

Planejamentos experimentais para análise direta de boro empregando voltametria de pulso diferencial

Roselaine Calzavara da Cunha (PG)*, Efraim Lázaro Reis (PQ), Antônio Augusto Neves (PQ), Reinaldo Francisco Teófilo (PQ), César Reis (PQ). *rccunhajf@gmail.com

Laboratório de Instrumentação e Quimiometria, Departamento de Química, Universidade Federal de Viçosa.

Palavras Chave: boro, voltametria, quimiometria.

Introdução

O boro é um importante micronutriente para as plantas e é essencial para o seu desenvolvimento. Entretanto, seu efeito benéfico ocorre apenas em pequenas concentrações, podendo ser tóxico ou mesmo letal quando em excesso. Como sua concentração varia de espécie para espécie e a relação entre deficiência e toxicidade é muito estreita são necessárias técnicas eficientes para sua determinação.

A determinação de boro é uma das mais complexas entre os elementos químicos. Várias técnicas analíticas estão disponíveis sendo oriundas principalmente de métodos fluorimétricos e espectrofotométricos.

Uma alternativa interessante e ainda pouco difundida na literatura é a determinação de boro por técnicas voltamétricas, após sua complexação com espécies eletroativas, como por exemplo, vermelho de alizarina S (VAS).

O objetivo deste trabalho foi empregar planejamentos experimentais para a otimização de um método para determinação direta de boro à nível de traço utilizando a técnica de voltametria de pulso diferencial (VPD) com eletrodo de mercúrio de gota pendente (HMDE)¹.

Resultados e Discussão

Os experimentos foram realizados em um analisador voltamétrico modelo 797 VA Computrace da Metrohm® operando com HMDE como eletrodo de trabalho, um eletrodo de referência de Ag/AgCl e um eletrodo auxiliar de platina.

O procedimento padrão nas medidas voltamétricas do complexo VAS-B consistiu da adição na célula voltamétrica de 1,00 mL de EDTA 0,1 mol L⁻¹, 5,00 mL do eletrólito de suporte ácido acético/hidróxido de amônio 0,2 mol L⁻¹ e 4,00 mL de água. Após tempo de purga de 300 s, 100 µL de VAS 1 µmol L⁻¹ e 3,92 mg L⁻¹ foram adicionados e o complexo VAS-B formado apresentou um pico voltamétrico anódico em -0,473 V.

Com a finalidade de definir quais variáveis afetam significativamente a resposta voltamétrica foi realizada a triagem das variáveis: pH, potencial de acumulação (PA), tempo de acumulação (TA),

amplitude de pulso (AP), tempo de pulso (TP), incremento de voltagem (IV) e incremento de tempo (IT) empregando um planejamento saturado do tipo Plackett-Burman. Posteriormente à análise dos resultados, realizou-se o planejamento composto central (CCD – Central Composite Design) 2³ com as variáveis que apresentaram efeito significativo pH, AP e velocidade de varredura (v) para obtenção do maior sinal analítico do eletrodo HMDE, sendo as demais mantidas em valores fixos.

A variável velocidade de varredura foi inserida como parâmetro para otimização no CCD por ser a razão entre as variáveis: incremento de voltagem e incremento de tempo. Como o IV foi significativo e o IT foi não significativo, variando apenas o fator IV, diferentes valores de velocidade de varredura foram obtidos.

As melhores respostas voltamétricas foram verificadas quando utilizados pH 7,2, tempo de pulso de 10 ms, amplitude pulso de 50 mV e velocidade de varredura de 6,2 mV s⁻¹. Os parâmetros, potencial de acumulação e tempo de pulso, foram fixados em -800 mV s⁻¹ e 0 s, respectivamente.

Com os parâmetros otimizados, o sinal voltamétrico do complexo mostrou-se linearmente dependente da concentração em uma faixa de 0,05 a 1,47 mg L⁻¹ (n = 10). Os limites de detecção e quantificação obtidos foram 9,72 e 32,4 µg L⁻¹, respectivamente. O desvio padrão relativo (RSD) foi de 3,21% para uma solução padrão de 40 µg L⁻¹ (n = 5).

Conclusões

Pelos resultados obtidos no presente trabalho, a metodologia otimizada empregando voltametria de pulso diferencial para determinação de boro mostrou-se eficiente, simples e rápida, e ainda, com melhor sensibilidade, limites de detecção e quantificação se comparados aos relatados na literatura utilizando a mesma técnica.

Agradecimentos

CNPq e FAPEMIG.

¹ Cunha, R.C.; Viçosa: 2010. 63p. Dissertação (Mestrado em Agroquímica) – Universidade Federal de Viçosa, UFV, 2010.