

Estudo do bloqueio da resposta eletroquímica por compostos fenólicos empregando o planejamento saturado de Plackett-Burman

Reinaldo Francisco. Teófilo (PG)*, Márcia Miguel Castro Ferreira (PQ) , Lauro Tatsuo Kubota (PQ)

Universidade Estadual de Campinas – *teofilo@iqm.unicamp.br

Palavras Chave: planejamento Plackett-Burman, eletroanalítica, compostos fenólicos

Introdução

A eletro-oxidação de fenóis e a formação de filmes poliméricos na superfície do eletrodo são de grande interesse por várias razões¹. Uma delas diz respeito à análise eletroquímica de compostos fenólicos utilizando eletrodos limpos como os de grafite pirolítico ou platina. Este tipo de análise é limitado devido à formação de filmes poliméricos na superfície destes eletrodos, tornando-os inativos.

Muitas variáveis interferem neste sistema e, para estudá-las, este trabalho propõe o emprego do planejamento Plackett-Burman². Este tipo de planejamento é indicado quando há muitas variáveis e se deseja realizar poucos experimentos em um planejamento fatorial com dois níveis.

Em relação aos procedimentos experimentais, as medidas voltamétricas foram executadas num potenciostato Autolab PGSAT-30. O eletrodo de platina foi usado como contra-eletrodo e todos os potenciais foram medidos contra um eletrodo de referência de calomelano saturado (ECS). O eletrodo de trabalho foi considerado como uma das variáveis e foi estudado nos níveis: platina e grafite pirolítico. A técnica voltamétrica usada foi a de pulso diferencial (DPV). Todas as variáveis e seus níveis são mostrados na Tabela 1.

Tabela 1. Variáveis e níveis estudados no planejamento Plackett-Burman

Variáveis	Siglas	Níveis	
		-	+
Concentração de EDTA ^a	[EDTA]	1,0	2,5
Tipo de tampão	TP	Pipes	Citrato
Concentração do tampão ^b	[TP]	0,05	0,10
pH do tampão	pH	6,0	7,0
Composto fenólico ^c	Fen.	Catecol	4amino ^d
Tipo de eletrodo	Elet.	Platina	Grafite
Tipo de varredura	Scan.	Inversa	Direta
Tempo de Modulação ^e	TM	0,03	0,08
Intervalo de tempo ^e	IT	0,20	0,80
Incremento de potencial ^f	IP	0,005	0,01
Modulação da amplitude ^f	MA	0,08	0,15

^ammol l⁻¹, ^bmol l⁻¹, ^c5x10⁻⁴ mol l⁻¹, ^d4-amino fenol, ^esegundo, ^fVolt

Os níveis das variáveis foram escolhidos a partir de estudos prévios³. O planejamento foi executado aleatoriamente em duplicatas, em um total de 24 ensaios. Em cada ensaio foram realizadas dez

varreduras na faixa de -0.05 a 0.6 V. As respostas analisadas foram: desvio padrão relativo da altura da corrente de pico (RSDalt.), desvio padrão relativo da razão corrente de pico/largura a meia altura (RSDraz) e a diferença entre a segunda corrente de pico em relação à décima (DIFalt).

Os dados foram tratados no software Excel empregando planilhas eletrônicas.

Resultados e Discussão

A Tabela 2 ilustra que as respostas de precisão (RSD) não trazem a mesma informação que a resposta de diferença (DIFalt). Observe que as variáveis IT e MA são antagônicas entre estes dois tipos de respostas. A precisão exige o nível (+) para IT e o nível (-) para MA, ao contrário, para se obter uma menor diferença entre picos, é necessário utilizar os níveis contrários a estes últimos.

A queda nas respostas para RSDalt, RSDraz e DIFalt foram de respectivamente, 10% para 0,27%, 11% para 1,75% e 7,1µA para 0.15µA.

Tabela 2. Resultados dos efeitos principais para as respostas analisadas.

Variáveis	Efeitos*		
	RSDalt	RSDraz	DIFalt
[EDTA]	-0,16	0,80	-4,03
TP	4,28	2,38	24,17
[TP]	4,79	5,46	19,33
pH	1,14	0,30	-4,62
Fen.	-0,62	-1,19	22,87
Elet.	1,59	2,75	-3,39
Scan	0,84	-1,36	12,56
TM	4,56	4,39	23,02
IT	1,23	1,79	-5,38
IP	-0,55	0,44	-5,03
MA	-1,25	-0,67	15,64

*Os efeitos em destaque são significativos pelo teste *t* com um nível de significância de 0,05 e 12 graus de liberdade.

Conclusões

Os resultados indicam uma possibilidade para a diminuição do bloqueio através da escolha correta dos níveis das variáveis empregadas e destacam a eficiência do planejamento Plackett-Burman para a escolha das variáveis relevantes.

Agradecimentos

Ao CNPq pela bolsa concedida.

¹Gattrell, M.; Kirk, D.W.; *J. Electrochem. Soc.*, **1993**, *140*, 1543.

²Plackett, R.L.; Burman, J.P.*Biometrika*. **1946**, *34*, 235.

³Carvalho, R.M.; Kubota, L.T.; Rath, S. *J. Electroanal. Chem.*
2003, *548*, 19.