

Modelos de regressão empregando Bi-PLS e espectroscopia no infravermelho para determinação de Nimesulida em medicamento.

Wérickson Fortunato de Carvalho Rocha* ¹ (PG), Marcos Fernando Franco (IC), Ronei Jesus Poppi¹ (PQ) werickson03@yahoo.com.br

¹LAQQA- Laboratório de Quimiometria em Química Analítica Instituto de Química – UNICAMP, Caixa Postal 6154, CEP 13083-970, Campinas, SP, Brasil.

Palavras Chave: Bi-PLS, Calibração Multivariada, Nimesulida.

Introdução

O Bi-PLS (do inglês Backward Interval Partial Least Squares) é uma técnica de regressão multivariada com seleção de variáveis utilizada em Calibração Multivariada. Quando aplicada em conjuntos de dados espectrais visa selecionar as melhores regiões (sinais) de uma matriz de dados de forma que esta esteja mais correlacionada com a propriedade de interesse. Neste trabalho são comparadas as melhores regiões espectrais selecionadas pelo Bi-PLS visando a quantificação da Nimesulida em medicamentos utilizando os espectros de reflectância difusa no infravermelho com transformada de Fourier (DRIFTS). O princípio ativo Nimesulida foi escolhido para ser analisado por tratar-se de um medicamento usado como antiinflamatório e antitérmico.

Resultados e Discussão

Foram utilizadas 69 amostras sintéticas contendo o princípio ativo na faixa 11,09 – 38,74% em excipiente (polividona-PVPK-30, celulose microcristalina, dióxido de silício e estearato de magnésio). Os espectros de reflectância difusa foram obtidos num espectrômetro NIR Antaris II em triplicata na região de 4000 a 10000 cm^{-1} . Na construção dos modelos de calibração foi utilizado o PLS-ToolBox 3.5, sendo empregadas 40 amostras para a calibração e 29 para a previsão. Utilizando-se o Bi-PLS foram estudados os modelos a partir da divisão do espectro em 10 intervalos. Os resultados considerando a seleção do Bi-PLS através do erro quadrático médio de validação cruzada (RMSECV) são apresentados na tabela 1.

A partir da análise da tabela 1 foram escolhidos os intervalos 2, 5 e 7 para construção do modelo de regressão por mínimos quadrados parciais. Isso ocorre porque esses intervalos apresentaram menores valores de RMSECV.

Tabela 1: Resultados do modelo Bipls

Intervalos	RMSECV (%)	Variáveis selecionadas
3	0,9043	1402-1557
8	0,8515	1246-1401
6	0,8240	1091-1246
10	0,7942	936-1090
4	0,7716	780-935
7*	0,7650	624-779
2*	0,7600	468-623
5*	0,7436	312-467
9	0,8645	157-311
1*	1,4398	0-156

30ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

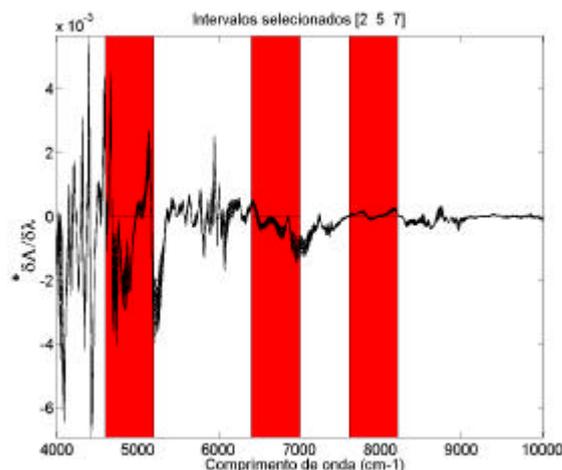


Figura 1 : Intervalos selecionados pelo Bi-PLS

* $\delta A / \delta \lambda$ derivada de absorvância em função do comprimento de onda

A figura 1 apresenta a primeira derivada dos espectros e as regiões selecionadas pelo Bi-PLS. Já os resultados para o modelo Bi-PLS são mostrados na tabela 2 a seguir.

Tabela 2. Resultados do melhor modelo Bipls

RMSEP(%)	RMSEC(%)	R ^b	VL ^a
1,7375	1,7967	0,9822	2

^a VL= número de variáveis latentes, ^b R= coeficiente de correlação

Conclusões

O presente trabalho demonstrou a importância na seleção de variáveis para a obtenção do modelo de calibração PLS empregando dados DRIFTS. O Bi-PLS permitiu a construção do modelo com alta correlação 0,9822 e com baixos erros de calibração e previsão para determinação do princípio ativo no medicamento.

Agradecimentos

Capex