

Determinação simultânea de Co, Cu, Hg, Zn e Mn complexados com H₂TCPD utilizando UV-Vis e calibração multivariada

Emmanuel U. Lira Barros (IC)*, Ivson de C. Nino (PG), Dayvison R. Rodrigues (PG), Julio S. Rebouças (PQ), Sherlan G. Lemos(PQ). *eulb_95@hotmail.com

Departamento de Química, Universidade Federal da Paraíba – UFPB, Campus I, 58051-900, João Pessoa – PB.

Palavras Chave: espectrofotometria UV-VIS, calibração multivariada, PLS.

Introdução

Os seres vivos necessitam de pequenas quantidades de alguns metais incluindo Co, Cu, Mn, Mo, V, Sr, e Zn, para a realização de funções vitais no organismo. Porém, níveis elevados desses elementos podem ser extremamente tóxicos. Outros metais como o Hg, Pb e Cd não possuem nenhuma função no corpo humano e a sua acumulação pode provocar graves doenças. Este trabalho propõe um método de determinação simultânea de Hg(II), Cu(II), Zn(II), Co(II) e Mn(II) por espectrofotometria UV-VIS e calibração multivariada (mínimos quadrados parciais, PLS) empregando tetracarboxifenilporfirina (H₂TCPD) como agente complexante.

Resultados e Discussão

Inicialmente, seis analitos foram avaliados: Hg(II), Cu(II), Zn(II), Co(II) Pb(II) e Mn(II). Estudou-se a ordem de adição dos reagentes, sendo a ordem adequada: amostra (solução aquosa), tampão, metal, catalisador e porfirina. A otimização da complexação foi realizada de um planejamento fracionário 2⁴⁻¹, onde o pH 9 (tampão Tris-HCl), tempo e temperatura de aquecimento de 10 minutos e 80°C, respectivamente, e a concentração de 5x10⁻⁸ mol L⁻¹ do metal Cd como catalisador, foram as melhores condições indicadas. Um total de 25 amostras (75 em triplicata) foi empregado para construção do modelo de calibração por intermédio de um planejamento Brereton [1]. A concentração de porfirina empregada para construção e predição do modelo foi de 3x10⁻⁵ mol L⁻¹. A figura 1 apresenta os espectros obtidos a partir da execução do planejamento de calibração. Pode-se observar a presença de intensas bandas de Soret (próximo de 400 nm) e fracas bandas-Q (insert da Fig.1) resultantes da sobreposição entre as bandas dos complexos individuais presentes na solução. Os modelos PLS tiveram seus números de fatores estimados por validação cruzada *leave-one-out*. Um conjunto de predição de 16 amostras sintéticas contendo os seis cátions em concentrações aleatórias (dentro da faixa de concentrações do conjunto de calibração) foi usado para avaliar o desempenho dos modelos. Na tabela 1 encontram-se os valores das principais figuras de mérito, e

através dela observa-se que é possível a determinação simultânea de Mn, Zn, Hg Co e Cu.

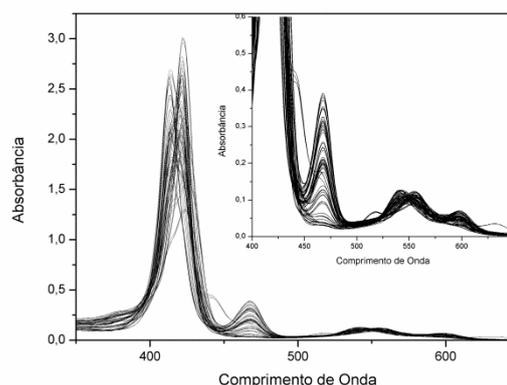


Figura 1. Espectros dos 25 experimentos do planejamento Brereton em triplicata

Tabela 1. Figuras de mérito

Cátions	Mn ²⁺	Pb ²⁺	Zn ²⁺	Hg ²⁺	Co ²⁺	Cu ²⁺
Faixa calibração (μmol L ⁻¹)	0,1-5	1-10	1-5	1-10	1-10	1-6
RMSECV	0,22	1,98	0,31	1,16	0,98	0,10
RMSEP	0,30	1,50	0,28	0,98	0,93	0,14
R	0,99	0,87	0,98	0,94	0,94	0,99
Nº Fatores	7	2	4	11	10	10

Conclusões

Dos seis metais avaliados, apenas para o Pb²⁺ não foi possível a determinação dada a característica competitiva entre Pb, Hg e Cd, que podem atuar como catalisadores nas reações de metátese. Os resultados atestam a potencialidade da determinação simultânea de cinco metais com H₂TCPD em matrizes aquosas de baixa complexidade.

Agradecimentos

CAPES

1. Brereton, R. G. *Chemometrics: data analysis for the laboratory and chemical plant*. 2003, 489p.