue 3, January 2003, 265-273

² Menone, M. L., de Moreno, J. E. A., Moreno, V. J., Lanfranchi, A. L., Metcalfe, T. L., & Metcalfe, C. D., *Arch. Environ. Contam. Toxicol.*, 40 (2001) 355-62.

A importância da implantação do gerenciamento de resíduos para o Hospital Universitário São Francisco de Paula - Pelotas/RS

Josiane Konzgen Schneid¹ (IC)*, Luciene Smiths Primo²(PG), Mara Regina Bergmann Thurow³(PG).

1. Acadêmica do Curso de Química Ambiental – UCPEL.
2. Enfermeira, gerente de risco e responsável pela higienização do HUSFP.
3. Enfermeira do serviço de controle de infecção hospitalar e responsável pelos resíduos do HUSFP.

*josischneid@yahoo.com.br

Palavras-chave: *resíduo hospitalar e tratamento.*

Introdução

O tema Resíduos dos Serviços de Saúde – RSS tem sido muito discutido, gerando polêmicas e controvérsias quanto aos perigos ocasionados e às medidas necessárias para evitá-los. Baseando-se nas resoluções nº 283 do Conama (Conselho Nacional do Meio Ambiente), nº 33 da Anvisa (Agência Nacional de Vigilância Sanitária), o Hospital Universitário São Francisco de Paula percebeu a necessidade de implantar um programa de gerenciamento de resíduos hospitalares, que irá beneficiar a qualidade da assistência prestada, bem como diminuir os riscos de infecção hospitalar, acidentes de trabalho e poluição do meio ambiente.

Resultados e Discussão

Uma equipe multiprofissional, com o objetivo de desenvolver um programa de educação ambiental entre os funcionários, reduzir os custos com o manejo dos resíduos e com incentivo dos 3Rs (Reduzir, Reutilizar e Reciclar), elaborou um plano de gerenciamento que visou a abranger todos os critérios técnicos de segregação, acondicionamento, identificação, coleta interna I e II, armazenamento temporário, tratamento preliminar, armazenamento externo, coleta externa, tratamento externo e disposição final de todos os resíduos gerados. Baseados nesses critérios de segregação do resíduo, o hospital teve de passar por uma readequação de lixeiras nos setores, separadas em: saco branco leitoso para resíduo com risco biológico; saco preto para lixo comum; saco transparente para reciclagem de plástico; saco marrom para sobras de alimentos; descartex para material perfurocortante e caixas de papelão para o resíduo químico. Houve também contratação de dois funcionários específicos para o recolhimento interno; aquisição de dois carros de transporte; treinamentos a todos os funcionários para

segregação correta e utilização de equipamentos de proteção individual.

Conclusões

Foi de grande importância para nossa Instituição implantar o plano de gerenciamento dos resíduos, pois foi possível fazer a adequação correta do seu manejo, o que possibilitou a adaptação às normas técnicas e o controle apropriado dos resíduos, além de despertar nos funcionários o comprometimento pela reciclagem.

Agradecimentos

Agradecemos ao Hospital Universitário São Francisco de Paula a oportunidade de participar na elaboração do plano de gerenciamento dos resíduos.

¹Brasil. Ministério da Saúde, Reforsus. Saúde Ambiental e Gestão de Resíduos de Serviço de Saúde, Brasília, 2002.

²Brasil. Ministério da Saúde, Reforsus. Gerenciamento de Resíduos de Serviços de Saúde, Brasília, 2001

³Conselho Nacional Do Meio Ambiente, Conama. Resolução nº 283 de Julho de 2001. Dispõe sobre tratamento e disposição final dos resíduos dos serviços de saúde.

⁴Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução nº 33 de fevereiro de 2003. Dispõe sobre o regulamento técnico para o gerenciamento de resíduos de serviços de saúde.

Técnicas analíticas utilizadas na remoção de compostos orgânicos em solo contaminado por combustível líquido de petróleo

Lorena Dambiski¹ (IC)*; Livia Mari Assis² (PQ). *livia@cefetpr.br*

¹ CEFETPR; DAQBI, Curso Superior de Tecnologia em Química Ambiental - Avenida Sete de Setembro, 3165; Cep 80230-901, Curitiba- PR.

² CEFETPR; DAQBI; Curso Superior de Tecnologia em Química Ambiental; Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais (PPGEM) - Avenida Sete de Setembro, 3165; Cep 80230-901, Curitiba- PR.

Palavras Chave: Química ambiental; técnicas de extração, solo

Introdução

Com o rápido crescimento industrial e o aumento da utilização de combustíveis fósseis, é frequente a contaminação do meio ambiente por compostos orgânicos do petróleo. Este trabalho apresenta um estudo comparativo entre métodos de extração de derivados de petróleo de solos contaminados, visando a determinação analítica.

Resultados e Discussão

Na remoção de Compostos Orgânicos presentes no solo, foram empregadas as técnicas de extração por Liquefação, Soxhlet e Ultra-som. A determinação dos Compostos Orgânicos de Petróleo, presentes no solo contaminado, foi realizada pela quantificação gravimétrica e posteriormente, a Cromatografia Líquida, utilizando sílica gel como adsorvente foi a técnica empregada para separar os compostos de petróleo. As frações obtidas foram quantificadas gravimetricamente e posteriormente tiveram o seu perfil cromatográfico determinado por HRGC-FID.

A **Figura I** mostra os resultados da determinação gravimétrica dos Compostos Orgânicos recuperados do solo, empregando as Técnicas de Liquefação, Soxhlet e Ultra-som. Verifica-se que a extração Soxhlet foi a mais eficiente na remoção de compostos orgânicos do solo. A análise gravimétrica das frações, separadas por Cromatografia Líquida, permitiu determinar a porcentagem dos Hidrocarbonetos Alifáticos e Aromáticos e compostos polares. Os resultados, listados na **Tabela I**, mostram que o melhor método para a extração de Hidrocarbonetos Alifáticos foi o Soxhlet (35% da massa extraída), e para os Hidrocarbonetos Aromáticos o Ultra-som (51% da massa extraída). Os perfis cromatográficos das frações de Hidrocarbonetos Alifáticos do extrato da Liquefação (A), do Soxhlet (B) e do Ultra-som (C). Hidrocarbonetos Alifáticos, encontrados na amostra de solo foram determinados, observou-se que os compostos extraídos foram praticamente os mesmos, diferindo em concentrações relativas. Observou-se o mesmo comportamento para as frações de hidrocarbonetos aromáticos.

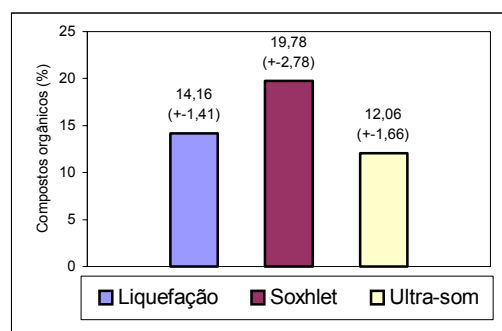


Figura I. Determinação gravimétrica dos compostos orgânicos de petróleo, presentes em solo e extraídos pelas técnicas: Liquefação (30 minutos), Soxhlet (12 horas) e Ultra-som (45 minutos).

Tabela I. Determinação Gravimétrica dos Hidrocarbonetos Alifáticos, Aromáticos e Compostos Polares, recuperados por Liquefação, Soxhlet e Ultra-som.

%	Óleo Diesel ^D Padrão	Liquefação	Soxhlet	Ultra-som
HC Alifáticos ^A	4	23	35	5
HC Aromáticos ^B	27	16	21	51
Compostos polares ^C	1	8	9	11
Retidos na coluna	68	53	35	33

*A - Eluídos com hexano; B - Eluídos com a solução cloreto de metileno/hexano (40:60); C - Eluídos com metanol; D - Padrão de comparação.

Conclusões

A escolha da melhor técnica de extração do material orgânico do solo contaminado deverá ser realizada após a otimização do processo.

¹ LEE, MILTON L.; *Analytical Chemistry of Polycyclic Aromatic Compounds*; 1984.

² *Analysis of Petroleum Hydrocarbons in Environmental Media*; Vol. 1; Total Petroleum Hydrocarbon Criteria Working Group Series; March, 1998.

³ Beens, J.; Brinkman, U. A.; *The Role of Gas Chromatography in Compositional Analyses in the Petroleum Industry*; Trends In Analytical Chemistry, Vol. 19. No. 4, 2000.

⁴ BERSSET, J.D; EJEM, M.; HOLZER, R.; LISCHER, P.; *Comparison of Different Drying, Extraction and Detection Techniques for the Determination of Priority Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Background Contaminated Soil Samples*; Analytica Chimica Acta 383 (1999) 263-275.

Desenvolvimento de metodologia analítica para a determinação de Sb(III) e Sb total em amostras de antimoniato de meglumina

Luiz Frederico Rodrigues (IC), Diogo P. de Moraes (IC), Fábio A. Duarte (IC), Eliane P. dos Santos (PG), Valderi L. Dressler (PQ) *, Érico M. M. Flores (PQ) - e-mail: valdres@quimica.ufsm.br

Departamento de Química - Universidade Federal de Santa Maria (UFSM), 97105-900, Santa Maria – RS

Palavras Chave: *especificação, antimônio, leishmaniose*

Introdução

A leishmaniose é uma doença parasitária que afeta milhões de pessoas, principalmente em países tropicais. É causada por parasitas protozoários do gênero *leishmania*. É transmitida do animal para o homem e entre seres humanos pela picada do mosquito flebotomíneo infectado. Compostos orgânicos a base de antimônio pentavalente tem sido largamente empregados no tratamento desta doença. No Brasil, o medicamento de escolha para o tratamento da leishmaniose é o antimoniato de meglumina (N-metil-glucamina), que possui cerca de 81.000 mg l⁻¹ de Sb(V). A presença de antimônio trivalente, como contaminante em medicamentos a base de antimônio pentavalente, constitui-se em problema de saúde pública, visto que sua toxicidade e comportamento biológico são dependentes do estado de oxidação. Neste trabalho foi desenvolvido um procedimento para determinação seletiva de Sb(III) por espectrometria de absorção atômica com geração de hidretos (HGAAS) e Sb total por espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS). A metodologia desenvolvida foi aplicada para o controle de qualidade de medicamentos injetáveis à base de antimônio pentavalente. As determinações de antimônio foram feitas em espectrômetro de absorção atômica (Perkin Elmer 3030) com corretor de deutério, equipado com sistema convencional para geração de hidretos. As medidas foram feitas empregando-se como atomizador, uma cela de quartzo aquecida com chama ar-acetileno. O comprimento de onda selecionado para antimônio foi 217,6 nm e todas as determinações foram feitas em absorbância integrada. As amostras de antimoniato de meglumina foram diluídas adequadamente com água deionizada.

Resultados e Discussão

A determinação seletiva de Sb(III) nas amostras foi possível devido ao emprego do ácido cítrico 4% (m/v), o qual complexa seletivamente a espécie Sb(V), deixando a espécie Sb(III) livre para posterior formação do hidreto. As condições analíticas para a determinação de Sb(III) foram: NaBH₄ 1% (m/v), tempo de purga de 10 s e tempo de injeção do NaBH₄ de 10 s. O transporte dos hidretos até a cela

de atomização foi feito através de um fluxo de argônio (gás de arraste).

A concentração de Sb total nas referidas amostras foi determinada por FAAS e, por diferença, calculou-se a concentração de Sb(V).

Tabela 1: Resultados obtidos para Sb total, Sb(III) e Sb(V) em amostras de antimoniato de meglumina (n = 3).

Amostra	Antimônio Total (mg mL ⁻¹)	Antimônio (III) (mg mL ⁻¹)	Antimônio (V) (mg mL ⁻¹)
Amostra A1	84,75 ± 0,42	1,75 ± 0,10	83,03
Amostra A2	83,81 ± 0,91	1,84 ± 0,23	81,97
Amostra A3	81,67 ± 0,25	1,67 ± 0,10	80,00
Amostra B1	102,60 ± 0,90	1,56 ± 0,11	100,86
Amostra B2	100,90 ± 0,90	1,74 ± 0,12	99,34
Amostra B3	110,90 ± 1,31	3,66 ± 0,13	107,24

Conclusões

Através do uso do ácido cítrico, como meio seletivo, foi possível determinar seletivamente a concentração de Sb(III) em presença do Sb(V). Em todas as amostras, os valores encontrados para Sb(III) correspondem a aproximadamente 2% do valor total. Determinou-se também a concentração de antimônio total pelo método oficial segundo a farmacopéia americana, USP 23, sendo estes 82,80 mg mL⁻¹ e 95,00 mg mL⁻¹ para as amostras A3 e B3, respectivamente.

Agradecimentos

ANVISA, CAPES, CNPq, FAPERGS.

Especação de mercúrio em amostras biológicas

Fabiane Goldshmidt¹ (IC), Luiz E. Kaercher¹ (PG), Rochele C. Rossi¹ (IC), Lisiane P. Silva (IC), Márcia F. Mesko (PG), Érico M.M. Flores¹ (PQ), Valderi L. Dressler¹ (PQ)*

¹ Departamento de Química – Universidade Federal de Santa Maria – RS – Campus Camobi – 97.105-900 Santa Maria, RS - valdres@quimica.ufsm.br

² Departamento de Farmácia Industrial – Universidade Federal de Santa Maria

Palavras Chave: Mercúrio, Especação, Absorção Atômica.

Introdução

O mercúrio é um elemento tóxico que pode causar diversos transtornos aos seres humanos. A sua toxicidade é fortemente dependente do seu estado físico, da via de absorção pelo organismo e, principalmente, da sua forma química. O Hg^{2+} e o CH_3Hg^+ são as espécies mais relevantes do ponto de vista ambiental e toxicológico, sendo a forma orgânica muito mais tóxica. Assim sendo, atualmente, é dada grande ênfase para a determinação seletiva destas espécies. A maioria dos trabalhos de especação de Hg tem sido feito com o emprego de duas técnicas combinadas: uma para a separação das espécies e a outra para a detecção do Hg, como, por exemplo, técnicas cromatográficas acopladas à espectrometria de absorção atômica (AAS). Assim, o objetivo do presente trabalho foi desenvolver um método para a determinação seletiva de Hg inorgânico (i-Hg) e Hg orgânico (o-Hg) por AAS, com atomização em cela de quartzo aquecida eletrotermicamente (QT-AAS), combinada com sistema de análise por injeção em fluxo (FIA).

Resultados e Discussão

A especação baseia-se na determinação seletiva das espécies de i-Hg e o-Hg voláteis, geradas a partir da reação com tetrahidroborato de sódio (NaBH_4). Quando a cela está à temperatura ambiente é feita a medição do Hg^0 , gerado a partir do i-Hg, enquanto que, a 700 °C é medido o Hg total, gerado a partir do i-Hg e do o-Hg, presentes na amostra. Por diferença das duas medições pode-se calcular a concentração das duas espécies presentes na amostra. Após serem determinadas as condições mais adequadas do sistema FIA, utilizado para a geração do vapor das espécies de Hg, e do QT-AAS, o procedimento foi validado analisando-se material de referência certificado (tecido de peixe e fígado de peixe) e por testes de recuperação para as formas i-Hg e o-Hg (com soluções contendo Hg^{2+} e CH_3Hg^+ , respectivamente).

Conclusões

Com o método proposto para a determinação de i-Hg e o-Hg foram obtidas recuperações próximas de 100% e resultados concordantes com os

certificados, tanto nos testes de recuperação (usando soluções analíticas) quanto na análise dos materiais de referência certificados, respectivamente. As principais figuras de mérito do procedimento são: limite de detecção de $0,53 \mu\text{g L}^{-1}$ (para $515 \mu\text{L}$ de solução injetada), massa característica de 23 pg, faixa linear de 0,80 a $10 \mu\text{g L}^{-1}$, desvio padrão relativo inferior a 5% (para 5 medidas de uma solução contendo $2,0 \mu\text{g Hg L}^{-1}$) e frequência de determinação de 25 h^{-1} . Além disso, comparado com a maioria dos métodos disponíveis para a especação de Hg, o método proposto é relativamente simples e de baixo custo.

Agradecimentos

CPRFB/ANVISA, CAPES, CNPq, FAPERGS.

Estudo da cinética de crescimento microbiano do bacillus subtilis em meio de cultura alternativo

Fabrizio Silva da Silva¹(IC)*, Dile P. Stremel¹(PQ), Teresa C. Vidaurre¹(PQ), Luiz Eduardo Keller¹(TQ)

Rua José Acácio Moreira, 787 Dehon CEP 88704-900, Tubarão, Santa Catarina.

*fabrizio@ac.unisul.br

Palavras Chave: *Bacillus subtilis*, Biofungicida e Fermentação Submersa

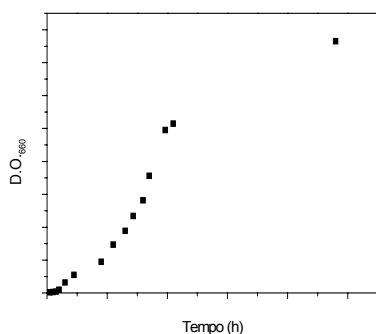
Introdução

A contaminação fúngica é uma das principais responsáveis pela contaminação e degradação das lavouras de grãos do Brasil gerando prejuízos consideráveis a cada safra¹. Na busca de métodos alternativos para o controle deste tipo de doença e que possam agir em conjunto ou até vir a substituir os pesticidas químicos tradicionais amplamente utilizados, buscou-se desenvolver um produto biológico seguro ao homem e ecologicamente correto. O processo visa à produção de um antibiótico que seja eficiente na ação antifúngica caracterizando um produto de baixo custo já que este é composto de matéria primas recicláveis. A produção de antibiótico está totalmente atrelada ao crescimento microbiano. Segundo Vidaurre¹, um crescimento da ordem de 1×10^8 ufc/mL já é o suficiente para formação de uma quantidade satisfatória de antibiótico utilizando-se baixas concentrações de glicose ao meio. Este trabalho visou somente o estudo da cinética de crescimento do *Bacillus subtilis*-PR29, que possibilitará um melhor entendimento dos aspectos quantitativos de crescimento em meio de cultura alternativo e do comportamento das fases de desenvolvimento deste microorganismo.

Resultados e Discussão

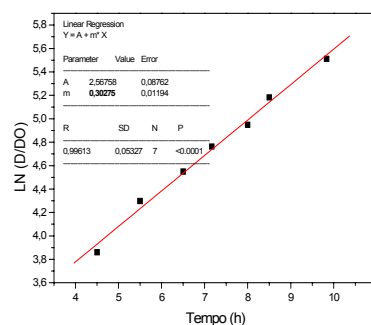
O monitoramento durante todo o processo fermentativo, se deu retirando amostras de 5 mL ao longo do tempo (24 horas), envolvendo a determinação dos parâmetros de interesse: D.O.₆₆₀, C.H.O.₄₉₀ e pH. A Figura 1 mostra a evolução da Densidade ótica (medida indireta do crescimento celular).

Figura 1. Monitoramento do crescimento celular pela medida da (D.O.₆₆₀)



Quanto a cinética microbiana para o *Bacillus subtilis*, Figura 2, a fase lag se deu no período de 0 a 1,5 horas, a fase de log no período de 4,5 a 8,5 horas de fermentação. Conseqüentemente observou-se uma diminuição acentuada na concentração de nutrientes decorrente da utilização do mesmo pelo microorganismo para seu crescimento, atestando a qualidade e eficiência do meio de cultura alternativo. Durante a fermentação notou-se uma diminuição do pH, este, devido a formação de ácidos orgânicos durante o crescimento.

Figura 2. Ajuste da velocidade específica de crescimento (μ) na fase exponencial.



Conclusões

Através de contagem constatou-se uma concentração altamente satisfatória de $3,8 \times 10^{11}$ ufc/mL do *Bacillus subtilis*-PR29 após 24 horas de fermentação, utilizando meio de cultura alternativo. O mesmo mostrou que o tempo de reação para a formação do fermentado é de 24 horas, se tornando desnecessário efetuar um processo de maior tempo de operação.

A velocidade específica de crescimento na fase exponencial (μ) foi $0,30275 \text{ h}^{-1}$, comprovando resultados obtidos em experimento anteriores.

Agradecimentos

Nossos agradecimentos ao Engepro, LAC-Laboratório de Análises Clínicas Unisul e ao Curso de Engenharia Química da Unisul.

¹ Vidaurre, T. C. Stremel, D. P. Efeitos do oxigênio dissolvido na produção de Bioinseticidas bacterianos. II- SLACA. Simposium Latino-americano de Ciências de alimentos. UNICAMP/Campinas 1999.

² Silva da Silva, F. Produção de Biocontrolador de Fungos Micotoxigênicos a partir de meios alternativos constituídos de Água de Parboilização de arroz. Relatório de Pesquisa do artigo 170, Tubarão, Unisul, 2002.

Determinação dos produtos da ozonização de pararrosanilina

Aline de O. Martins¹(IC), Fábio C. Rahmeier^{2,3} (PG), Vicente M. Canalli² (PQ), Carla M. N. Azevedo¹(PQ) e Marçal J. R. Pires¹*(PQ)
mpires@pucrs.br

Faculdades de Química¹ e de Engenharia² – PUCRS – Av. Ipiranga 6681, 90619-900 – Porto Alegre – RS, OZ Ind. Equip. Geradores de Ozônio Ltda³ – Av. Nova York, 181 – Porto Alegre – 90550-070

Palavras Chave: *degradação, pararrosanilina, ozonização*

Introdução

A pararrosanilina (PRA) é um reagente freqüentemente utilizado em análises de formaldeído e dióxido de enxofre presentes no ar e na água¹. Por possuir ação supostamente cancerígena, os seus resíduos devem ser adequadamente tratados antes de receber sua disposição final.

O processo mais eficiente para a decomposição da PRA é a ozonização. Embora esta técnica seja rápida e de baixo custo operacional, o mecanismo de degradação ainda não está completamente elucidado.

Considerando que são recentes os estudos envolvendo PRA, o objetivo deste trabalho é determinar os produtos da degradação da pararrosanilina pela ação do ozônio.

Resultados e Discussão

Para este estudo foram utilizadas amostras sintéticas de PRA (Merk, p.a.) em HCl e em H₂O, bem como resíduos de PRA contendo também formaldeído, HCl, butanol e sulfito.

Para a ozonização das amostras foi utilizado um protótipo de ozonizador (OZ-Engenharia). Este aparelho foi alimentado com ar ambiente previamente desumificado num fluxo contínuo de 1 L min⁻¹. Para estas condições de trabalho o ozonizador produziu em média 30 mg O₃ h⁻¹. Todas as amostras foram ozonizadas até a total descoloração.

As amostras, ozonizadas e não ozonizadas, previamente extraídas com hexano, foram injetadas em cromatógrafo gasoso com detecção por espectrometria de massas (GC-MS, Shimadzu QPA500). Por esta análise, foram identificados compostos oxigenados de cadeias longas como álcoois e ácidos carboxílicos. Adicionalmente, análises por cromatografia iônica (Dionex DX-500) das amostras ozonizadas revelaram a presença de ácidos carboxílicos com cadeias curtas, resultando na identificação dos ânions acetato, formiato, glicolato e piruvato.

Para a determinação de aldeídos e cetonas por GC-MS foram realizadas derivatizações das soluções contendo PRA². Os principais produtos identificados estão apresentados na tabela 1.

Tabela 1. Concentração (ng mL⁻¹) dos produtos das amostras ozonizadas (OZ) e não ozonizadas (NOZ)

	PRA (HCl) 1x 10 ⁻⁵ M		PRA (H ₂ O) 1x 10 ⁻⁵ M		RESÍDUO DE PRA	
	NOZ	OZ	NOZ	OZ	NOZ	OZ
FORMALDEÍDO	111	128	127	434	112	721
ACETALDEÍDO	13	8	11	166	82	318
CETONA	17	86	38	391	256	465

Através das análises realizadas, foi possível verificar que a ozonização promoveu um aumento significativo nas concentrações dos compostos já presentes na matriz do resíduo de PRA. A ozonização das soluções sintéticas acarretou no aparecimento de estruturas menores, indicando a fragmentação da molécula de pararrosanilina. Estes resultados confirmam a decomposição do corante, acompanhada espectrofotometricamente em investigações anteriores³. Ensaio complementares encontram-se em andamento para a elucidação do mecanismo de decomposição da PRA via ozonização.

Conclusões

Este estudo permitiu identificar os principais produtos da degradação da pararrosanilina sob ação da ozonização.

Agradecimentos

PUCRS - Suporte Financeiro OZ Ind. Equip. Geradores de Ozônio Ltda.

¹ Scaringelli, F. P.; Saltzman, B. E.; Frey, S. A., *Anal. Chem.*, **1967**,39,1709.

² Mascolo, G.; Lopez, A.; James, Fielding, M., *Wat. Res.* **2001**,35(7), 1695.

³ Martins, A O.; Rahmeier, F C; Cerva, L.L.; Canalli, V.; Pires, M.; Azevedo, C.M.N., 2003, Proc. 16th World Cong. Int. Ozone Assoc. Las Vegas, USA.

Spatial variations of dissolved nutrients and Chl-A in the Conceição Lagoon, Florianópolis, Santa Catarina, Brazil

Maria Luiza Schmitz Fontes¹ (PG)*, Renata Cavelucci² (IC).

¹ Universidade Federal de Santa Catarina, CTC, Department of Environmental Engineer, P.O. Box 476, Florianópolis, SC, 88040-900, Brazil, luaondas@yahoo.com.br; ² Universidade Federal de Santa Catarina, CFM, Department of Chemistry.

Palavras Chave: coastal lagoon, spatial variations, chlorophyll-a.

Introdução

The aim of this work is to quantify the spatial variations in dissolved sulfide, ammonium, o-phosphate, chlorophyll-a, and phaeophytin-a in response to changes in salinity, dissolved oxygen and pH during two summer months (February, and March) of the year 2003. The samples were taken randomly on a short-term interval (30 days).

Allochthonous inputs of dissolved nitrogen and phosphorus from freshwater and wastewater to coastal lagoons affect nutrient cycling and ecosystem metabolism in Conceição Lagoon, Florianópolis, Santa Catarina. The lagoon has a total area of 19,2 km² and a length of 13,5 km. Its volume and mean depth are 49x10⁶ m³ and 1,7 m, respectively. The lagoon has been studied during the summer season with elevated temperatures.

Resultados e Discussão

The lagoon was divided in four subsystems: south, central-south, central-north, and north according to previous works. Only sub-surface samples were taken in locations where depth was above 2,5 m; in deeper locations, both sub-surface and deep samples were collected, always using a Van Dorn bottle. Samples were filtered through a 0,45 µm membrane filter and subsequently analysed in laboratory for dissolved oxygen, using the Winkler method; salinity, sulfide, nitrate, nitrite, total dissolved nitrogen, o-phosphate, and total dissolved phosphorus were analysed following the methods described in GRASSHOFF et al. (1983); and ammonium, chlorophyll-a and phaeophytin-a were analysed according to methods described in STRICKLAND and PARSONS (1972).

The North site had higher mean values for ammonium (X=4,56 µM) and chlorophyll-a (X=8,44 µg/dm³). The phaeophytin-a had the maximum value in the deep sites at the Central-south subsystem (69,96 µg/L) and so had the dissolved sulfide (> 34,00 µM). The deep samples collected in the Central-south sites demonstrate that the hypoxic/anoxic layer is associated with the highest pigment values according to ODEBRECHT and CARUSO GOMES Jr. (1987) who found that this area acts as an organic matter receptor and that photosynthetic bacteria could be an important component of the autotrophic biomass. The o-phosphate mean values showed little variation along the lagoon (0,16 to 0,21 µM) from the North to the South subsystem.

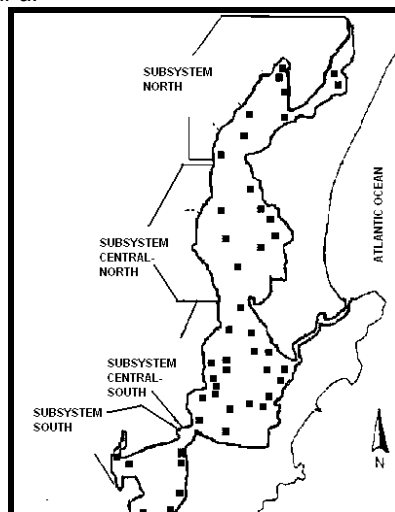


Figure. Sample locations along the Conceição Lagoon, Florianópolis, SC

Conclusões

The four areas show different patterns. The sites where the ammonium and o-phosphate concentrations were excellent for phytoplankton growth showed the highest chlorophyll-a levels. The Central-south subsystem as shown here is acting as a organic matter sink when compared to the other subsystems.

Agradecimentos

We are grateful to Ms. Nilva Brandini, Dr^a. Eunice Machado, Dr. Maurício Camargo from CEM (Centro de Estudos do Mar) of Universidade Federal do Paraná, to Dr^a. Ariane Laurenti, and Dr. Bruno Spoganicz from Universidade Federal de Santa Catarina for their invaluable assistance and support and to the GBS (Grupo de Busca e Salvamento), Florianópolis for their help during the sampling cruises.

¹ GRASSHOFF, F.; EHRHARDT, M. and KREMLING, K., 1983.

Methods of Seawater Analysis. 2 ed. Vol.1, 2. Weinhein: Verlag Chemie. 419 p.

² ODEBRECHT, C. and CARUSO GOMES, F. Jr, 1987. Hidrografia e matéria particulada em suspensão na Lagoa da Conceição, ilha de Santa Catarina, SC, Brasil. *Atlântica*, Rio Grande, 9(1), 83-104.

³ STRICKLAND, J. D. H. and PARSONS, T. R., 1972. *A Practical Handbook of Seawater Analysis*. 2 ed. Canada: Fisheries Research Board of Canada. 310 p.

Análise quantitativa de nutrientes (nitrato, nitrito) e sua influência no cultivo de mariscos na Baía da Babitonga/SC

Daniela Finder¹ * (IC), Beatriz Maria de Oliveira Torrens¹ (PG), Luciano Lorenzi¹ (PQ), Therezinha Maria Novais de Oliveira¹ (PQ), Juliana Mariela Krauss¹ (IC). *E-mail: finderela@hotmail.com
Universidade da Região de Joinville – UNIVILLE. Campus Universitário, s/n. Caixa Postal 246. CEP: 89.201-974

Palavras Chave: maricultura, nitrito, nitrato

Introdução

A Baía da Babitonga é a área estuarina mais importante do norte do estado de Santa Catarina, contendo uma extensa formação de manguezais. Esta região abrange cinco municípios: Joinville, São Francisco do Sul, Garuva, Itapoá e Araquari e o maior polo industrial do estado, razão pela qual o potencial econômico da região gera grandes volumes de rejeitos provenientes da atividade produtiva, principalmente industriais e domésticos, lançados ao ambiente, representando uma ameaça ao sistema. Uma consequência são os nutrientes como fósforo e nitrogênio, quando liberados em excesso nos recursos hídricos, os quais podem causar alguns efeitos, como a eutrofização.

A comercialização de moluscos, como mariscos têm expressiva representação dentre os produtos decorrentes da região, pois esta atividade se estende por todo o ano e ao longo de diferentes localidades ao redor da baía. Os mariscos são organismos filtradores e assimilam as substâncias dissolvidas na água, desde nutrientes necessários para o seu desenvolvimento até poluentes químicos e orgânicos.

Assim, este trabalho tem por objetivo o estudo da presença de nitrato e nitrito nas águas da Baía da Babitonga, com ênfase o cultivo de mariscos.

Resultados e Discussão

As coletas das amostras foram realizadas mensalmente (03/2003 – 08/2003) em quatro pontos distintos da Baía, sendo de cada ponto retiradas duas amostras: superfície e fundo. Para os ensaios utilizou-se o espectrofotômetro SHIMADZU UV-160 A.

O nitrato (NO_3^-) é um ânion do ácido nítrico e produto final da amônia, no ciclo do nitrogênio. Suas fontes poluidoras são as lixívias de adubo de solos de uso agrícola e os efluentes de estação de tratamento. O nitrato não é nocivo para organismos aquáticos, mesmo em altas concentrações na faixa de 10mg/l (FATMA,1999). Mas em sistemas fechados de recirculação de água, torna-se potencialmente tóxico, devido a seu efeito de osmorregulação e possivelmente transporte de O_2 .

O valor mínimo da concentração de nitrato encontrada foi de 0,5995mg/l e a máxima foi de 0,8584mg/l (figura 1)

O nitrito (NO_2^-) é um ânion do ácido nitroso, bastante solúvel em água. É também uma forma intermediária do nitrogênio, que pode resultar tanto da oxidação da amônia em condições aeróbias

como da redução de nitratos em condições anaeróbias. Sendo o nitrito um redutor muito empregado no abastecimento industrial como inibidor, pode vir a contaminar cursos d'água. Dificilmente a concentração de nitrito em águas residuárias ou naturais passa de 1 mg/l, e em geral águas naturais têm menos de 0,1mg/l, não influenciando desta forma na qualidade da água. (CETESB,1978).

O valor mínimo da concentração de nitrito encontrada foi de 0,0035mg/l e a máxima foi de 0,0178mg/l (figura 2).

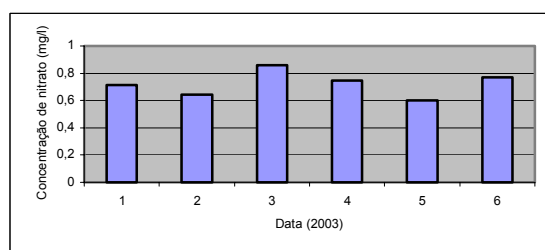


Figura 01 – Concentração de nitrato.

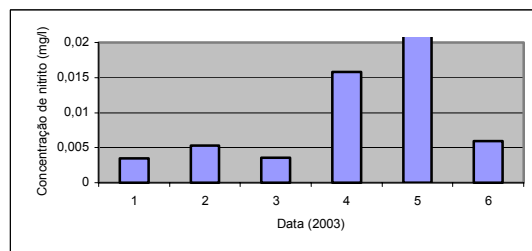


Figura 02: Concentração de nitrito.

Conclusões

Em relação a estes nutrientes, o cultivo de mariscos na Baía da Babitonga não apresenta riscos, pois as concentrações de nitrato e nitrito estão baixas em comparação com o valor estabelecido pela resolução 20/86 – CONAMA para a classe 5. Deve-se ressaltar a importância destes tipos de pesquisa para um monitoramento contínuo visto que a problemática da poluição é uma realidade.

Agradecimentos

A FAP - UNIVILLE pelo suporte financeiro e técnico.

CETESB, Normatização Técnica Saneamento Ambiental. São Paulo, 1978.

FUNDAÇÃO DO MEIO AMBIENTE DE SANTA CATARINA. Relevância de parâmetros de qualidade das águas aplicados a águas correntes. Parte I. Florianópolis: FATMA/GTZ, 1999.

Estudo da presença de etanol, MTBE e BTX nas águas do Lago Guaíba, utilizando a Micro Extração em Fase Sólida (SPME).

Andréia A. De Bortolli (PQ), Aline O. Martins(IC), Míriam F. Soares(PQ), Marçal Pires*(PQ).

Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul-Faculdade de Química-Laboratório de Química Analítica e Ambiental. Av. Ipiranga, 6681.RS-POA. CEP:90619-900.

*mpires@pucrs.br

Palavras Chave: SPME, Orgânicos Voláteis

Introdução

No Brasil, compostos oxigenados tais como etanol e metil-butil-éter (MTBE) têm sido adicionados à gasolina para aumentar a octanagem e diminuir a emissão de monóxido de carbono e os níveis de ozônio na atmosfera. Entretanto esses compostos, etanol e MTBE, assim como os constituintes da gasolina (benzeno, tolueno, e xileno [BTX]), se dissolvem na água dos rios e lagos através das precipitações. A toxicidade dos compostos oxigenados tem sido bastante estudada. Sendo assim, o desenvolvimento e a otimização de métodos de monitoramento serem de suma importância do ponto de vista analítico e ambiental. O presente trabalho apresentará a determinação dos compostos através da técnica de SPME¹ e identificação em cromatógrafo gasoso com detector FID.

Resultados e Discussão

As amostras foram coletadas em diversos pontos e em diferentes profundidades do Lago Guaíba. A análise é feita por microextração em fase sólida. Uma alíquota de 10mL de amostra é transferida para um frasco de 40mL com tampa perfurada com septum, adicionando-se 0,3g de NaCl.

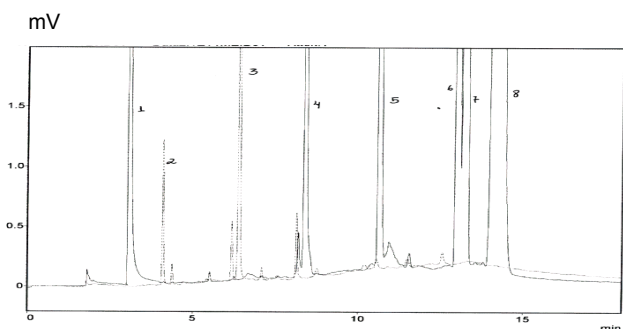


Figura 1. Cromatograma com padrões de etanol(2) [1 mg.L⁻¹], MTBE(3)[1mg.L⁻¹], benzeno(4), tolueno(5), m-xileno(6), p-xileno(7), o-xileno(8)[0,1mg.L⁻¹] e metanol¹ usado como solvente.

A fibra (DVB/CAR/PDMS) é exposta ao “headspace” por 15min sob agitação da amostra, recolhida e então inserida no cromatógrafo gasoso² Shimadzu

GC 17A, equipado com detector FID com coluna SPB-1 (Supelco 30mx0,32mmx5µm), injeção sem divisão de fluxo, gás de arraste hélio com vazão de 1mL.min⁻¹, 35°C (1min)→ 20°C/min→115°C (2min). A calibração externa é feita com soluções padrão aquosas. A fig. 1 mostra um cromatograma com soluções padrão dos compostos analisados.

Tabela 1. Resultados das concentrações encontradas nas campanhas feitas no Lago Guaíba dos compostos etanol, MTBE e BTX.

Composto	Conc. Mín. (µg.L ⁻¹)	Conc. Máx. (µg.L ⁻¹)	Limites permitidos (µg.L ⁻¹)
Etanol	10	2200	4,0.10 ¹ **
MTBE	0,8	5,0	13**
Benzeno	0,7	52	5*
Tolueno	0,07	1	2*
p-Xileno	0,9	250	200*

*CONAMA**EPA***Underground tank technology update, jul-aug 2000

Os compostos etanol, benzeno e xileno mostraram-se acima dos níveis permitidos, como mostra a tab. 1, enquanto o MTBE e o tolueno apresentaram valores bem abaixo dos limites permitidos.

Conclusões

A técnica de micro extração em fase sólida mostrou-se eficiente para análise de amostras ambientais, com grande vantagem da eliminação de solventes. Os picos cromatográficos apresentaram boa separação, com exceção dos isômeros do xileno. Os compostos apresentaram concentrações abaixo dos limites máximos permitidos, entretanto o benzeno e o p-xileno apresentaram concentrações acima do limite permitido. Em vista disto, dos compostos estarem acima de seus limites permitidos e por apresentarem elevada toxicidade, vê-se de suma importância o estudo referentes aos mesmos.

Agradecimentos

FAPERGS e PUCRS

¹ Arthur, C. L.; Pawliszyn, J. *J. Am. Chem.* **1991**, 62p, 2145-2148

² Achten, C.; Puttmann, W. *Environ. Sci. Technol.* **2000**, 34p 1359-1364.

Produção de matrizes a partir do PVA com vários graus de polimerização, para fixação de bactérias

Adriana de Melo(IC)*, Carla Aparecida Dian de Mello (PG), Nito Angelo Debacher (PQ)

adriqmc@yahoo.com.br

Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, 88040-900, Florianópolis, SC- Brasil

Palavras Chave: efluentes, PVA.

Introdução

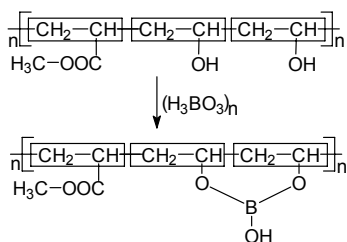
O PVA, álcool polivinílico é um polímero sintético produzido pela reação de polimerização do acetato de vinila seguido de hidrólise. O grau de polimerização determina o seu peso molecular que pode ser de baixa polimerização de 10.000 ou alta até 190.000 e o grau de hidrólise (saponificação) fornece a quantidade do polivinil acetato convertido em álcool polivinílico, que pode ser baixa de 70% ou alta até 100%. Dependendo do grau de hidrólise várias propriedades podem ser modificadas no PVA, como solubilidade, solvatação, viscosidade, flexibilidade, entre outras.

Neste trabalho será dada ênfase a produção de matrizes a partir do PVA com vários graus de polimerização, para a fixação de bactérias usadas no processo de biodegradação. O processo de biodegradação pode ser acelerado através da fixação de bactérias específicas em matriz de material inerte para que o mesmo possa ser recuperado no final do processo. Desta forma as bactérias também podem ser recuperadas e reutilizadas acelerando o tratamento do efluente.

Através do uso do PVA é possível obter um material com estrutura e porosidade adequada para fixação das bactérias usadas na biodegradação dos sólidos solúveis. Além da porosidade o material deve ter densidade adequada para manter-se submersa, porém com possibilidade de se movimentar dentro dos tanques para que a efetividade da bactéria seja a melhor possível.

Resultados e Discussão

Na produção das esferas usadas como matriz, foram usados vários tipos de PVA com diferentes graus de polimerização. A síntese foi realizada segundo o seguinte esquema reacional:



Prepararam-se diversas soluções do polímero, em concentrações variadas, as quais foram gotejadas lentamente sobre a solução de ácido bórico com agitação constante a uma temperatura de 50°C.

A análise das esferas, foram feitas por microscopia eletrônica de varredura (figura 1).

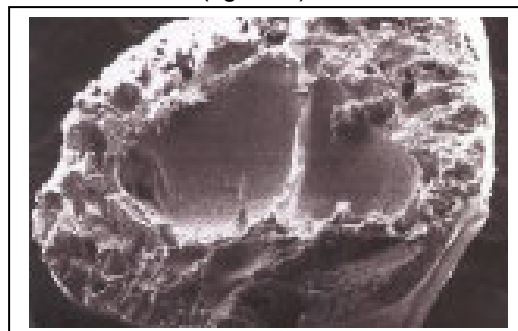


Figura 1: Micrografia da superfície da Matriz

A micrografia da superfície da Matriz inerte mostrou porosidade elevada, o que confere ao material propriedades específicas adequadas para fixação das bactérias usadas na biodegradação dos sólidos solúveis em efluentes.

Conclusões

A utilização de matriz de material inerte e poroso, como o PVA-ácido bórico, é um método eficaz para ser usado para tratamento de efluentes por biodegradação na imobilização de lodo ativado.

Deste modo, a matriz ativada empregada com as bactérias pode ser recuperada e reutilizada no processo de tratamento do efluente.

Agradecimentos

[CNPq], [Agetec Engenharia LTDA]

Adanson, A.W., Physical Chemistry of Surfaces, 5ed. John Wiley, 1990.
Doria-Serrano MC, Ruiz-Trevino FA, Rios-Arciga C, Hernandez-Esparza M, Santiago P; Physical characteristics of poly(vinyl alcohol) and calcium alginate hydrogels for the immobilization of activated sludge, 2001.

Popp, P., Wahlter, H.J. Bohler, E., Os fundamentos físico-químicos do tratamento de água através de floculação. Wasserwirtschaft-Wassertechnik 23. Jahrg H.2,42-50,1973.

Utilização de óxido de nióbio (V) ligado à superfície da sílica gel para a pré-concentração de cobre e zinco em álcool combustível

Dilma Budziak (PG), Edson Luiz da Silva (PG), Eduardo Carasek (PQ)

Departamento de Química—Universidade Federal de Santa Catarina, 99040-900, Florianópolis, SC

Palavras Chave: álcool, FAAS, sílica gel.

Introdução

A determinação direta de traços de metais em álcool combustível através de métodos convencionais é, em geral, difícil e tediosa. A maioria das análises requer o uso de uma etapa de pré-concentração, como a evaporação do solvente até secar, antes da análise. Como estes procedimentos são demorados, métodos alternativos vem sendo desenvolvidos para análise de metais em álcool, visando reduzir o tempo de análise.

A extração em fase sólida (SPE) é uma técnica de pré-concentração de importância crescente. Uma das vantagens desta técnica é a possibilidade de usar um sistema de detecção simples, como espectrometria de absorção atômica em chama (FAAS), e sistema em fluxo.

Neste trabalho propomos o uso da sílica gel modificada com óxido de nióbio (V) para a pré-concentração de cobre e zinco em álcool combustível.

Resultados e Discussão

A pré-concentração dos analitos foi realizada em uma minicoluna de Teflon, preenchida com 100 mg do adsorvente. No sistema de pré-concentração em fluxo, uma bomba peristáltica e um injetor comutador manual foram utilizados. Na etapa de eluição do analito, uma solução de ácido nítrico foi usada, sendo que o eluente passou pela minicoluna no sentido inverso ao fluxo da amostra. O eluato foi coletado e posteriormente analisado por FAAS. Os parâmetros químicos e de fluxo foram otimizados pelo método univariado.

Tabela 1: Parâmetros selecionados e figuras analíticas de mérito ^a para Cu e Zn.

Parâmetro	Cu(II)	Zn(II)
Vazão da amostra (mL min ⁻¹)	3,37	3,37
Vazão do eluente (mL min ⁻¹)	0,67	0,67
Concentração de HNO ₃ (mol L ⁻¹)	2,0	0,25
Fator de enriquecimento	21,4	21,3
Fator de recuperação (%)	107	106
Limite de detecção (µg L ⁻¹)	1,64	2,35
RSD (%) ^b	1,8	3,9

^a tempo de pré-concentração de 2 minutos..

^b solução de 50 µg L⁻¹ (Cu) e 40 µg L⁻¹ (Zn) (n = 7).

Para a pré-concentração dos analitos, 10 mL de álcool de grau analítico foram enriquecidos com os analitos. Os parâmetros selecionados e as figuras analíticas estão representados na Tabela 1.

Os analitos foram estudados individualmente no sistema de pré-concentração. Uma solução de ácido nítrico foi usada para regenerar a minicoluna, em vazão de 1,9 mL min⁻¹ por 2 minutos.

Para avaliar a exatidão do método foi realizado o teste de recuperação em amostra de álcool combustível pela técnica de enriquecimento, e os resultados estão contidos nas Tabelas 2 e 3.

Tabela 2: Teste de recuperação do cobre em amostra de álcool combustível.

Cu ²⁺ adicionado (µg L ⁻¹)	Cu ²⁺ encontrado (µg L ⁻¹)	Recuperação (%)
25	24,4 ± 0,001	97,6
50	46,5 ± 0,019	93,0
75	72,3 ± 0,010	96,4

Tabela 3 : Teste de recuperação do zinco em amostra de álcool combustível.

Zn ²⁺ adicionado (µg L ⁻¹)	Zn ²⁺ encontrado (µg L ⁻¹)	Recuperação (%)
0	35,00 ± 0,35	-
20	59,40 ± 0,09 ^a	97,6
35	84,82 ± 0,62 ^a	99,6

^a Quantidade recuperada somada a quantidade já existente na amostra.

Conclusões

A metodologia desenvolvida para a pré-concentração off-line de cobre e zinco, em matriz alcoólica, apresentou boa sensibilidade, precisão e exatidão.

Agradecimentos

PIBIC/CNPq e Ctpetro.

Determinação de Cd, Se e Tl em sedimento por ETV-ICP-MS, usando amostragem de suspensão com calibração por diluição isotópica.

Gilson R. de Miranda (IC), Lúcia F. Dias (PG), Vera L. A. Frescura (PQ), Adilson J. Curtius (PQ)*

Departamento de Química - Universidade Federal de Santa Catarina - Florianópolis - SC, * curtius@gmc.ufsc.br

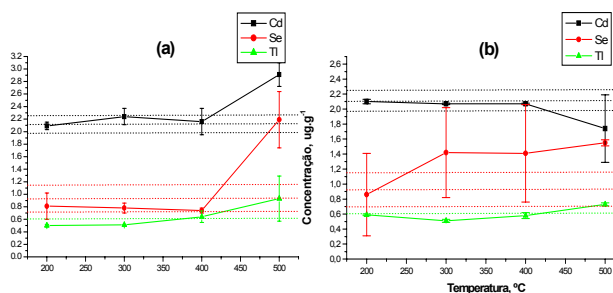
Palavras Chave: ETV-ICP-MS, sedimento, diluição isotópica.

Introdução

É reconhecida a necessidade de métodos rápidos para a determinação de elementos traço em amostras de sedimento, usadas em estudos ambientais. Um tratamento da amostra simplificado, como a formação de uma suspensão ao invés de uma dissolução total da amostra, economiza tempo e diminui riscos de contaminação. Para determinações por espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado com introdução da amostra por vaporização eletrotérmica (ETV-ICP-MS), a diluição isotópica (ID) pode ser usada como técnica de calibração. A concentração da amostra é determinada, medindo-se a razão isotópica alterada, após a adição de um isótopo enriquecido. O requisito fundamental para a aplicação da ID é a disponibilidade de pelo menos dois isótopos do mesmo elemento, livres de interferências espectrais. Outro requisito é o equilíbrio entre o isótopo adicionado e os da amostra. A diluição isotópica pode ser útil para se determinar, com alta exatidão e precisão, a concentração de um elemento em uma amostra. Na diluição isotópica o padrão interno, um dos isótopos do próprio elemento, é o ideal. Assim, a combinação da ID com ICP-MS torna possível minimizar os problemas de calibração que ocorrem em ICP-MS como a compensação da supressão do sinal de íons por elementos concomitantes, e a compensação para flutuações na sensibilidade causada por parâmetros instrumentais.

Resultados e Discussão

A calibração por diluição isotópica foi usada na determinação de elementos traço em quatro (Mess-2, Pacs-2, Buffalo River e Estuarine Sediment) materiais de referência certificados (CRMs), na forma de suspensão. A suspensão foi preparada misturando-se 250 mg do sedimento, moído em tamanho de partícula $\leq 50 \mu\text{m}$, com 5 mL de solução contendo 0,750 mL de HNO_3 e 0,150 mL de HF, ambos bidestilados. A mistura foi submetida a um banho ultra-sônico, por 50 minutos, e em seguida, a um banho-maria a 60°C , por mais 120 minutos. Após um período de no mínimo 24 horas, o volume da suspensão é completado para 10 mL e, em seguida, é medida. A determinação dos analitos nos CRMs foi realizada em diferentes temperaturas



de pirólise, no intervalo de 200°C à 1000°C , como relatado na Figura 01.

Figura 1. Resultados para o CRM Pacs-2 : (a) sem modificador químico ; (b) com paládio em solução.

Foram medidas as razões isotópicas dos seguintes pares : $^{111}\text{Cd}/^{114}\text{Cd}$, $^{77}\text{Se}/^{82}\text{Se}$ e $^{203}\text{Tl}/^{205}\text{Tl}$, após a adição de materiais enriquecidos em ^{111}Cd , ^{77}Se e ^{203}Tl . As análises, utilizando-se Pd como modificador em solução, forneceram valores concordantes com os certificados para Cd e Tl, no intervalo de 200°C à 400°C para pirólise. Sem modificador químico, no entanto, os valores foram concordantes para todos os três elementos. Para as análises utilizando Pd como modificador os desvios padrão relativos (RSD) foram menores que 10%. Quando não foi usado modificador as determinações foram menos precisas, com RSD chegando a 15%. Foi investigado o efeito do tamanho das partículas e da concentração dos ácidos sobre os resultados.

Demonstra-se assim, a viabilidade do uso da calibração isotópica para a determinação de Cd, Se e Tl em sedimento na forma de suspensão.

Conclusões

A metodologia empregando amostragem de suspensão com calibração por diluição isotópica, mostrou-se uma eficiente alternativa para a determinação de elementos traço em sedimento marinho, rio e estuário, visto sua praticidade em comparação aos métodos clássicos de dissolução empregados na análise de materiais geológicos.

Agradecimentos

CNPQ, CAPES e FINEP pelo suporte financeiro e/ou bolsas de estudo.

Determinação da concentração e pKa de grupos ácidos presentes em ácido fúlvico, em força iônica 0,50 mol/l, extraído pelo método da IHSS

Adriano B. Moreira¹(IC), Cátia Crispilho Corrêa¹(IC) e Willian Ferreira da Costa^{1*} (PQ).

1-Departamento de Química, Universidade Estadual de Maringá, Av. Colombo 5790, Zona 07 Maringá, Paraná CEP 87020-900. email: wfcosta@uem.br

Palavras chave: Fúlvico, Potenciometria, IHSS.

Introdução

A maior parte da matéria orgânica existente em solos e também no meio aquático é constituída por compostos denominados de substâncias húmicas que representam a matéria orgânica em certo estágio de degradação. Tais substâncias são constituídas principalmente por humina e pelos ácidos fúlvico e húmico. Uma das principais características desses ácidos é a capacidade de complexação com íons metálicos, inclusive com íons tóxicos como Cr^{6+} , sendo estes, solúveis em água¹. Desta forma, torna-se necessário um maior entendimento sobre o comportamento dos ácidos húmico e fúlvico em relação aos seus grupos ácidos com capacidade de complexação de metais. Assim, neste trabalho, foram determinados a concentração e o pKa de grupos ácidos presentes em ácido fúlvico em soluções com força iônica de 0,50 mol/L empregando cloreto de potássio com ajustador de força iônica. As amostras de ácido fúlvico, foram tituladas com NaOH 0,10 mol/L sob atmosfera de nitrogênio e temperatura constante de 25 °C.

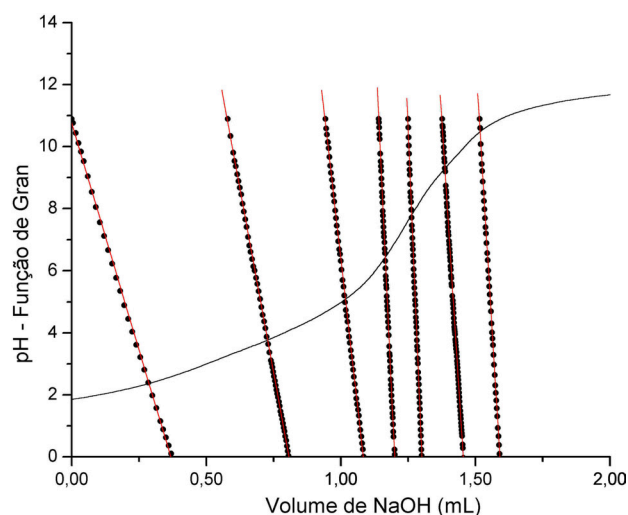
Resultados e Discussão

Os resultados obtidos pela aplicação do método linear desenvolvido por Aleixo e Godinho² as curvas de titulação potenciométrica de amostras de ácido fúlvico, estão mostrados na tabela abaixo.

Tabela 1: Valores de concentração e pKa, obtidos para grupos ácidos presentes em ácido fúlvico em força iônica 0,5 mol/L.

Grupo Ácido	Conc. (meq/g)	pKa
HÁ1	1,18	3,29
HA2	0,78	4,63
HA3	0,32	6,12
HA4	0,27	7,67
HA5	0,41	9,50
HA6	0,40	10,80

Figura 1: Gráfico da função de Gran modificada em função do volume de titulante adicionado as amostras de ácido fúlvico.



A figura 1 apresenta sete retas obtidas pela aplicação das funções de Gran modificadas, onde a primeira, é o resultado obtido pela titulação do ácido forte com base forte e as demais são os resultados obtidos para os grupos ácidos presentes nas amostras de ácido fúlvico. A intersecção dessas retas com o eixo das abcissas, fornece o volume do ponto final para cada um desses grupos ácidos.

Conclusões

Os resultados obtidos pela aplicação dos métodos lineares as curvas de titulação potenciométrica das amostras de ácido fúlvico, sugerem a presença de seis grupos ácidos na estrutura desses ácidos.

Os valores de pKa obtidos indicam a presença de grupos carboxílicos, fenólicos e aminos nestas substâncias.

Agradecimentos

CNPq, DQI/UEM

¹ Schnitzer, M.; Ghosh, K.; J. Indian Chem. Soc. 61, 1090 (1979).

² Godinho, O. E. S.; Aleixo, L. M.; Anal. Biochem. 112, 323 (1981).

Recobrimento de fibras de SPME com poli(acrilato) por imobilização térmica

Janaína Heberle Bortoluzzi (PG)*, Cristian Berto da Silveira (PG) e Eduardo Carasek (PQ)
*jhb@gmc.ufsc.br

Departamento de Química - Universidade Federal de Santa Catarina, CEP 88040-900 Florianópolis SC

Palavras Chave: pesticidas, SPME, Poli(acrilato).

Introdução

A microextração em fase sólida (SPME) é uma técnica poderosa e inovadora de extração introduzida por Arthur e Pawliszyn em 1990. A SPME trata-se de recobrir uma fina haste de sílica fundida de diâmetro de 0,3mm com um sorvente. Exemplificando seria como uma coluna capilar de sílica invertida, onde o filme polimérico fica do lado de fora. A base deste método está na fase imobilizada (fase estacionária) para extração de analitos. A técnica de SPME envolve duas etapas; estabelecer o tempo de equilíbrio entre a fase estacionária e a matriz da amostra (partição) e otimizar as condições cromatográficas.

Neste estudo foi impregnado poli(acrilato) em haste de vidro modificado para desenvolver uma fibra com propriedades semelhantes à comercial. Para tanto, foi utilizado uma solução de poli(butil acrilato) em tolueno, para a deposição do polímero sobre a haste de vidro, de composição $\text{Li}_2\text{O-ZrO}_2\text{-BaO-SiO}_2$, a qual apresenta grupos siloxanos e grupos silanóis distribuídos interna e superficialmente.

Resultados e Discussão

Neste trabalho preparamos a fibra de poli(acrilato) (PA) através de rápida imersão da haste de vidro modificada na solução de poli(butil acrílico) à temperatura ambiente e, então, imobilizamos termicamente a 120°C por 5 minutos. A haste de vidro foi obtida através de um fibrador, o qual foi descrito anteriormente [1]. O desempenho da fibra de PA caseira foi comparado ao de uma fibra de PA comercial, através de extrações de alguns ésteres de ftalatos. Para tanto, foi utilizado 10 mL de solução padrão de uma mistura de ésteres de ftalatos $500 \mu\text{g L}^{-1}$ e agitação magnética. As fibras foram mantidas em contato com a solução padrão por 45 min. Após este período, as fibras eram colocadas no injetor do cromatógrafo a gás, mantido a 280°C, por 5 min.

A Figura 1 apresenta os cromatogramas obtidos pelas duas fibras de PA. Desta figura pode-se observar que a fibra de PA caseira apresentou eficiência de extração semelhante à fibra comercial. Na tabela 1 estão apresentados os valores dos desvios padrão relativo (DPR) da fibra de PA comercial e da caseira. Neste estudo foram realizadas 5 extrações para cada tipo de fibra. Além

disto, esta tabela apresenta o resultado de reprodutibilidade para 5 fibras de PA caseiras. Os resultados deste estudo são indicativos da adequada repetibilidade e reprodutibilidade das fibras de PA obtidas em nosso laboratório.

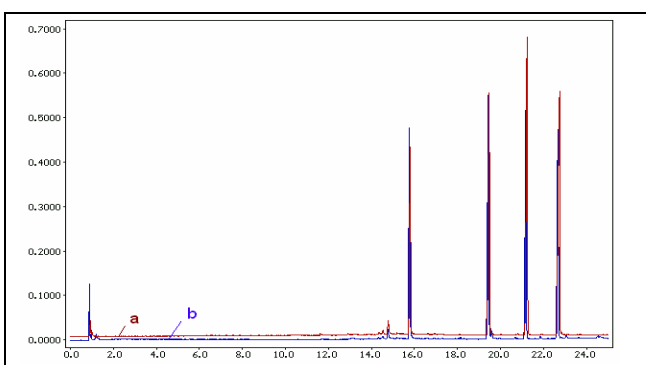


Figura 1. Cromatogramas das fibras de poli(acrilato) obtida em nosso laboratório (a) e comercial (b).

Tabela 1. Valores de DP e DPR para a fibra de poli(acrilato).

	DPR ₁	DPR ₂	DPR ₃
E1	14	3	24
E2	17	7	17
E3	28	19	20
E4	18	24	15

(1) fibra comercial, (2) de uma mesma fibra obtida em laboratório, (3) de diversas fibras obtidas em laboratório, (E1) di-n-butil ftalato, (E2) butil benzil ftalato, (E3) bis-2-etil hexil ftalato e (E4) di-n-octil ftalato.

Conclusões

Os resultados obtidos até agora permitem concluir que a fibra obtida experimentalmente apresentou performance, repetibilidade e reprodutibilidade adequadas e compatíveis a fibra de PA comercial.

Agradecimentos

CNPq e Laboratório de polímeros do Departamento de Química da UFSC.

1. Silveira, CB, Oliveira, AF e col., 25ª Reunião Anual da SBQ, Poços de Caldas, MG, TC021

Determinação colorimétrica de aminas em águas de rios

Ismael Pedro Bortoluzzi⁽¹⁾ (PQ)*, Charlene Albino da Rosa⁽¹⁾ (IC), Daniela Gomes Fraga⁽¹⁾ (IC)

(1) Universidade do Sul de Santa Catarina – UNISUL, Av. José Acácio Moreira, 787 – 88704-900 – Tubarão - SC
ismael@unisul.br

Palavras Chave: Aminas, Rio Tubarão, Colorimetria

Introdução

O presente trabalho tem como objetivo apresentar e discutir a viabilidade de utilização da metodologia para a determinação de aminas aromáticas primárias em águas. Foram realizados testes em amostras de água coletadas em rios da região.

Metodologia

O método para a determinação aminas⁽¹⁾ consiste em pesar cerca de 10 a 15mg da amostra da amina e dissolver em ácido clorídrico 1M num balão volumétrico de 50mL. Colocar 2,0mL desta solução num pequeno erlenmeyer montado dentro de um béquer de 400mL, com água e adicionar então 1mL da solução de nitrito de sódio. Deixar em repouso durante 5 minutos. Adicionar depois 5mL do etanol a 90% e, depois de mais 3 minutos, acrescentar 2mL da solução de N-(1-naftil) Etilendiamina-Bicloridrato; há uma rápida formação da cor vermelha, cuja absorbância pode ser medida contra uma solução que serve de branco, com todos os reagentes, exceto a amina. A medida deve ser feita no comprimento de onda aproximado de 550nm, pois o valor exato de comprimento de onda máximo varia ligeiramente com a natureza da amina pura.

Discussão e Resultados

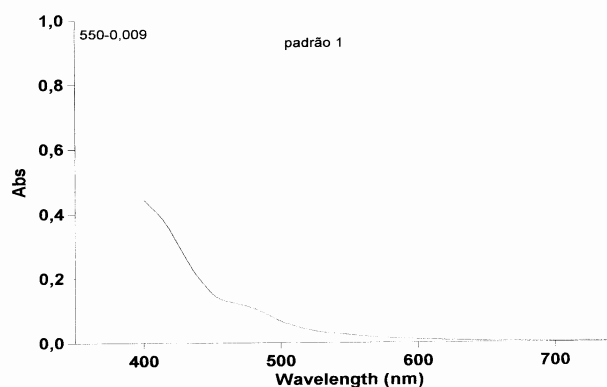
A determinação de aminas primárias, em macroescala, se faz com maior conveniência numa titulação em solução não-aquosa; porém, os métodos de determinação espectroscópica de pequenas quantidades de aminas são bastante importantes para a área ambiental. Em alguns casos, o procedimento se aplica somente às aminas aromáticas e o método de diazotação para a determinação dos nitritos pode ser adaptado como método para a determinação de aminas aromáticas primárias.

Foram utilizadas oito amostras, representadas na Tabela 1. Para o cálculo da equação da reta, sendo que a equação final para a determinação de aminas é $C = (23.A + 1,5) \div 2$, onde A é a absorbância encontrada através do espectrofotômetro de UV-VIS, representada no Gráfico 1.

Tabela 1. Resultados das análises feitas das amostras de águas coletadas reais.

Amostra	Concentração de amina (mg/L)
1	1,9
2	1,9
3	1,2
4	1,1
5	1,0
6	3,7
7	0,8
8	1,0

Gráfico 1. Espectrofotômetro tirado de um dos padrões feitos com anilina e naftilamina, para determinação da reta.



Conclusão

Como as aminas são consideradas muito tóxicas, a metodologia se mostrou viável para diferenciar águas com origens com possível contaminação.

Agradecimentos

GRUPERH – Grupo de Gestão e Pesquisa em Recursos Hídricos - UNISUL

¹ VOGEL, Arthur I. *Análise química quantitativa*. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora S.A. 1992. P. 522, 568

Avaliação da variação e deconvolução espectral de substâncias químicas de carquejas obtidas por diferentes processos de extração

Aline Yamaguchi Lemos (IC), Ieda Spacino Scarminio (PQ), Suely Rodrigues Cabeleira Andrade (PQ)
ieda@qui.uel.br

Laboratório de Quimiometria em Ciências Naturais - Departamento de Química, Universidade Estadual de Londrina, CP 6001, Londrina PR.

Palavras Chave: extração, espectrofotometria UV-VIS, carquejas

Introdução

Um dos problemas encontrados na indústria de fitomedicamentos é a falta de padrão da matéria prima adquirida. Em geral é utilizada análise de substâncias ou grupo de substâncias isoladas, como por exemplo, flavonóides, saponinas, óleos essenciais, taninos, etc. Estas análises não garantem a qualidade do produto, além de serem morosas devido ao processo de: extração, isolamento e identificação das substâncias. A carqueja, pertencente ao gênero *Baccharis* e família *Asteraceae*, é uma planta usada na medicina popular para tratamento gastrointestinal e hepático. Considerando a escassez de métodos analíticos para caracterizar a matéria prima bem como avaliar a qualidade do produto acabado, este trabalho tem como objetivo avaliar a variação espectral de substâncias químicas obtidas em diferentes extratos de carquejas do gênero *Baccharis* com adição de reagentes reveladores para o desenvolvimento de metodologia analítica para auxiliar o controle químico de matéria prima bem como do produto acabado. Para o estudo foi utilizada a espécie *Baccharis genistelloides* Persoon var. *B. trimeria* (Less.) DC, plantadas no Jardim Experimental do Depto de Química da Universidade Estadual de Londrina.

Resultados e Discussão

A escolha do solvente acetato de etila, etanol, acetona, hexano e diclorometano foi baseada em estudos anteriores bem como nas propriedades extrativas dos diferentes líquidos utilizados na extração de drogas vegetais. Os extratos foram preparados pesando-se 5,00 g de carqueja e submetidos a extração por turbólise com 120,00 mL do solvente ou misturas de solventes; etanol, acetato de etila-etanol-hexano (30:60:30 v/v), acetato de etila-etanol-diclorometano (30:60:30 v/v), acetona-etanol-hexano (30:60:30 v/v), acetona-etanol-diclorometano (30:60:30 v/v). Estas misturas ficaram em repouso por 24 horas e em seguida foram filtradas. Cada extrato foi tratado com 6 diferentes reveladores cromatográficos, $AlCl_3$, Na_2CO_3 , butanol-ácido acético-água, ácido acético concentrado-ácido clorídrico-água, $NaCl$ e $FeCl_3$. Os

extratos foram analisados por espectrofotometria UV-vis utilizando um espectrofotômetro OCEAN OPTICS modelo CHEM 2000 UV-VIS. A figura 1 mostra que não ocorre separação das substâncias químicas independente do processo de extração. A figura 2 apresenta a melhor condição experimental, extrato acetato de etila-etanol-diclorometano na presença do agente revelador $FeCl_3$.

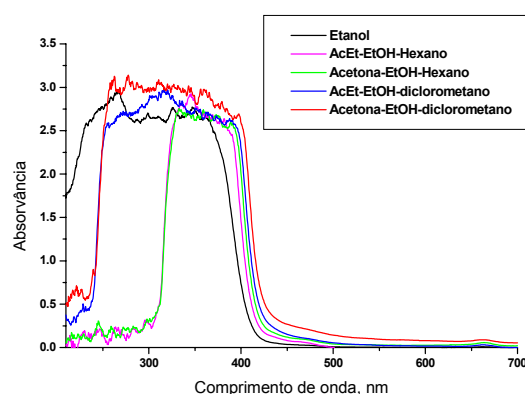


Figura 1. Espectros dos diferentes extratos de carqueja puros.

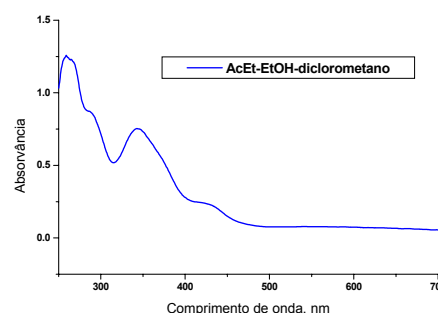


Figura 2. Espectro do extrato de acetato de etila-etanol-diclorometano (30:60:30 v/v) com $FeCl_3$

Conclusões

A melhor condição experimental foi obtida usando o extrato acetato de etila-etanol-diclorometano na presença do agente revelador $FeCl_3$.

Agradecimentos

Fundação Araucária

Análise exploratória de espécies de boldo utilizando análise das componentes principais

Aline Alves de Almeida (IC), Lucas Mariano da Cunha e Silva (PG) e Ieda Spacino Scarminio (PQ)
lmariano23@yahoo.com.br

Laboratório de Quimiometria em Ciências Naturais - Departamento de Química, Universidade Estadual de Londrina, CP 6001, Londrina PR..

Palavras Chave: *classificação, boldo, análise das componentes principais.*

Introdução

O boldo é um fitoterápico indicado no tratamento de doenças hepáticas e da vesícula biliar como hepatoprotetor, tônico das funções hepáticas, e na constipação intestinal como laxativo. Considerando a importância dos fitomedicamentos no contexto da saúde da população bem como a utilização cada vez mais crescente destes, neste trabalho foi utilizado o método quimiométrico de análise das componentes principais no estudo de diferentes espécies de boldo, com o objetivo de desenvolver metodologia analítica para o controle de qualidade de fitomedicamentos. Nesta etapa preliminar foram utilizadas quatro espécies de boldo que foram denominadas da seguinte maneira: *Plectranthus barbatus*, boldo, *Plectranthus ornatus* e boldo do Chile, analisadas em diferentes solventes.

Resultados e Discussão

As amostras das quatro espécies na forma verde e seca foram extraídas em dois tipos de solventes, álcool puro ou uma mistura ternária 1:4:1 de ciclohexano, etanol e diclorometano. Esta mistura foi obtida por um planejamento experimental realizado para a verificação do melhor solvente extrator.

Foram pesados 5,00 g de cada espécie e adicionados 60 mL de cada solvente ou mistura de solventes. As amostras foram preparadas pesando-se 15 mg do extrato bruto e solubilizando-as em 3,0 mL do solvente ou mistura de solventes na qual o extrato foi extraído. Esta solução foi deixada em repouso por uma hora, e em seguida foi diluída em uma proporção de 1:10 (1 mL da solução com o extrato em 9 mL de álcool puro ou na mistura 1:4:1 de ciclohexano, etanol e diclorometano). As amostras foram analisadas por espectrofotometria UV-vis utilizando um espectrofotômetro OCEAN OPTICS modelo CHEM 2000 UV-VIS.

Para a análise das componentes principais foram utilizados os espectros dos 10 extratos registrados de 210,34 a 706,76 nm totalizando 1400 valores de absorvâncias. O total da variância explicada utilizando as três primeiras componentes principais é de 97,09%. A figura 1 mostra o gráfico das componentes principais 2 e 3. A segunda componente discrimina bem as espécies que foram extraídas com álcool ou com a mistura ternária.

Os agrupamentos I e II mostrados no gráfico das componentes principais 2 e 3 são devido aos tipos

de solventes extratores utilizados. O primeiro agrupamento contém as espécies extraídas em álcool enquanto o segundo os extratos obtidos na mistura ternária 1:4:1 de ciclohexano, etanol e diclorometano.

O agrupamento III foi formado por amostras de boldo do Chile encontradas no comércio. Para estas amostras, este resultado preliminar indica que não há separação devido ao tipo de solvente extrator.

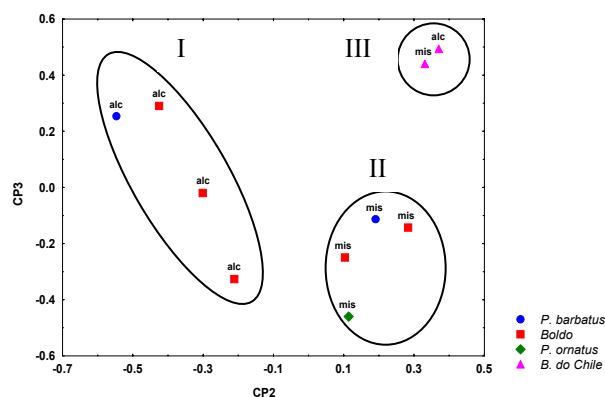


Figura 1. Gráfico das componentes principais 2 e 3 que explicam 17,72 % da variância total.

Conclusões

Os resultados da análise de componentes principais mostraram que existem diferenças das amostras com relação ao extrator bem como das amostras supostamente denominadas boldo do Chile. Considerando que as estas amostras foram adquiridas no comércio, não há garantia da qualidade do produto.

Agradecimentos

Fundação Araucária, Depto de Química UEL

Influência de ácido dodecilbenzenosulfônico na degradação de antocianinas de *Hibiscus sabdariffa*

Patrícia Wilde Rodrigues (IC), Paulo Henrique Março (PG), Ieda S. Scarminio (PQ), ieda@qui.uel.br

Laboratório de Quimiometria em Ciências Naturais - Departamento de Química, CCE - Universidade Estadual de Londrina, Caixa Postal 6001, Londrina - PR.

Palavras Chave: degradação, surfactante, antocianinas.

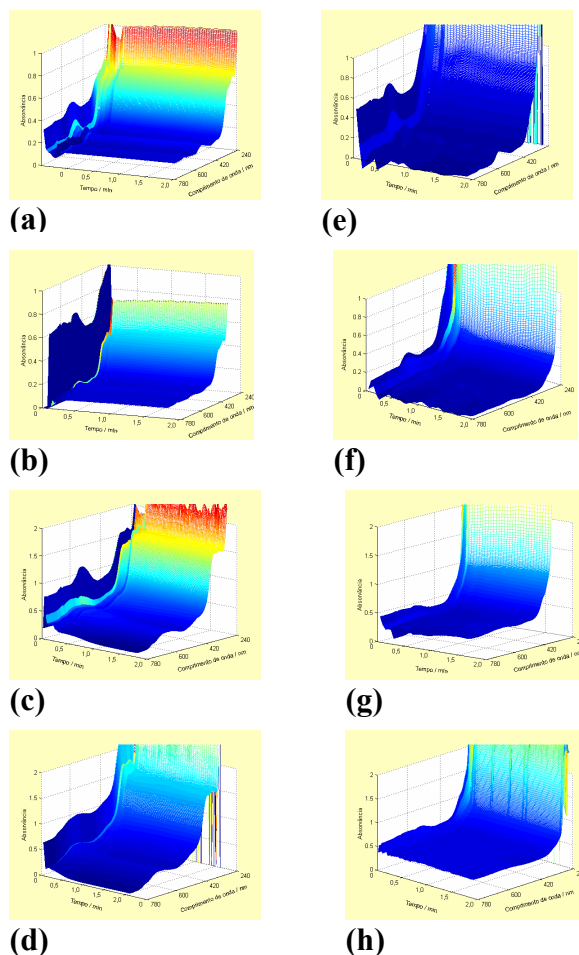
Introdução

A preocupação com a segurança toxicológica dos corantes sintéticos utilizados na indústria alimentícia têm levado ao desenvolvimento de métodos que aumentem a estabilidade dos pigmentos naturais, de forma que estes possam ser usados como ingredientes alimentícios. As antocianinas, que são grupos de pigmentos presentes em plantas, vem sendo utilizadas na indústria alimentícia na substituição de corantes sintéticos, como é o caso de geléias, compotas, refrescos, balas de goma, etc. Entretanto, seu uso é limitado devido a sua degradação com relação a fatores como pH, temperatura, armazenamento, luz, dentre outros. Em solução, a cor e a estabilidade de uma antocianina é altamente dependente do pH, apresentando uma mistura de diferentes estruturas em equilíbrio químico. Um meio de retardar o processo de desbotamento natural dos alimentos seria proteger as espécies responsáveis pela coloração que são cátion flavílium e anidrobases quinoidais. O objetivo deste trabalho foi analisar a influência da adição de surfactante (ácido dodecilbenzenosulfônico) na degradação das antocianinas do cálice de *Hibiscus Sabdariffa*, em quatro valores diferentes de pH, sem separação dos componentes químicos da planta.

Resultados e Discussão

Para a extração foram maceradas 5,00g do cálice do hibisco em 100,0 mL de álcool etílico (PA) em 0,1% de HCl e filtradas em papel de filtro comum. Transferiu-se 20,0 mL do filtrado para dois erlenmeyers: um contendo 2,0 mL de água e o outro, 2,0 mL de surfactante (ácido dodecilbenzenosulfônico 10% m/v). Foram preparadas 4 soluções tampão em diferentes valores de pH (3,6; 5,6; 7,4 e 9,8) transferindo-se 3,0 mL de cada uma destas para as cubetas. Adicionou-se 1,5 mL de extrato de antocianinas com e sem surfactante, registrando-se imediatamente os espectros em espectrofotômetro OCEAN OPTICS modelo CHEM 2000 UV-VIS na região de 200 a 900 nm. As superfícies espectrais obtidas das duas soluções nos diferentes valores de pH estão apresentadas na figura 1.

Figura 1. As figuras (a), (b), (c) e (d) referem-se às superfícies espectrais das antocianinas sem



surfactante e as (e), (f), (g) e (h) referem-se às antocianinas com surfactante nos valores de pH 3,6; 5,6; 7,4 e 9,8 respectivamente.

Conclusões

Os resultados mostraram que para as soluções ácidas o surfactante não exerce influência considerável, enquanto que para soluções levemente alcalinas, aumenta a velocidade de degradação dos cátions, o que fica claro pela observação das figuras d e h (pH 9,8)

Agradecimentos

Este trabalho teve o apoio da Fundação Araucária.