



Determinación de especies químicas adsorbidas en espuma de poliuretano por medio de evaluación colorimétrica utilizando un escaner y un computador personal

Roman Rodríguez*
David Luna**
Liliana Lalaleo***
Tatiana Gavilanez***

* *Universidad Técnica de Ambato*
Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos
roman_rodriguez@uta.edu.ec
** *Ingeniería en Alimentos*
*** *Estudiantes de Ayudantes de investigación en Alimentos*
Universidad Técnica de Ambato

RESUMEN

La espuma de poliuretano es un polímero sintético que presenta la cualidad de adsorber cuantitativamente sustancias orgánicas e inorgánicas. Esta versátil propiedad del polímero se puede utilizar para determinar la cantidad de un analito presente en una muestra acuosa, donde la concentración de la especie química adsorbida puede ser evaluada visualmente por medio de la comparación de color, o analíticamente, utilizando un espectrofotómetro de reflectancia difusa. Debido a la carencia del mencionado instrumento, se ha optado por utilizar un escáner y un computador personal como herramienta de análisis para la cuantificación de la intensidad de color de las especies adsorbidas. La intensidad de color se midió con el programa Adobe Photoshop, mientras que la evaluación analítica se la desarrolló con el programa Microcal Origin, el cual permitió elaborar las respectivas curvas de calibración por medio de la selección de canales de color. Las especies químicas seleccionadas como ejemplos de aplicación de la presente técnica han sido: nitritos, cloro libre, hierro y ácido ascórbico.

SUMMARY

Polyurethane foam, a synthetic polymer, has the characteristic of adsorbing organic and inorganic substances quantitatively. This property of the polymer can be used to determine the amount of an analyte in an aqueous solution, where the concentration of the adsorbed chemical species can be evaluated visually by means of color comparison, or analytically by means of a diffuse reflectance spectrophotometer. Due to the lackness of such instrument, it has been possible to use a desktop scanner and a PC as tools for evaluating the intensity of color of the adsorbed species. The intensity of color was measured with Adobe Photoshop Software, while the analytical evaluation was developed with Microcal Origin software, which allowed elaborating the calibration curves, selecting different color channels. The chemical species selected as sample for the application of the method were: nitrite, free chlorine, iron and ascorbic acid.

INTRODUCCIÓN

La espuma de poliuretano (PUF por sus siglas en inglés) presenta un especial interés en química analítica debido a sus características especiales como material adsorbente: alta eficiencia, versatilidad, estabilidad química, estabilidad mecánica, resistencia a solventes orgánicos, relativo bajo costo y amplia disponibilidad [1]. La excepcional propiedad de adsorción de este polímero se basa en su estructura molecular: la combinación de diferentes centros hidrofílicos e hidrofóbicos y la reactividad química de los grupos terminales toluídina [2]. La estructura química del PUF se muestra en la figura 1.

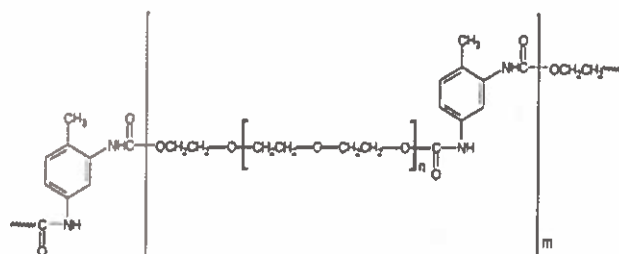


Fig. 1.- Estructura química del PUF

El PUF se utiliza en técnicas de separación, preconcentración y cuantificación de especies químicas orgánicas e inorgánicas en agua y aire [3]. La determinación del analito deseado puede ser hecha directamente sobre el material sólido por medio de espectroscopia de reflectancia difusa, luminiscencia y fluorescencia de rayos X; o indirectamente, luego de una remoción del analito del PUF con un solvente adecuado, por medio de espectroscopia molecular, espectroscopia atómica y cromatografía [4].

El presente método de determinación analítica se basa en la adsorción cuantitativa que presenta el PUF sobre varias especies químicas, tanto orgánicas como inorgánicas, ya sea por medio de un mecanismo de adsorción físico o químico. Se tomaron como base de desarrollo del método cuatro especies químicas: nitritos, cloro libre, hierro y ácido ascórbico.

Para nitritos y cloro libre, la adsorción es de tipo químico y se debe a la reacción directa entre el analito y los grupos terminales toluídina del polímero (5), como se indica en la figura 2.

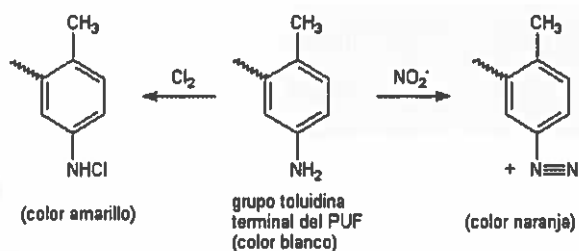
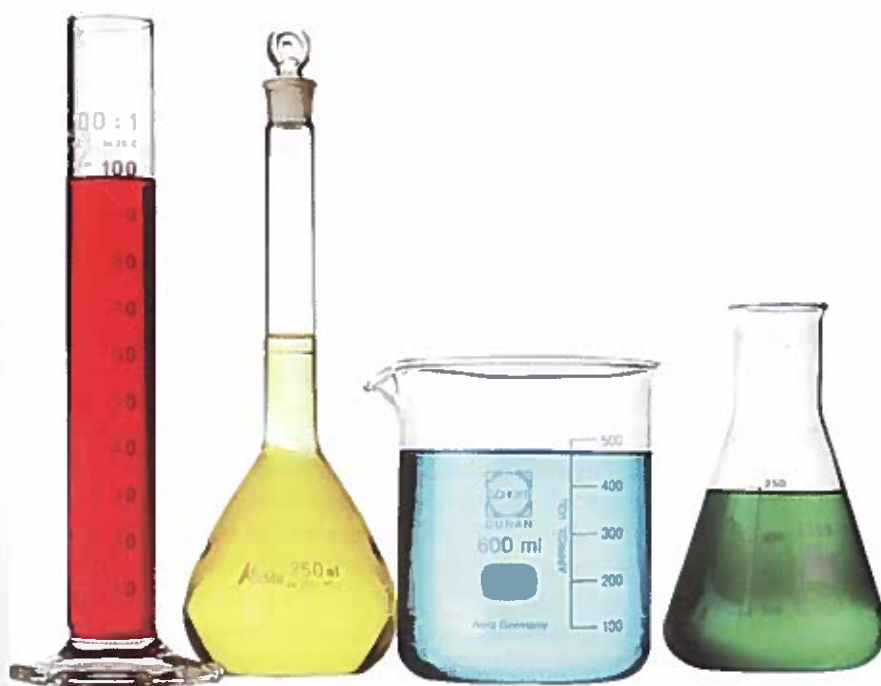


Fig. 2.- Adsorción química del PUF

Para el ácido ascórbico y el hierro, la adsorción es de tipo físico como resultado de interacciones electrostáticas y fuerzas de van der Waals entre la matriz del PUF y el producto de reacción del analito y el reactivo colorimétrico respectivo. Para el hierro, el color deriva de la reacción con la 1,10-fenantrolina y formación del complejo coloreado respectivo, el mismo que se adsorbe sobre el PUF (6).

En el caso del ácido ascórbico, el color deriva de la reducción que provoca sobre el ácido fosfomolibdico formando azul de molibdeno, que es la especie química adsorbida físicamente en el PUF. El análisis es posible ya que la cantidad de azul de molibdeno formado es proporcional a la cantidad de ácido ascórbico en la muestra (7).



PARTE EXPERIMENTAL

Preparación de discos de PUF.- Los discos de PUF de 25 mm de diámetro y 5 mm de espesor se prepararon con un sacabocados a partir de planchas encontradas en el mercado local. Los discos fueron lavados con ácido clorhídrico 1.0 M, luego con agua destilada hasta que ésta sea neutra y finalmente con acetona. Los discos fueron exprimidos entre hojas de papel filtro, dejados secar al aire y finalmente guardados en frascos de vidrio ambar.

Preparación de curvas de calibración.- Todas las soluciones analíticas fueron preparadas con reactivos grado p.a. y utilizadas inmediatamente. El agua fue desionizada con un sistema Mili Q.

Las curvas de calibración se prepararon directamente en los reactores de agitación a partir de soluciones stock por medio de dilución adecuada para obtener las concentraciones finales, como se indica en la tabla 1.

Tabla 1.- Curvas de calibración de especies químicas.

Reactor	Concentración final ($\mu\text{g/ml}$)			
	Nitrito	Cloro libre	Hierro	Acido ascórbico
A	0.00	0.00	0.00	0.00
B	0.25	0.50	0.25	50.00
C	0.50	1.00	0.50	100.00
D	1.00	2.00	1.00	300.00
E	2.00	3.00	1.50	500.00
F	3.00	4.00	2.00	700.00
G	4.00	5.00	3.00	900.00

Proceso de adsorción.- Una vez preparadas las curvas de calibración, se colocó en cada reactor de agitación un disco de PUF y se inició el proceso de adsorción de las especies químicas utilizando un agitador mecánico prototipo, diseñado específicamente para el presente estudio.

El tiempo de adsorción fue de 30 minutos a un ritmo de 20 rpm. Transcurrido el tiempo se retiraron los discos de PUF, se los exprimieron sobre hojas de papel filtro, se los dejó secar al aire, quedando listos para el proceso de evaluación de la intensidad de color.

Cuantificación de la intensidad de color.- Con el uso de un escáner CanoScan N656U a una resolución de 300 dpi se obtuvo la imagen digital de cada disco coloreado. Utilizando el programa Adobe Photoshop versión 10.0 se determinó la intensidad de color de las imágenes escaneadas a 5 canales diferentes: RGB, rojo, verde, azul y luminosidad. Para cada canal se procedió a graficar las variables concentración vs. intensidad, lo que permitió seleccionar el canal con menor intensidad luminosa. Con estos datos se procedió a elaborar la curva de calibración utilizando el programa Microcal Origin versión 6.0, una poderosa herramienta de análisis de datos.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Gráficos de las variables concentración vs. intensidad:

Nitrato: Como se observa en la figura 3, el canal que menor intensidad de reflexión presenta es el color azul, por lo tanto, es el que se selecciona para el análisis de regresión.

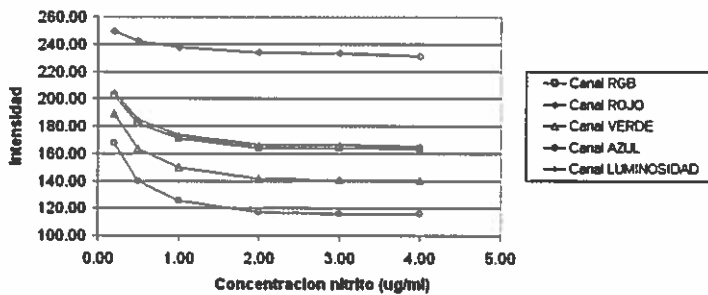


Fig. 3.- Canales de reflexión de color para nitrato.

Cloro libre: Como se observa en la figura 4, el canal que menor intensidad de reflexión presenta es el color azul, por lo tanto, es el que se selecciona para el análisis de regresión.

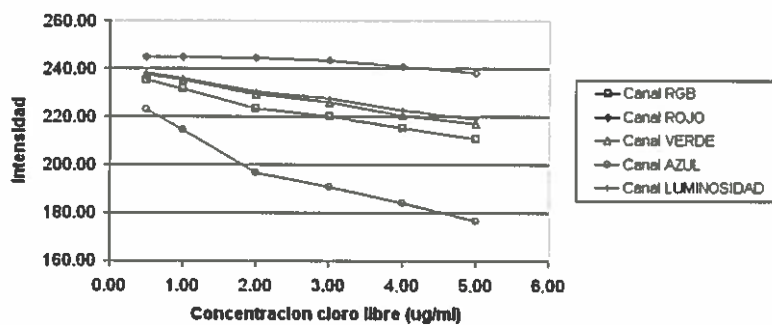


Fig. 4.- Canales de reflexión de color para cloro libre.

Hierro: Como se observa en la figura 5, el canal que menor intensidad de reflexión presenta es el color verde, por lo tanto, es el que se selecciona para el análisis de regresión.

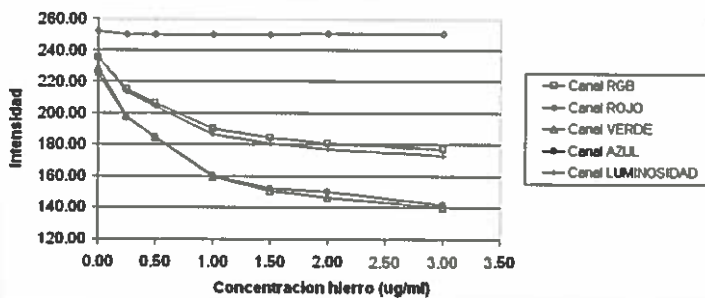


Fig. 5.- Canales de reflexión de color para hierro.



Ácido ascórbico: Como se observa en la figura 6, el canal que menor intensidad de reflexión presenta es el color rojo, por lo tanto, es el que se selecciona para el análisis de regresión.

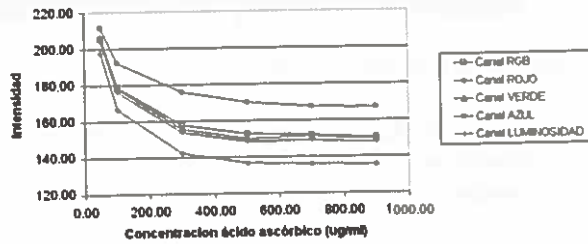


Fig. 6.- Canales de reflexión de color para ácido ascórbico.

El canal seleccionado para la preparación de las curvas de calibración fue aquel que presentó la menor intensidad, ya que este corresponde al color complementario que presentó el disco de PUF.

Análisis de regresión: En el análisis de regresión se indican los coeficientes de correlación, así como también las imágenes digitales de los discos de PUF para cada valor de concentración.

Nitrito:

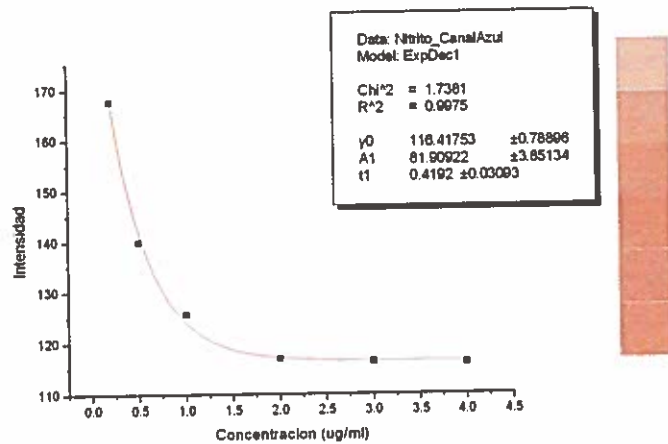


Fig. 7.- Curva de regresión para nitrito.

Hierro:

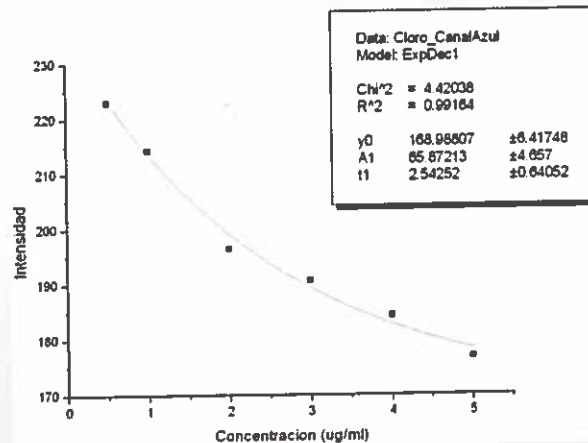


Fig. 8.- Curva de regresión para cloro libre.

Hierro:

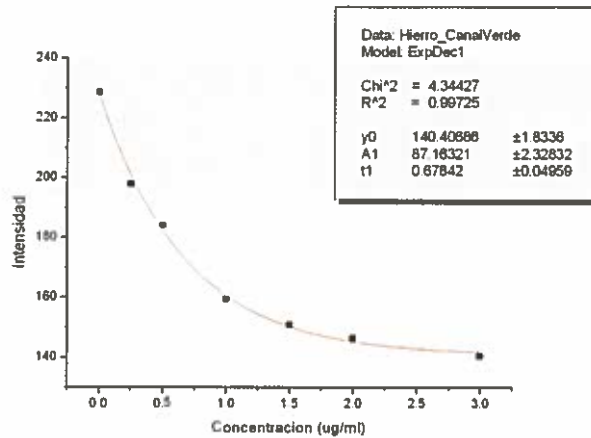


Fig. 9.- Curva de regresión para hierro.

Acido ascórbico:

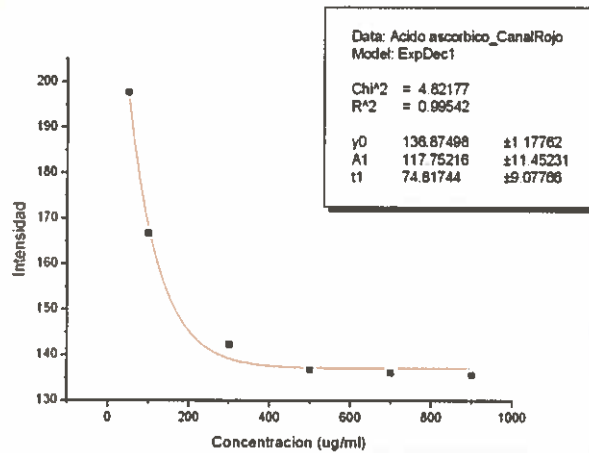


Fig. 10.- Curva de regresión para ácido ascórbico.

El análisis de las curvas de calibración demuestra la existencia de una regresión exponencial de primer orden. Esto es lógico de esperar ya que al emplear muestras sólidas no es la absorbancia lo que se evalúa sino la reflectancia, la cual, al igual que la transmitancia, presenta una regresión exponencial en función de la concentración. Esta es la diferencia con la espectrofotometría que utiliza soluciones, donde en base a la ley de Lambert-Beer, es la absorbancia la que presenta una relación lineal con la concentración.

El análisis de las curvas de calibración permite inferir que los rangos de análisis para las especies en estudio, bajo las condiciones experimentales empleadas son las indicadas en la tabla 2.

Tabla 2.- Rangos de análisis de especies químicas.

Especie química	Rango de concentración (µg/ml)
Nitrito	0 - 3.0
Cloro libre	0 - 5.0
Hierro	0 - 3.0
Acido ascórbico	0 - 500

CONCLUSIONES

La presente técnica analítica permite realizar determinaciones cuantitativas del contenido de determinados analitos en muestras acuosas prescindiendo de un espectrofotómetro, ya que en su lugar se utiliza un escáner y un computador personal.

La técnica presenta la aplicabilidad de poder ser utilizada en cualquier especie química que presente color, ya sea después de una reacción química con el PUF, o después de una reacción adecuada, siendo el único requerimiento que la especie química sea factible de ser adsorbida en el PUF.

Un aspecto importante a considerar en la presente técnica es que el rango de concentración está limitado a la capacidad de saturación que presenta el PUF, es decir, el punto en el cual el polímero deja de adsorber la especie química. Por otro lado, la determinación de los límites de detección a través del presente método necesita un número mayor de puntos de correlación en los rangos de concentración menores al punto de saturación del polímero.

El método es aplicable a cualquier tipo de muestra acuosa que contenga el analito en estudio. Desde el punto de vista económico, la presente técnica resulta muy atractiva, ya que la falta de recursos no sería un limitante para su aplicabilidad.

AGRADECIMIENTO

Agradecemos infinitamente a todos quienes hacen el Laboratorio de Análisis y Control de Alimentos (LACONAL) de la Universidad Técnica de Ambato, ya que nos permitieron utilizar sus instalaciones y desarrollar una parte importante del presente estudio.

REFERENCIAS

- 1.- Braun T, Navratil J, Farag A., POLYURETHANE FOAM SORBENTS IN SEPARATION SCIENCE, Ed. CRC Press, Boca Raton, USA, (2000).
- 2.- Dmitrienko S., Sviridova O., Pyatkova L. y Senyavin V., POLYURETHANE FOAMS AS SOLID CHROMOGENIC REAGENTS FOR DIFFUSE REFLECTANCE SPECTROSCOPY. Anal. Bioanal. Chem., 374, 361-368 (2002).
- 3.- Dmitrienko S., Pyatkova L., Medvedeva O., y Zolotov Yu., PRECONCENTRATION OF ORGANIC COMPOUNDS ON FOAMED POLYURETHANES: REGULARITIES AND EXAMPLES OF ANALYTICAL APPLICATION. Russ. J. Anal. Chem., 58, 614 (2003).
- 4.- Dmitrienko S. y Zolotov Yu., POLYURETHANE FOAMS IN CHEMICAL ANALYSIS: SORPTION OF VARIOUS SUBSTANCES AND ITS ANALYTICAL APPLICATIONS. Russ. Chem. Rev., 71, 159-174 (2002).
- 5.- Dmitrienko S., Sviridova O., Pyatkova L., Zhukova V. y Zolotov Yu., RAPID DETERMINATION OF FREE ACTIVE CHLORINE IN WATER BY DIFFUSE REFLECTANCE SPECTROSCOPY AFTER REACTION WITH POLYURETHANE FOAMS. Anal. Chim. Acta. 405, 231-237 (2000).
- 6.- Zenki M., Itoh H., Himeno S. y Yokohama T., VISUAL COLORIMETRY OF IRON (II)-1,10-PHENANTHROLINE AFTER PRECONCENTRATION ONTO POLYURETHANE FOAM. Bunseki Kagaku 52, 201-203 (2003).
- 7.- Dmitrienko S., Goncharova L., Zhigulev A., Nosov R., Kuzmin N. y Zolotov Yu., SORPTION-PHOTOMETRIC DETERMINATION OF ASCORBIC ACID USING MOLYBDOSILICIC HETEROPOLYACID AND POLYURETHANE FOAM AFTER MICROWAVE IRRADIATION. Anal. Chim. Acta. 373, 131-138 (1998).