

Otimização de um sistema FIA pela metodologia de superfície de resposta a partir de um planejamento fatorial composto central.

Alessandro C. Martins¹ (PG); Alexandro M. M. Vargas¹ (PG); André L. Cazetta¹ (IC); Osvaldo Pezoti Junior¹ (PG); Ralph da Costa Gomes¹ (PG); Erica Barizão¹ (PG); Vitor C. Almeida¹ (PQ)*

¹ Departamento de Química, Universidade Estadual de Maringá, Av.: Colombo, 5790, CEP 87020-900 – Maringá, Paraná, Brasil.

*e-mail: vcalmeida@uem.br

Palavras Chave: Injeção em fluxo, otimização, FRAP, superfície de resposta.

Introdução

Vários trabalhos têm adaptado os ensaios de determinação da atividade antioxidante em sistemas de Análise por Injeção em Fluxo (FIA), obtendo boa precisão, exatidão, economia de reagente e agilidade, próprio para laboratórios que trabalham em regime de rotina¹. No entanto, a metodologia de otimização empregada nesses trabalhos costuma ser univariada, em que cada fator é estudado por vez. Essa metodologia apresenta desvantagens por menosprezar a interação entre fatores e a necessidades de muitos experimentos para variá-los um por um². As metodologias de otimização multivariada variam todos os fatores de uma vez de forma criteriosa e com poucos experimentos. Uma delas é a superfície de resposta (MSR) a partir de um planejamento fatorial composto central (PFCC).

Resultados e Discussão

O ensaio FRAP foi adaptado a um sistema FIA do tipo zona coalescente. Para o estudo multivariado, foram selecionados três fatores, fluxo (mL min^{-1}), comprimento das alças de amostragem e reagente (cm) e o comprimento da bobina (cm), e como resposta, a sensibilidade, medida a partir da inclinação das curvas de calibração (m) obtidas pela injeção de padrões de sulfato ferroso (FeSO_4). Cada fator foi estudado em até cinco níveis pelo PFCC, Tabela 1, e as respostas experimentais foram ajustadas a um modelo quadrático, que de acordo com os testes F e p , em nível de 95% de confiança, o modelo foi significativo e não apresentou falta de ajuste.

Tabela 1. Níveis das variáveis de forma codificada e real.

Fatores	Variáveis codificadas				
	-1,68	-1	0	+1	+1,68
	Variáveis reais				
Fluxo	0,58	0,75	1,00	1,25	1,42
Alça	11,6	15,0	20,0	25,0	28,4
Bobina	131,8	200,0	300,0	400,0	468,2

O gráfico de superfície de resposta, Figura 1, mostra como a sensibilidade da técnica foi influenciada pelos fatores. O fluxo conferiu uma concavidade nas curvas e apresentou um ponto máximo, já os comprimentos das alças e do reator influenciaram de forma linear de modo que m tende a crescer com alças maiores e bobinas menores.

A melhor resposta foi alcançada com o fluxo de $1,00 \text{ mL min}^{-1}$, comprimento de alça de $18,2 \text{ cm}$ e bobina de $210,0 \text{ cm}$.

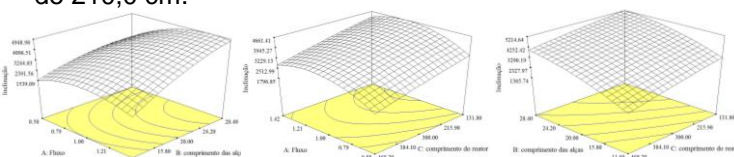


Figura 1: Influência dos fatores sobre a inclinação m

Para avaliar a robustez do método, o ponto ótimo, juntamente com dois pontos comprobatórios, fora reproduzidos em triplicata e a inclinação das curvas (m) obtidas experimentalmente foi comparada com os valores teóricos calculados a partir do modelo, Tabela 2. O coeficiente de variação (CV) de todos os pontos foi menor que 5%, portanto, o método apresentou boa reprodutibilidade.

Tabela 2: Comparação de m experimental e calculado

	Fluxo (mL/min)	Loop (cm)	Retor (cm)	m calc.	m exper.	CV (%)
PO*	0,8	16,7	286,1	2970,3	2857,0	2,75
PC1**	0,8	19,4	237,4	3564,7	3363,2	4,11
PC2***	1,0	18,2	210,1	3912,6	3676,5	4,40

*Ponto ótimo; ** Ponto comprobatório 1; *** Ponto comprobatório 2

Conclusões

O sistema FIA foi otimizado a partir da MSR. Três fatores foram variados em cinco níveis e as respostas foram ajustadas a um modelo quadrático, que foi significativo e não apresentou falta de ajuste. O fator fluxo apresentou um ponto máximo nas superfícies de resposta e os demais influenciaram de forma linear sobre a resposta m . O sistema FIA também mostrou ser reprodutível com um coeficiente de variação menor que 5%.

Agradecimentos

A CAPES, CNPq e DQI – UEM

¹ Magalhães, L. M.; Santos, M.; Segundo, M. A.; Reis, S. e Lima, J. F. *C. Talanta*. **2009**, *77*, 1559.

² Bezerra, M. A.; Santelli, R. E.; Oliveira, E. P., Villar, L. S. e Escalera, L. A. *Talanta*, **2008**, *76*, 965.