

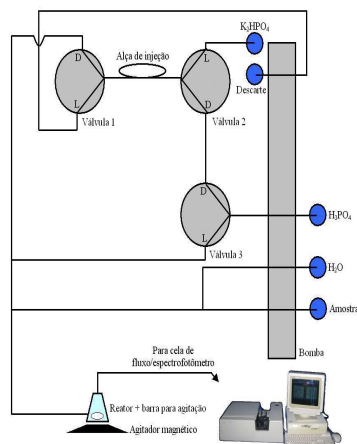
Introdução

Em calibração, muitas vezes o uso de somente algumas variáveis que contêm mais informações, podem proporcionar maior segurança e facilidade na interpretação do modelo, além de eliminar ruídos e não linearidades.

Os métodos de Calibração de segunda ordem são baseados na decomposição de tensores de dados em um grupo de vetores base, os chamados triádes. Para o modelo com o PARAFAC os vetores correspondem a um sinal analítico, logo estão associados a uma espécie química.

O modelo do PARAFAC (do inglês "Parallel Factor Analysis") foi desenvolvido no início dos anos 70 e apresenta vantagens para métodos espectroscópicos, especialmente para fluorescência, pois a estrutura dos dados é muito adequada ao modelo proposto.

Metodologia



Quando as válvulas estavam desligadas, a solução de H_3PO_4 passava pela alça de injeção. Assim que as válvulas eram ligadas, o fluxo da solução de H_3PO_4 era desviado pela válvula solenóide 3 e por sucção as válvulas solenóides 1 e 2 permitiam o preenchimento da alça de injeção pela solução de K_2HPO_4 . Após as válvulas serem desligadas, o volume de solução da alça era então injetado no sistema

Resultados e Discussão

Tabela 1: concentrações das soluções usadas para o desenvolvimento do modelo do PARAFAC

Nome salvo	Concentra/AA mg/L	Concentra/ASA mg/L
A0	0	266.39
A1	196.15	0
A2	39.23	213.11
A3	147.11	66.53
A4	166.73	39.95
A5	107.88	119.87
A6	131.42	87.90
A7*	151.30	61.27
A8	122.04	98.56
A9	96.86	133.15
A10	135.60	79.92
A11	125.92	93.24
A12*	116.23	106.55

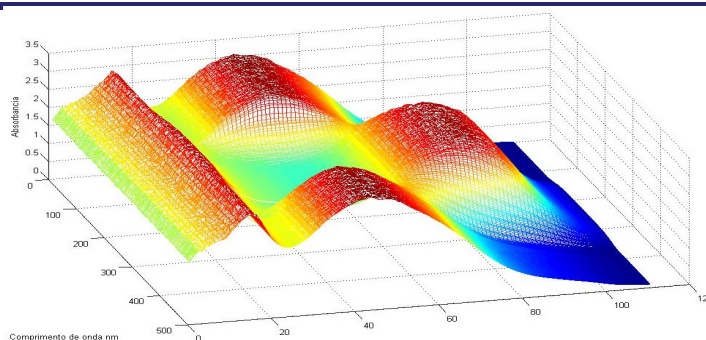


Figura 2: Superfície de absorção em função do tempo e do comprimento de onda

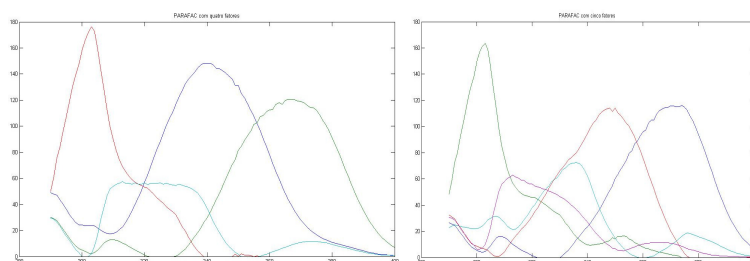


Figura 3– Perfis espectral normalizados e recuperados na deconvolução do conjunto de validação utilizando PARAFAC com quatro e cinco fatores.

Tabela 2: Resultados para as duas amostras de validação usando 4 e 5 fatores

Soluções	Soluções	C# 4	C# 5	Valor do modelo 4 fatores	Valor do modelo 5 fatores
A7	AA	0.3269	0.3466	0.3433	0.3355
	ASA	0.4377	0.3458	0.1203	0.3369
A12	AA	0.2743	0.2764	0.2879	0.2688
	ASA	0.0491	0.1371	0.1350	0.2978

Conclusões

Com a realização do projeto pode-se desenvolver um método prático e reprodutível para a determinação simultânea de ácido acetilsalicílico e ácido ascórbico, com erros bastante baixos. Com a utilização do PARAFAC com cinco fatores pode ser verificado o aparecimento do efeito *Schillierien* que foi separado da contribuição espectral das formas não protonadas e protonadas dos ácidos estudados..

Referências Bibliográficas

- [1] K. Booksh, B. Kowalski, *Anal. Chem.*, 66 (1994) A782.
- [2] C. Andersen & R. Bro, *J. Chemom.*, 17 (2003) 200.
- [3] M. Linder, R. Sunberg, *Chemom. Intell. Lab. Syst.* 42 (1998) 159.
- [4] R. Tauler, *Chem. Intell. Lab. Syst.*, 38 (1995) 133.
- [5] F. J. Krug, H. Bergamin, E. A. G. Zagatto and S. S. Joergensen, *Analyst*, 102 (1977) 503.
- [6] Z. Kokot, K. Burda, *J. Pharm. Biom. Anal.*, 18 (1998) 871.