

DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO ANALÍTICO PARA DETERMINAÇÃO SIMULTÂNEA DE FERRO II E FERRO III POR ESPECTROFOTOMETRIA DERIVATIVA

Ana Cristina dos Santos Costa (Bolsista do PIBIC/UFPI), Jacira Izidorio de Moura (Colaboradora – IFMA), Graziella Ciaramella Moita (Orientadora Depto. De Química- UFPI)

INTRODUÇÃO

O ferro é um elemento essencial para quase todos os seres vivos. (ALMEIDA et al., 2004) A deficiência desse elemento no organismo pode levar à anemia, a qual se desenvolve lentamente, depois de esgotadas as reservas de ferro no corpo e na medula óssea. Há várias formas de se combater a deficiência de ferro, através de alimentos ricos em ferro ou em outros casos é necessária uma suplementação através de medicamentos como sulfato ferroso. (SHIBUKAWA et al., 2008)

É importante não só o conhecimento do teor de ferro total nos medicamentos, mas também de ferro II e ferro III, pois o íon ferroso é absorvido mais eficientemente pelo organismo. O ferro, nesses dois estados de oxidação, pode formar complexos que absorvem radiação na região do visível, porém os espectros de ambos absorvem na mesma região espectral, inviabilizando a quantificação por espectrofotometria.

A espectrofotometria derivativa permite a separação de sinais espectrais. Ela consiste na representação da razão da variação da absorbância com o comprimento de onda, em função do comprimento de onda. Nessas condições a lei de Lambert-Beer continua sendo obedecida, ou seja, a derivada é proporcional à concentração do analito (ROLLEMBERG, 2006., MOURA; MOITA., 2012 TALSKEY., 1994)

Esse trabalho propõe o uso da espectrofotometria derivativa para a separação dos sinais espectrais, e assim se realizar a quantificação de Fe II e Fe III, sem a separação prévia dos íons.

METODOLOGIA

Foram usados a 1,10 fenantrolina para complexação de Fe II e salicilato (Sal^{2-}) e tiocianato como complexantes para Fe III. Estudou-se o pH adequado para a quantificação dos dois íons.

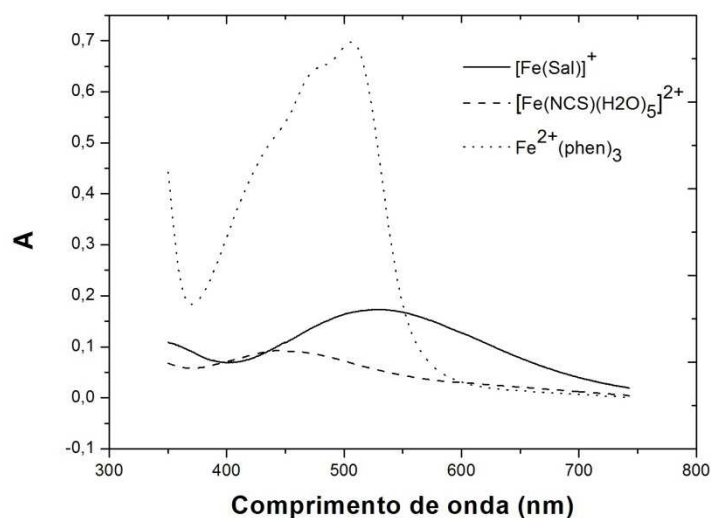
Os espectros de ordem zero e suas respectivas derivadas (1ª a 4ª ordem) foram obtidos na região do visível, empregando-se o espectrofotômetro Hitachi U-3000 com abertura de fenda de 2 nm, utilizando cubeta de quartzo com caminho óptico de 1,0 cm. Os espectros das derivadas foram obtidos derivando-se os espectros de ordem zero dos complexos $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$, $[\text{Fe}(\text{Sal})]^+$ e $[\text{Fe}(\text{NCS})(\text{H}_2\text{O})_5]^{2+}$ nas quatro ordens, em $\Delta\lambda = 10 \text{ nm}$, e aplicando em seguida a suavização dos mesmos. As concentrações de Fe II e Fe III para estudo foi relativo há 5 mg L^{-1} .

Utilizando o método do *zero crossing*, para separação dos sinais espectrais, determinou-se os comprimentos de onda de anulação para os componentes da mistura de $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$ e $[\text{Fe}(\text{Sal})]^+$ e da mistura $[\text{Fe}(\text{NCS})(\text{H}_2\text{O})_5]^{2+}$ e $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 apresenta os espectros de ordem zero para os três complexos, em pH 4. Os espectros individuais se somam e geram a linha espectral da amostra, é evidente a sobreposição acentuada dos mesmos.

FIGURA 1 - Espectros de absorção de ordem zero das soluções dos complexos $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$ e $[\text{Fe}(\text{NCS})(\text{H}_2\text{O})_5]^{2+}$ e $[\text{Fe}(\text{Sal})]^+$ de ferro III e ferro II a 5 mg L^{-1} em pH 4



As melhores condições de análise foram: pH 4, primeira ordem de derivada e $\Delta\lambda = 10$. O íon Fe II pode ser analisado no comprimento de onda *zero crossing*, em que ocorre a anulação do sinal do complexo formado por Fe III, e Fe III pode ser analisado no comprimento de onda *zero crossing* do complexo formado por Fe II.

Os comprimentos de onda *zero crossing*, para os complexos, foram os seguintes: 515 nm ($[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$), 525 nm ($[\text{Fe}(\text{Sal})]^+$) e 446 nm ($[\text{Fe}(\text{NCS})(\text{H}_2\text{O})_5]^{2+}$). Dessa forma, Fe III sempre será analisado em 515 nm. Se o agente complexante for o salicilato, Fe II será analisado em 525 nm e se o complexante for tiocianato, a análise deve ser realizada em 446 nm.

Estudos posteriores mostram que a 1,10 fenantrolina reage também com Fe III além disso salicilato e tiocianato também reagem com Fe II, o que resultando em interferência que não pode ser eliminada pelo método proposto.

CONCLUSÃO

- Na primeira ordem de derivada, com $\Delta\lambda = 10$, foi possível selecionar comprimentos de onda adequados para a análise de Fe II e Fe III, simultaneamente.
- Os três complexantes reagiram tanto com Fe II como com Fe III, o que inviabilizou a análise por espectrofotometria derivativa.

Apoio: CNPq e CAPES

REFERÊNCIA

ALMEIDA, C. A. N.; RICCO, R.G.; CIAMPO, L. A. D, SOUZA, A.M.; PINHO, A.P.; OLIVEIRA, J.E.D. Fatores associados a anemia por deficiência de ferro em crianças pré-escolares brasileiras. **J Pediatr. (Rio J.)**, v. 80, n. 3, 2004.

MOURA, J.I.; MOITA, G.C. Determinação simultânea de olanzapina e cloridrato de fluoxetina em formulações farmacêuticas por espectrofotometria derivativa. **Quim. Nova**, v. 35, n. 3, p. 627-633, 2012.

ROLLEMBERG, M. C. E.; VIDOTTI, E. C.; Espectrofotometria derivativa: uma estratégia simples para a determinação simultânea de corantes em alimentos. **Quim. Nova**, 29, 2006, 230.

SHIBUKAWA, A. F.; DA SILVA, E. M. K.; CHIKI, W. A.; STRUFALDI, M. W. L.; PUCCINI, R. F. Prophylaxis for iron deficiency anemia using ferrous sulfate among infants followed up at a primary healthcare unit in the municipality of Embu-SP (2003/2004). **Sao Paulo Med J.**, v. 126, n. 2, p. 96, 2008.

TALSKY, G. *Derivative Spectrophotometry*. Weinheim: VHC, 1994. 228 p.

Palavras- chaves: ferro II. ferro III. espectrofotometria derivativa.