

Comparação entre modelos PLS na quantificação do “extrato ativo” no Xampu a base de *Portulaca pilosa L*, utilizando espectrometria NIR

Ricardo Alexandre F. de Mello¹ (IC), Mileide da Paz Brito¹ (PG), Rosevane L. Monteiro¹ (PG), Anderson Dilarin S. da S. Brito¹ (PG), Kelly das G. F. Dantas¹ (PQ), Heronides A. Dantas Filho^{1*} (PQ).

* herondantas@gmail.com, heronides@ufpa.br.

1 – Grupo de Espectrometria Analítica Aplicada (GEAAP)- Programa de Pós-Graduação em Química – UFPA – Campus Belém.

Palavras Chave: Xampu de “Amor Crescido”, Controle de Qualidade, Modelos PLS, Espectrometria NIR.

Introdução

Nos últimos anos, têm-se observado um aumento significativo da importância da quimiometria, área da química que emprega métodos matemáticos e de estatística multivariada para definir ou selecionar as condições ótimas de medição e experiência, e extrair dos dados químicos o máximo de informações¹. A calibração multivariada oferece a possibilidade de análise de dados em espectros com sinais sobrepostos, análise e determinação simultâneas de constituintes e também a otimização de qualidade para diversos parâmetros. O método dos mínimos quadrados parciais (PLS, do inglês, partial least square) vem sendo constantemente utilizado no modelamento de dados². Neste trabalho foram construídos vários modelos de calibração multivariada (PLS) a partir dos dados espectroscópicos (NIR) para o controle de qualidade de um xampu de Amor crescido (*Portulaca pilosa L*) fabricado na Farmácia Escola da UFPA,. Alguns pré – tratamentos e pré – processamentos de dados foram aplicados à matriz no intuito de reduzir, eliminar ou padronizar as Interferências sobre os espectros NIR e encontrar o melhor e mais robusto modelo de calibração com o menor erro quadrático padrão de validação cruzada (RMSECV), demonstrando a importância da aplicação destes tratamentos no melhoramento da habilidade de previsão do modelo.

Resultados e Discussão

Primeiramente os modelos foram construídos utilizando – se os dados de toda a região espectral (12000 – 4000 cm^{-1}), a figura 1 ilustra os espectros NIR das amostras.

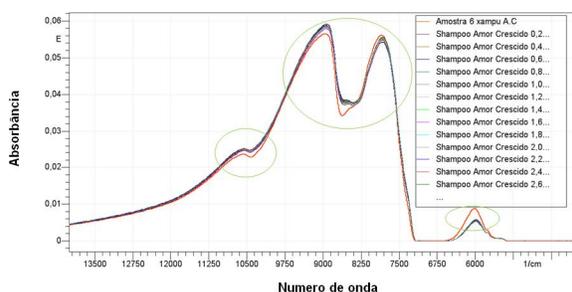


Figura 1. Espectros NIR das 28 amostras de Xampu.

Em seguida 5 modelos foram construídos, esses modelos foram nomeados com os seus respectivos pré-tratamentos e pré-processamentos aplicados que são: Dados brutos, 1ª derivada, 2ª derivada, Normalizado e Normalizado com 1ª derivada, dentre esses modelos, o último apresentou o menor RMSECV (0,0321) demonstrando ser o melhor entre os demais como mostrado no gráfico 1. Posteriormente foram empregados aos espectros desse modelo a seleção de números de onda e dividiu-se o espectro total em 5 regiões com o objetivo de encontrar a região de maior correlação com o teor de extrato das amostras de xampu, o modelo construído a partir dos dados da região 3 (7.831 – 8.609 cm^{-1}) apresentou o menor valor de RMSECV (0,0302) e RMSEP de (0,045916) entre os modelos das outras regiões como apresentado na figura 2.

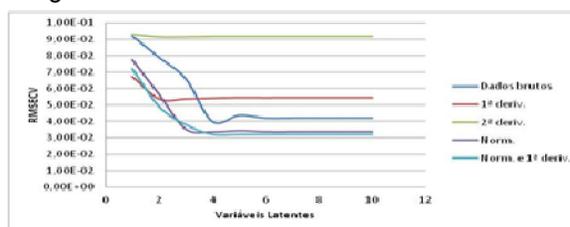


Figura 2. Perfil do RMSECV x LVs

Conclusões

Os pré-tratamentos empregados aos dados permitiu a construção de modelos com maior habilidade de previsão do teor das amostras de xampu, uma vez que com as otimizações foram obtidos reduções de RMSEP de cerca de 10 vezes, chegando-se ao valor de 0,045916 (2,30 % de erro relativo).

Agradecimentos

GEAAP, UFPA, FAPESPA

¹MASSART, D. L., VANDEGINSTE, B. G. M., BUYDENS, L. M. C., DE JONG, S., Lewi P. J., SMEYERS-VERBEKE, J., *Handbook of Chemometrics and Qualimetrics: Parts A e B*, Elsevier, Amsterdam, 1997.

²FIDÊNCIO, P. H., *Análise de solos por espectroscopia no infravermelho próximo e aplicação de métodos quimiométricos*, 2001, 149f Tese (Doutorado em Química Analítica) UNICAMP, Campinas - SP