

## Planejamento fatorial na avaliação da robustez de método analítico utilizado na determinação de ácidos orgânicos em mel.

Gisele da Silveira Lemos<sup>1</sup>(PG), Maria Lucia Pires dos Santos<sup>1</sup>(PQ), Jose Soares dos Santos<sup>1</sup>(PQ), Eder A. R. Santos (IC), Gisele Brito Rodrigues<sup>1</sup>(IC), Milena M. de Souza<sup>1</sup>(IC). gisalemos@ig.com.br

<sup>resultado</sup> Departamento de Ciências Naturais, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia-UESB, Estrada do Bem Querer Km 04, Caixa Postal 95, Vitória da Conquista, Bahia, CEP 45083-900

Palavras Chave: Planejamento fatorial, robustez, ácidos orgânicos, mel

### Introdução

A robustez de um método analítico mede sua suscetibilidade frente a pequenas variações que podem ocorrer durante as análises de rotina<sup>1</sup>.

O planejamento fatorial é uma importante ferramenta estatística e, devido a sua simplicidade, vem sendo cada vez mais utilizado. Em um planejamento fatorial são investigados as influências de todas as variáveis experimentais de interesse e os efeitos de interação nas respostas. Se a combinação de “k” fatores é investigada em dois níveis, um planejamento fatorial consistirá de  $2^k$  experimentos. Normalmente, os níveis dos fatores quantitativos são nomeados pelos sinais (-) menos para o nível mais baixo e (+) mais para o nível mais alto, porém o resultado é obtido pela relação inicial entre o sinal dado e o efeito obtido<sup>2</sup>.

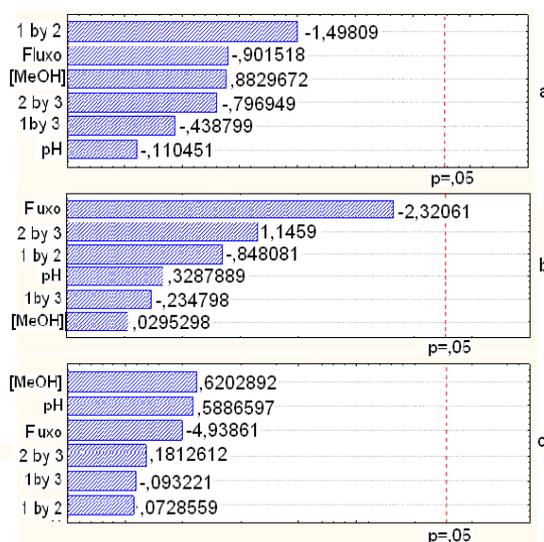
### Resultados e Discussão

A robustez do método proposto foi avaliada em um planejamento fatorial em dois níveis  $2^3$ . Os parâmetros avaliados foram fluxo da fase móvel, pH da fase móvel e concentração de metanol na fase móvel (Tabela 1). Todos os experimentos foram desenvolvidos em duplicata com ponto central em triplicata. A robustez do método foi determinada pela análise de amostras de soluções padrões nas concentrações de 30, 450 e 10 mg L<sup>-1</sup> para ácido ascórbico, acético e fumárico, respectivamente.

**Tabela 1** – Planejamento fatorial  $2^3$  para avaliação da robustez.

Amostra	Vazão (mL min <sup>-1</sup> )	[MeOH] fase móvel (%)	pH
1	+	+	+
2	+	-	+
3	+	+	-
4	+	-	-
5	-	+	+
6	-	-	+
7	-	+	-
8	-	-	-
9	0	0	0
10	0	0	0
11	0	0	0

A significância dos efeitos das variáveis e das possíveis interações entre elas foi verificada com base nos gráficos de Pareto (Figura 2), o qual mostra que as variáveis analisadas foram robustas nas variações estudadas em função da altura do pico.



**Figura 2** – Gráfico de Pareto: Resposta em função da altura do pico (mV), (a) Ácido Ascórbico, (b) Acético, (c) Fumárico.

### Conclusões

O planejamento fatorial é uma importante ferramenta estatística, pois permite avaliação e interpretação dos resultados obtidos na análise da robustez, para um número diferenciado de parâmetros.

### Bibliografia

- Ribani. M., Bottoli. C. B. G., Collins. C. H., Jardim. I. C. S. F., Melo. L. F. C., **Química. Nova**, (2004) Vol. 27, No. 5, 771-780.
- Teófilo. R. F.; Ferreira. M. M. C., **Química Nova**, (2006), Vol. 29, No. 2, 338-350.

### Agradecimentos

CAPES, UESB, PGQI.