

Comparando os diferentes tipos de embalagens utilizadas na comercialização das águas, observou-se variação nas concentrações dos elementos estudados conforme apresentado na tabela II.

DETERMINAÇÃO DE FENOTIAZINAS POR  
POLAROGRAFIA DE PULSO DIFERENCIAL

Jaim Lichtig, Instituto de Química, USP

Tabela II - Resultados obtidos para os elementos estudados em amostras de água envasadas

Amostra	(mg L <sup>-1</sup> )		(µg L <sup>-1</sup> )			Embalagens
	Ca	Mg	Al	Cu	Zn	
C1	1,22	0,22	27	118	120	direto da fonte
	0,93	0,21	72	-	-	garrafa de vidro
D1	0,34	0,19	24	49	51	direto da fonte
	1,17	0,13	-	94	110	garrafo polipropileno azul
E1	0,18	0,18	42	-	-	direto da fonte
	0,21	0,65	49	110	115	garrafa de vidro
	0,27	1,22	70	117	113	garrafa de vidro com gás
	0,11	0,25	71	106	113	garrafo polipropileno branco
	0,13	0,13	-	113	108	garrafa de PVC
	0,060	0,060	-	101	118	copo polipropileno
	0,34	0,22	75	-	-	direto da fonte
E2	0,76	0,19	59	101	113	copo polipropileno
	0,46	0,050	-	107	108	direto da fonte
M1	0,42	0,24	-	-	-	garrafo de plástico branco

Jerzy Radecki,  
Instituto de Agricultura e Tecnologia de Olsztyn, Polónia

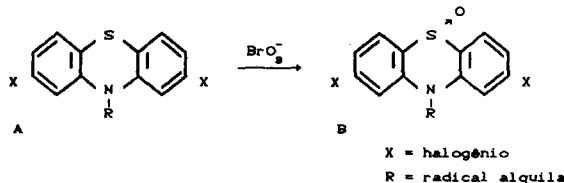
ABSTRACT

The derivatives of phenothiazine are used as drugs antidepressants in medicine. Concentrations of 10<sup>-4</sup>-10<sup>-5</sup> M of some phenothiazine were determined by two methods: a) previous oxidation of than with KBrO<sub>3</sub> and pulse polarography determination; b) Previous addition of Zn which complexes with the phenothiazine derivatives and determination of excess of Zn<sup>2+</sup>. Accuracy of 3% can be achieved.

INTRODUÇÃO

Os derivados de fenotiazinas são usadas como anti-depressivos em tratamento médico<sup>(1,2,3)</sup>. A determinação em fármacos é de grande importância devido à necessidade de controle de dosagem. Os métodos usuais de sua determinação são os espectrofotométricos que, embora sejam simples de execução, o processamento do fármaco para a medida espectrofotométrica nem sempre é simples<sup>(4)</sup>. Além disso, o método espectrofotométrico requer elevadas massas para a análise, por ser de baixa sensibilidade.

Foram desenvolvidas duas possibilidades de análise de derivados de fenotiazinas: a) oxidação inicial da fenotiazina com BrO<sub>3</sub><sup>-</sup> e determinação do produto oxidado por polarografia de pulso diferencial. b) O produto oxidado é complexado com excesso de Zn<sup>2+</sup> e o excesso deste é determinado por polarografia de pulso diferencial. A fórmula geral da fenotiazina pode ser representada por A, abaixo e sua forma oxidada por B.



O sulfóxido (B) pode sofrer redução polarográfica, regenerando a forma A.

O método com oxidação prévia: Estudos sistemáticos mostraram que BrO<sub>3</sub><sup>-</sup> é o ion recomendado para essa oxidação; HNO<sub>3</sub> não apresenta resultados quantitativos.

Procedimento: 1,00 mL da solução do composto orgânico é adicionado a 10 mL de HCl 0,1 M e 1,0 mL de KBrO<sub>3</sub> (10 g/L). A solução é agitada e transferida em balões de 100 mL. O pH é acentuado em 1,5-1,8. Pulso = 50 mV; varredura = 10 mV/s. E<sub>p</sub> encontrado = -1,1 V vs Ag/AgCl.

O método da complexação: 2,00 mL de solução de Zn<sup>2+</sup> 1,2 g/L são adicionados a 4,00 mL de KSCN (3%) e 1,00 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1%). 2,00 mL de solução do orgânico são adicionados e o pH é ajustado a 3,0 com NaOH 3,0 M. Polarógrafo: 50 mV; varredura 10 mV/s; E<sub>p</sub> = -1,05 V versus Ag/AgCl.

CONCLUSÃO

As águas minerais provenientes de fontes da região de Campinas, Estado de São Paulo, envasadas ou não, para todos os elementos estudados, apresentaram níveis de concentração sempre abaixo dos limites impostos pela Legislação Brasileira. Evidenciando que as águas minerais dessa região são adequadas para consumo da população, no tocante ao teor de metais presentes nas mesmas. E, que as variações encontradas para as diferentes embalagens, para os elementos estudados, não comprometem a qualidade da água-ensvasada. As águas estudadas apresentaram valores baixos de metais, não se caracterizando como águas minerais por seu teor salino, mas sim pela radioatividade medida nas fontes.

AGRADECIMENTOS

Agradecemos ao supervisor de saneamento Marcos M. Seber pela coleta das amostras.

REFERÊNCIAS

- Ministério da Saúde - Comissão Nacional de Norma e Padrões para Alimentos (C.N.N.P.A.) - Resolução nº 25/76, Diário Oficial, 03 de fevereiro de 1977.
- V.A. Fassel e R.N. Kniseley - Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy, Anal. Chemistry, (1974), 46, 1110A
- A. Montaser e D.W. Golightly - Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry - VCH Publishers, Inc. 1ª ed., 1987, 660 p.
- Legislação Estadual (São Paulo), NTA 60 do Decreto nº 12.342 (1978).
- Ministério do Desenvolvimento Urbano e Meio Ambiente - Conselho Nacional do Meio Ambiente - Resolução nº 20/86, Diário Oficial, 30 de junho de 1986.

Os seguintes derivados de fenotiazina foram determinados: clorêto de fenotiazina, clorêto de 2-clorofenotiazina, clorêto de levopromazina, metanosulfonatodimetotiazina, utilizando-se o método da adição de  $Zn^{++}$ , com os níveis, respectivamente:  $16,0 \cdot 10^{-5} M \pm 0,05\%$ ;  $14,0 \cdot 10^{-5} M \pm 0,11\%$ ;  $16,0 \cdot 10^{-5} M \pm 0,11\%$ ;  $15,0 \cdot 10^{-5} M \pm 0,05\%$ .

Pelo método da oxidação prévia e redução polarográfica, os seguintes compostos foram obtidos: clorofenotiazina e clorêto de levopromazina, com determinação de  $25,0 M \pm 0,15\%$  e  $25,0 \cdot 10^{-5} M \pm 0,1\%$ , respectivamente. A exatidão de ambos métodos foi ao redor de 1%. Os métodos são simples, rápidos e sensíveis.

#### Agradecimentos

Jerzy Radecki agradece ao CNPq pela Bolsa de Pós-Doutoramento.

#### REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Farth, L., Hurbankova, M., *Ceskoslov. Farm.* (1976), **25**, 295
2. Oelschlager, H., *J. Electroanal. Chem.* (1963), **25**, 25
3. Basinska, H., Dembinski, K., *Acta. Pol. Pharm.* (1975), **32**
4. Basinska, H., J. Nowakowski, *Farm. Pol.* (1974), **923**

#### CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE ÁCIDO HÚMICO DE REGIÕES BRASILEIRAS

Vieira, E.M. e Rezende, M.O.O. - Instituto de Física e Química de São Carlos - USP - Departamento de Química e Física Molecular - 13.560 - São Carlos - SP - Brasil.

#### ABSTRACT

#### PHYSICAL-CHEMICAL CHARACTERIZATION OF HUMIC ACID FROM BRAZILIAN REGIONS

In this work, humic substances were extracted from soil samples from Pantanal (MT-Brasil) and peat from São Carlos (SP-Brasil) by using alkali solution under nitrogen gas. The purified humic acid was characterized by using spectroscopic methods. The chemical degradation was performed by alkali oxidation with  $CuO$ . The products were extracted with ethyl acetate, methylated with diazometane and then analyzed by mass spectrometry.

#### INTRODUÇÃO

A matéria orgânica dos solos, turfas e sedimentos consiste de produtos em vários estágios de decomposição que resultam da degradação química e biológica de resíduos de plantas e animais e da atividade sintética dos microorganismos. Esta matéria é classificada como substâncias húmicas, também chamada húmus, e substâncias não húmicas. As não húmicas são de natureza definida, como por exemplo: aminoácidos, carboidratos, proteínas e ácidos orgânicos, as substâncias húmicas são de estrutura química complexa.

Neste trabalho foram estudadas três amostras de ácido húmico, duas do Pantanal Matogrossense (MT), uma superficial e a outra extraída a 70 cm de profundidade e a terceira de turfa do Rio Mogi, região de São Carlos (SP), superficial.

#### PARTE EXPERIMENTAL

As substâncias húmicas foram extraídas utilizando-se

solução alcalina sob atmosfera de  $N_2$ , purificadas, liofilizadas e caracterizadas por métodos químicos e espectroscópicos.

A degradação química foi realizada por oxidação alcalina com óxido de cobre<sup>2</sup> e os produtos solúveis em acetato de etila foram metilados com diazometano<sup>3,4</sup> e analisados por CG/EM. Utilizou-se um cromatógrafo HP-5890 com detector seletivo de massa HP-5970, coluna capilar 25m x 0,2mm x 0,33µm. A temperatura foi programada de 30 a 300°C, com rampa de 5°C/min, injeção 0,5µl "splitless", temperatura do injetor e detector de 300°C.

#### RESULTADOS E DISCUSSÃO

O grau de pureza dos ácidos húmicos de turfa, do Pantanal superficial e do Pantanal a 70 cm de profundidade foi respectivamente de 97,58, 96,38 e 97,18%.

A figura 1 mostra o espectro dos ácidos húmicos na região do infravermelho. Bandas largas mal-definidas, são atribuídas à sobreposição na absorção ocasionada por vários grupos funcionais.

Por CG/EM foram obtidos os produtos de degradação mais prováveis. Os compostos 1,2 ácido, benzenodicarboxílico dimetil éster, 3 nitro 1,2 ácido benzenodicarboxílico e vários benzeno substituídos foram encontrados nas três amostras estudadas. Pode-se dizer que os ácidos húmicos têm uma estrutura similar mesmo sendo de origens ou de profundidades diferentes.

#### REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Stevenson, F.S. - "Biochemistry of the formation of Humic Substances" In *Humic Chemistry* New York, John Wiley Sons, 1982 - cap. 8, p.185-218.
2. Schnitzer, M. - *Soil. Biol. Biochem.*, 1974, **8**, 1.
3. Ortiz De Serra, M.T. & Schnitzer, M. - *Soil. Biol. Biochem.*, 1973, **5**, 287.
4. Schnitzer, M. & Desjardins, J.G. - *Can. S. Soil. Sci.*, 1964, **44**, 273.

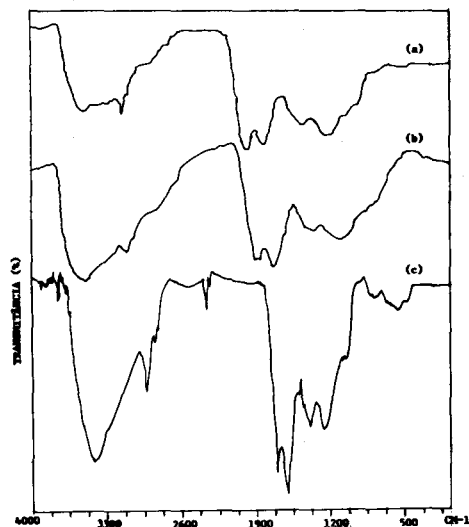


Fig. 1 - Espectros de absorção dos ácidos húmicos estudados na região de IV.

- (a) Pantanal superficial  
(b) Pantanal a 70cm  
(c) Turfa do Rio Mogi.