

Planejamento e análise de experimentos para a otimização e aplicação de um eletrodo de filme de bismuto para a determinação de pesticida

Vagner B. dos Santos* (PG), Thiago B. Guerreiro (PG), Luiz C. S. de Figueiredo Filho (IC), Bruno C. Genegitz (PG), Orlando Fatibello Filho (PQ), Ronaldo C. Faria (PQ) *e-mail: vagnerlaqa@gmail.com

Universidade Federal de São Carlos – Departamento de Química, Caixa Postal 676, 13560-970, São Carlos – SP

Palavras Chave: Planejamento fatorial, Filme de bismuto, Pesticida.

Introdução

A quimiometria é uma importante ferramenta que utiliza a estatística e a matemática para auxiliar as interpretações químicas de diversos experimentos, visando a otimização das variáveis envolvidas¹. Neste trabalho, um planejamento fatorial foi aplicado no intuito de otimizar as melhores variáveis envolvidas na construção de um novo sensor eletroanalítico à base de bismuto visando a substituição dos convencionais eletrodos de mercúrio que apresentam elevado nível de toxicidade². O sensor será aplicado para a determinação de pesticidas paraquat.

Resultados e Discussão

Primeiramente, foi realizada uma voltametria cíclica para estudar a região de potencial mais apropriado para depositar o filme de bismuto sobre Cu, Fig. 1.

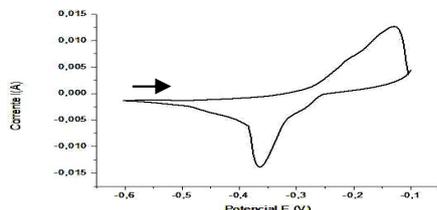


Fig. 1- Voltamograma cíclico da solução do filme de bismuto (bismuto $2,0 \times 10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$ e citrato de sódio $1,0 \times 10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$ em meio de ácido clorídrico $0,1 \text{ mol L}^{-1}$). Velocidade de varredura 6 mV s^{-1} , pulso 1 mV , número de varredura = 1.

As variáveis, potencial de deposição (1) e tempo de deposição (2) foram estudadas nos níveis -280 e -300 mV, 200 e 300 s, respectivamente. Concentração de HCl (3) nos níveis 0,1 e 2,0 mol L^{-1} , concentração de citrato de sódio (4) nos níveis 0,01 e 0,15 mol L^{-1} também foram estudados para a construção do filme. A quinta variável é o tipo de eletrólito suporte, solução tampão acetato ou fosfato nos níveis de pH 3,0 e 4,5. Tem-se portanto, cinco variáveis a estudar em duas situações distintas. A técnica de voltametria de pulso diferencial com amplitude de pulso 40 mV, largura de pulso 0,03 s e velocidade de varredura de $7,5 \text{ mV s}^{-1}$ foi aplicada numa solução de concentração fixa de paraquat ($40 \mu\text{mol L}^{-1}$). Um planejamento fracionário 2^{5-1} foi elaborado e

os valores de efeitos¹ calculados em cada situação, conforme visto nas Fig.(s) 2 e 3.

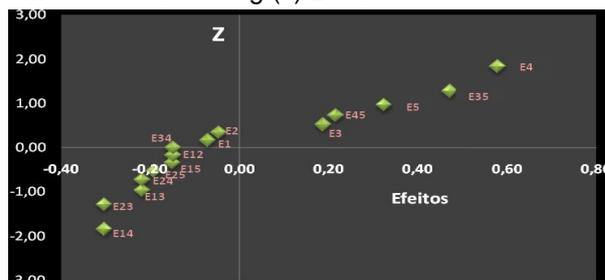


Fig.2- Gráfico dos efeitos para o planejamento fracionário 2^{5-1} com eletrólito suporte tampão acetato.

Os efeitos das variáveis 1 e 2 são pouco importantes, pois passam próximo ao eixo de probabilidade zero. As variáveis 4 e 5 contribuem muito para uma melhor resposta do filme produzido.

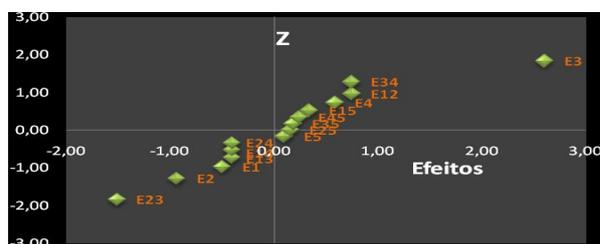


Fig.3- Gráfico dos efeitos para o planejamento fracionário 2^{5-1} com eletrólito suporte fosfato.

Observe que neste caso as variáveis mais importantes são 2, 3 e a combinação dos efeitos 23 e as demais passam próximo ao zero e tem pouca importância estatística.

Conclusões

O planejamento revelou quais variáveis são as mais importantes na confecção dos eletrodos de filme de bismuto destinados a determinação do pesticida paraquat. Citrato de sódio $0,15 \text{ mol L}^{-1}$ e pH 4,5 para o tampão acetato tiveram efeitos positivos. Tempo de deposição (280 s) com efeito negativo e concentração de ácido clorídrico 2 mol L^{-1} teve efeito positivo no caso de solução de fosfato.

Agradecimentos

CAPES, CNPq e FAPESP.

1.Barros-neto, B. de, et al;Editora da Unicamp. 2003.
2.Wang, J. et al. Anal. Chem., 2000. 72, 3218-3222.