

APLICAÇÃO DE ACETG NA DETERMINAÇÃO UV-ESPECTROFOTOMÉTRICA DE BISMUTO EM PRODUTO FARMACÊUTICO.

Edisson Anzolin Filho, José Adriano Kielling e Ayrton Figueiredo Martins* - Departamento de Química da Universidade Federal de Santa Maria

ABSTRACT

APPLICATION OF CYCLOHEXILIDEN-BIS(THIOGLYCOLIC) ACID (CHTGA) IN UV-SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF BISMUTH IN PHARMACEUTICAL PRODUCTS.

CHTGA was prepared from cyclohexanone and thio-glycolic acid. Its applicability to spectrophotometry of the metal Bi^{3+} was studied. The performance of the proposed method was evaluated based on the analysis of real samples of Bi-product, as well as on comparison with complexometry and furnace atomic absorption spectroscopy.

INTRODUÇÃO

O enxofre, presente na estrutura de ácidos policarbo-xílicos, tem uma grande reatividade como ácido mole e, consequentemente, uma grande afinidade para com cátions, do tipo $\text{Hg}(II)$, $\text{Ag}(I)$, $\text{Cu}(II)$, $\text{Bi}(III)$, $\text{Pd}(II)$ ^{1,2}. A partir de cetonas cíclicas pode-se chegar a tioacetals de ácido tioglicólico com características de bases moles variáveis, em função da maior ou menor tensão do anel^{3,4}.

O derivado correspondente da ciclohexanona, ácido ciclohexilideno-bis(tioglicólico) (ACETG), demonstrou elevada tendência à formação de complexo, relativamente estável, com o íon Bi^{3+} ; por este motivo, foi escolhido para este trabalho.

Estudo espectrofotométrico anterior, de reação de complexação de bismuto com ácido tioglicólico, demonstrou que há formação de complexo estável, incolor, na faixa de pH 2-8, com uma relação metal:ligante 1:1 e com um máximo de absorvância em 320 nm⁵.

Com exceção dos trabalhos de PITOMBO^{1,6}, NAPOLI^{7,8} e de MARTINS et al.^{3,4}, que estudaram a aplicação de tiocompostos à espectrofotometria de metais, muito pouco se encontra na literatura sobre este tema. A faixa do ultra-violeta, sabidamente, é muito sensível à interferências; o uso de reagentes orgânicos seletivos, entretanto, pode permitir o desenvolvimento de métodos espectrofotométricos de utilidade.

METODOLOGIA

A preparação do ACETG foi realizada a partir dos reagentes puros, ciclohexanona e ácido tioglicólico, à temperatura inferior à 40 °C, sob catálise ácida (gotas de HCl conc.) e sob boa agitação³. As características espectrofotométricas do complexo do ACETG com Bi^{3+} foram comprovadas pelos métodos das variações contínuas, de razão molar e de razão das tangentes, com auxílio de computação (programa estatístico Grapher). A estabilidade do complexo foi verificada pelo método da diluição e, a constante de estabilidade (Ke), pelo método das razões molares. As condições ótimas para a determinação espectrofotométrica do complexo ACETG/ Bi^{3+} podem ser vistas na Tabela I. Os aparelhos utilizados foram: espectrofotômetro UV-vísivel Perkin Elmer 124, espectrofotômetro infravermelho Perkin Elmer 599B, espectrofotômetro de absorção atômica Perkin Elmer 3030 (HGA 400) e espectrômetro de ressonância magnética nuclear de ¹H e ¹³C Brucker AC80.

DISCUSSÃO DOS RESULTADOS E CONCLUSÃO

O ACETG é solúvel em mistura água/etanol, bem como seu complexo com Bi^{3+} . As características físicas e espectrais do ligante foram descritas em outro artigo³. Foi confirmado que, variando-se a temperatura do complexo ACETG/ Bi^{3+} em uma faixa de 10 a 50 °C, não se observa nenhum deslocamento significativo do $\lambda_{\text{ótimo}}$, nem mudança apreciável no valor da absorvância molar. O $\lambda_{\text{ótimo}}$ 280 nm foi escolhido por constituir ponto de inflexão da curva e, o pH_{ótimo} 2,7, porque permite máxima absorvância para o complexo, sem interferência do íon bis-

muta livre. Não foi possível obter-se cristais definidos da solução do complexo e, portanto, a determinação da estrutura no estado sólido ficou prejudicada.

A razão molar metal-ligante, em pH_{ótimo} de 2,7, foi determinada como 2:1, confirmando dados da literatura para complexos semelhantes⁵. A estabilidade do complexo, em solução, é apreciável (Tabela I).

TABELA I - CONDIÇÕES PARA A DETERMINAÇÃO ESPECTROFOTOMÉTRICA DO COMPLEXO ACETG/ Bi^{3+}

CONDIÇÕES	ACETG/ Bi^{3+}
Relação Molar	2:1
Solventes [†]	água/etanol
pH _{ótimo}	2,7
$\lambda_{\text{ótimo}}$ (nm)	280
$\epsilon_{\text{ótimo}}$ (mol.l ⁻¹ .cm ⁻¹)	2400
Ke (1,0x10 ⁻⁸ M)	1,81
Lei de Beer*	8,5 - 50,4
C _{mínima} (1,0x10 ⁻⁵ M)	2,08
Erelativo (%)	5,9
Redução da Polaridade do solvente	$\Delta\epsilon_{\text{ótimo}} = 0$

[†] 10% etanol

* Intervalo (em ug/ml) de verificação

Na determinação de interferentes para o método espectrofotométrico constatou-se que um pequeno número de íons, relativamente, pode constituir sério problema: p.ex. Cu^{2+} , Co^{2+} , Fe^{3+} , cromato e sulfato; porém, quando necessário, com adequado procedimento de separação prévia, as interferências podem ser afastadas.

A aplicação do ACETG à titulação e à análise espectrofotométrica de Bi^{3+} , em produto farmacêutico (Cutisanol), permite concluir que os resultados são comparáveis aqueles obtidos por complexometria com EDTA e por espectroscopia de absorção atômica em forno de grafite (Tabela II). A precisão e a reprodutibilidade do método espectrofotométrico ACETG/ Bi^{3+} , na análise de amostra real, é excelente.

O método espectrofotométrico ACETG/ Bi^{3+} sendo, relativamente, simples, de baixo custo, de boa seletividade, sensibilidade e exatidão, pode ser recomendado, portanto, como alternativo para a análise espectrofotométrica de bismuto.

TABELA II - ANÁLISE DE AMOSTRA REAL: DETERMINAÇÃO DE BISMUTO

Método	Massa de Bismuto Encontrada	
	g	Recuperação (%)
Complexometria com EDTA	0,041	91,1
Titulação Fotométrica com ACETG	0,047	104,4
Espectrofotometria com ACETG	0,046	102,2
Espectroscopia de Absorção Atômica/Forno de Grafite	0,042	93,3
Valor Referido	0,045	100,0

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 - PITOMBO, L.R.M. (1972), Anal. Chim. Acta 61, 102-103.
- 2 - NAPOLI, A. (1978), Ann. Chim. 68, 363-370.
- 3 - ANZOLIN FILHO, E. & MARTINS, A.F. (1989), Ciência e Natureza (UFSM) 11: 68-78.
- 4 - KIELLING, J.A., ANZOLIN FILHO, E. & MARTINS, A.F. (1991), An. Acad. Brasil. Ciênc. (entregue para publicação).
- 5 - KARADAKOV, B.P. & POPOVA, S.A. (1974), Khim. Ind. 26(2), 49-52.
- 6 - PITOMBO, L.R.M. (1989), Anal. Chim. Acta 218, 158-161.
- 7 - NAPOLI, A. & PAOLILLO, M. (1978), Mikrochim Acta 2, 197-301.
- 8 - NAPOLI, A. (1978), Ann. Chim. Acta 68, 363-370.