



UNIVERSIDAD TÉCNICA DE MACHALA

``Calidad, pertinencia y calidez``

**UNIDAD ACADÉMICA DE CIENCIAS QUÍMICAS Y DE LA
SALUD**

CARRERA DE BIOQUÍMICA Y FARMACIA

**TRABAJO DE TITULACIÓN PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO
DE:**

BIOQUÍMICA FARMACÉUTICA

TEMA:

Análisis de los niveles de Arsénico en sedimento marino de Bajo Alto mediante Espectroscopia de Absorción Atómica utilizando Generación Electroquímica de especies volátiles como técnica de introducción de muestra, 2014.

AUTORA:

Andrea Stefania Caiminagua Capa

TUTORA:

Dra. Lenys Fernández Ph. D.

MACHALA – EL ORO – ECUADOR

2015

RESUMEN

Se desarrolló un sistema de generación electroquímica de especie volátil de arsénico (As), como técnica de introducción de muestra en Espectroscopia de Absorción Atómica (EAA), utilizando un espectrofotómetro de absorción atómica Shimadzu semiautomático AA-6300 (P/N 206-51800), útil en la determinación de arsénico en muestras de sedimento marino.

La celda de reacción diseñada, se basó en modificaciones realizadas a una celda electroquímica fabricada por el Laboratorio de Electroanálisis de la Universidad Simón Bolívar en Caracas-Venezuela, la cual puede ser fácilmente acoplada al espectrómetro a través de un separador gas-líquido. Se estudió el efecto del material catódico, corriente catódica, electrolito soporte y las posibles interferencias en el medio de reacción. Bajo condiciones óptimas, se obtuvo un límite de detección de 0.027 g L^{-1} (σ_3) para soluciones acuosas de As III con desviación estándar relativa 2.4%. La exactitud del método se verificó mediante la determinación de arsénico en un material de referencia certificado de Sedimento Marino (PACS-2 National Research Council of Canadá), optimizando un método de digestión de muestra basado en digestiones ácidas.

El análisis de muestras de sedimento marino de la comuna de Bajo Alto, arrojaron como resultado un contenido de As del 0.05 mg/Kg , siendo el límite permitido por la Organización Mundial de la Salud (OMS) de 5 mg/Kg .

Se concluye que el método optimizado es muy sensible para el análisis de dichas muestras, sin embargo los resultados obtenidos indica que sería muy adecuado para análisis de muestras biológicas y acuosas que requieran intervalos lineales de concentración de $0.1 - 40 \mu\text{g L}^{-1}$.

ABSTRACT

Developed a system of generation electrochemistry of volatile specie of arsenic (As), as sample introduction technique for an absorption spectrophotometer atomic (EAA) Shimadzu semiautomatic AA-6300 (P/N 206-51800), useful for the determination of arsenic in marine sediment samples.

The designed reaction cell was based on modifications made to a electrochemistry cell manufactured by the Laboratory of Electroanalysis of the Simon Bolivar University in Caracas-Venezuela. The cell can easily be coupled to the spectrometer via a gas-liquid separator. The characteristic of the cathode material, the volatile species generation efficiency and the possible interferences of some concomitants have been studied.

Calculated detection limit based on the variability of a blank solution ($3 s_b$ criterion) for ten measurements was 0.027 g L^{-1} with 2.4% relative standard deviation. The accuracy of the method was verified by the determination of arsenic (As) in a certified reference material of marine sediment (PACS-2 National Research Council of Canadá), optimizing method of digestion of sample digestion-based acid.

The analysis of samples of marine sediments of the commune of Bajo Alto, threw as a result a content of As from the 0.05 mg/Kg , being the limit allowed by the World Health Organization (OMS) 5mg/Kg .

It is concluded that the optimized method is very sensitive for the analysis of these samples, however the results obtained indicated that it would be very suitable for the analysis of biological samples and aqueous requiring linear intervals of concentration of $0.1- 40 \mu\text{g L}^{-1}$.