

Otimização com Matriz de Doehlert de método espectrofotométrico inverso para determinação de EDTA

Laurence Souza Vieira (PG), Carlos Eduardo Oliveira Andrade (PG), Maria Eliana Lopes Ribeiro de Queiroz (PQ); Antônio Augusto Neves (PQ), André F. Oliveira (PQ)*

Universidade Federal de Viçosa, Av. Prof. P.H.Rolfs, s/n, 36570-000

Palavras-chave: Matriz de Doehlert, EDTA, espectrofotometria inversa, complexo Fe(II)-o-fen.

Introdução

O EDTA (ácido etilenodiaminotetraacético) é um importante quelante muito utilizado em Química Analítica e em Biologia Celular. Também pode estar presente em diversos produtos de uso diário, como por exemplo, shampoos. Devido ao seu amplo uso, ele tem sido considerado um poluente orgânico emergente, por poder interferir em diversos processos ambientais e fisiológicos. Assim, nesse trabalho foi desenvolvido um método espectrofotométrico inverso (descolorimetria) baseado na competição do EDTA (que forma um complexo que não absorve em 520 nm) e da 1,10-fenantrolina (que forma um complexo com elevada absorvidade molar nesse comprimento de onda), pelo Fe(II). A sua otimização foi realizada com planejamento experimental baseado na Matriz de Doehlert de 3 variáveis.

Resultados e Discussão

Foram otimizadas as variáveis pH (entre 4 e 9, com 7 níveis), as concentrações de Fe(II) (entre 50 e 200 $\mu\text{mol L}^{-1}$, com 5 níveis) e de 1,10-fenantrolina (o-fen) (entre 50 e 200 $\mu\text{mol L}^{-1}$, com 3 níveis). As três variáveis foram importantes na otimização e foi utilizado um modelo de regressão múltipla tipo *stepwise* para avaliar a importância de cada termo do modelo sobre a resposta utilizada (sensibilidade analítica em 520 nm), juntamente a análise de resíduos. O modelo obtido foi $S = -0,015.c(\text{o-fen})^2 - 0,050.p\text{H} - 0,030.c(\text{o-fen}).c[\text{Fe(II)}] - 0,015.c[\text{Fe(II)}].p\text{H} + 0,015.p\text{H}$, com $R^2 = 0,9924$ e desvio padrão do resíduo de $0,003 \text{ L mol}^{-1}$.

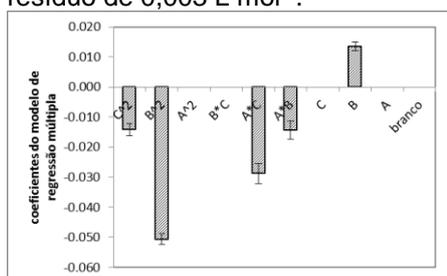


Figura 1- Coeficientes do modelo de otimização por regressão múltipla linear tipo *stepwise*.

O ponto ótimo foi obtido a partir de uma simulação computacional do modelo utilizando 21000 pontos aleatoriamente selecionados na região de estudo, uma vez que não foi possível sua identificação através dos critérios de Lagrange.

Assim, a condição ótima encontrada foi: concentração de Fe(II) é igual a $5,0 \mu\text{mol L}^{-1}$, concentração de orto-fenantrolina é igual a $5,1 \mu\text{mol L}^{-1}$ e o valor de pH igual a 4,0, em presença de tampão acetato $0,018 \text{ mol L}^{-1}$. Nessa condição, na ausência de EDTA, há cerca de 20% de íon Fe(II) livre e cerca de 80% do complexo $\text{Fe}(\text{o-fen})_3^{2+}$ no meio. A simulação completa do sistema proposto não é trivial, ressaltando assim a importância do planejamento experimental com a matriz de Doehlert. As figuras de mérito foram obtidas para a condição ótima, de maneira que o modelo da curva analítica foi $A = 0,1383 - 0,0052.C/\mu\text{mol L}^{-1}$, com $R^2 = 0,993$ e estimativa do desvio padrão dos resíduos igual a $0,0034 \text{ L mol}^{-1}$, na faixa analítica de 0,98 a $20 \mu\text{mol L}^{-1}$. Os limites de detecção e de quantificação foram 0,29 e $0,98 \mu\text{mol L}^{-1}$, respectivamente. A repetitividade ($N = 7$; $1 \mu\text{mol L}^{-1}$) foi de 3,8%. No estudo de concomitantes, utilizando 5,0 e $20,0 \mu\text{mol L}^{-1}$ de EDTA, foi observada, como esperado, a interferência de metais de transição na proporção máxima de 10:1. Dessa maneira, foi utilizada uma coluna Chelex® 100, diminuindo a interferência para 100:1. Atualmente, a pré-concentração de EDTA em formas catiônicas no pH 2,0 e a determinação de EDTA em solo estão sendo realizadas.

Conclusões

O uso do planejamento do experimento utilizando a matriz de Doehlert foi importante para permitir o estudo do sistema em uma ampla faixa de pH, sem, contudo, afetar negativamente o número de experimentos. Nas condições ótimas, o método apresentou características interessantes para a sua aplicação na análise de solos.

Agradecimentos

Agradecemos à FAPEMIG e CNPq pelo apoio.