

Determinação de cobre em amostras de maquiagens após extração assistida por ultrassom

RESUMO

Paula Laísa Javornik
Paula_javornik@hotmail.com
Universidade Tecnológica Federal
do Paraná, Ponta Grossa, Paraná,
Brasil

Eduardo Sidnei Chaves
eschaves@hotmail.com
Universidade Tecnológica Federal
do Paraná, Ponta Grossa, Paraná,
Brasil

No presente trabalho realizou-se a determinação das concentrações de cobre em maquiagens de diferentes marcas e cores, após extração assistida por ultrassom, usando espectrometria de absorção atômica com atomização em chama (FAAS). Diferentes tipos de ácido (HNO_3 , HCl e Água Régia) foram avaliados como possíveis solventes extratores, sendo a água régia o que demonstrou maior eficiência. A concentração ácida do solvente extrator e o tempo de ultrassom foram otimizados usando planejamento fatorial 2^2 , com ponto central. Nas condições otimizadas as extrações foram realizadas usando 0,3 g de amostra, 1 mL de água régia e 30 min de ação do ultrassom. Os resultados obtidos apresentaram boa concordância com as concentrações determinadas usando digestão ácida em frasco aberto. A concentração de Cu foi determinada em amostras de sombra de diferentes marcas e cores, os resultados obtidos variaram entre $<0,0022$ a $4,5 \text{ mg g}^{-1}$.

PALAVRAS-CHAVE: Extração assistida por ultrassom. Cobre. Maquiagem

INTRODUÇÃO

O principal problema do uso da maquiagem é a frequência com a qual se usa, SOARES (2012, p. 1) afirma que “Durante a vida em média cerca de 1 kg de batom pode ser ingerido”, com isso alguns compostos potencialmente tóxicos, incluindo metais, acabam sendo consumidos. Com isso teve-se que estabelecer uma regulamentação para a quantidade de metais, com potencial tóxico, permitidos em cosméticos. A ANVISA (Agência Nacional de Vigilância Sanitária) é o órgão regulamentador no país, e criou vários decretos para diferentes tipos de cosméticos, já que a variedade é grande e cada um tem que ser aprovado em categorias diferentes, através da Resolução da Diretoria Colegiada (RDC) nº 79 de Agosto de 2008 limita impurezas máximas de metais em corantes orgânicos artificiais em: bário até 500 mg Kg⁻¹, arsênio até 3 mg Kg⁻¹, chumbo até 20 mg Kg⁻¹ e metais pesados, além do chumbo, até 100 mg Kg⁻¹. Os metais mais comuns de serem encontrados nas maquiagens são: chumbo, cádmio, cobalto e níquel, sendo que esse último é propício a causar câncer nas vias respiratórias, o cobalto por sua vez pode vir a causar dermatites, problemas no pulmão e coração, já o chumbo pode vir a causar problemas renais, redução de atividades enzimáticas e câncer. NOGUEIRA (2015, p. 2). Assim, o objetivo deste trabalho foi determinar a concentração de Cu em amostras de maquiagens, especificamente sombras, usando extração assistida por ultrassom e F AAS. O cobre especificamente de acordo com a mesma resolução citada acima só pode ser aplicado em produtos que tenham breve tempo de contato com a pele e cabelos.

METODOLOGIA

AMOSTRAS E REAGENTES

As amostras de sombras de diferentes marcas e com diferentes tonalidades de cores foram adquiridas no comércio local da cidade de Ponta Grossa e Foz do Iguaçu, no estado do Paraná. Estas foram devidamente separadas, homogeneizadas até o momento da realização das análises. Todos os reagentes foram de grau analítico. Água ultra-pura com resistividade de 18,2 MΩ cm (GEHAKA Master All 2000 system) foi utilizada para o preparo das soluções de calibração e diluições das amostras. Ácido nítrico 65%, ácido clorídrico 37% (Synth) e peróxido de hidrogênio 30% (Merk) foram utilizados para soluções extratoras e para digestão das amostras. Solução estoque de Cu 1000 g L⁻¹ (SPECSOL) foi utilizada para o preparo das curvas de calibração.

INSTRUMENTAÇÃO

As extrações foram realizadas em banho ultrassônico (Unique), modelo USC-1400A trabalhando com frequência de 40 KHz. As determinações de Cu foram realizadas em espectrômetro de absorção atômica (Perkin Elmer), modelo AAnalyst 700, equipado com amostrador automático. As medições das absorvâncias foram realizadas com atomização em chama, ar: acetileno (12:2 L min⁻¹) e usando lâmpada de cátodo oco de Cu, sendo monitorado o comprimento de onda de 324,8 nm. Para verificação da exatidão as amostras foram digeridas em bloco digestor (SOLAB)

PROCEDIMENTO

As extrações foram realizadas com aproximadamente 0,3 g das amostras, previamente homogeneizadas e 1 mL da solução ácida extratora, submetidas a ação do ultrassom por tempo determinado. Posteriormente foram adicionados 9 mL de água ultrapura e as soluções resultantes foram filtradas e as concentrações de Cu determinadas por FAAS. Para verificação da exatidão as amostras foram digeridas usando HNO_3 , HCl e H_2O_2 , na proporção de 4:2:2 v/v. para determinação a curva de calibração foi preparada com concentrações entre 0,25 e 5 mg L^{-1} de Cu.

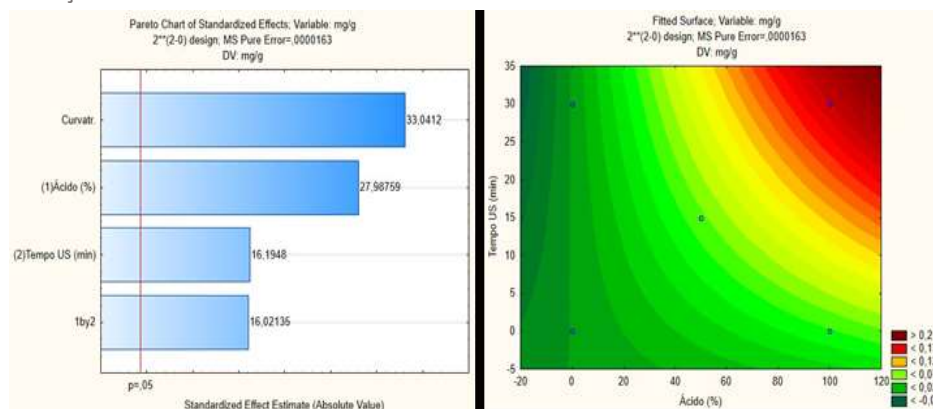
RESULTADOS E DISCUSSÕES

OTIMIZAÇÕES

O efeito de diferentes soluções ácidas sobre a extração de Cu nas amostras de sombra foi avaliado nas temperaturas ambiente ($25 \pm 3^\circ\text{C}$) e $50 \pm 5^\circ\text{C}$. Nesta etapa foram avaliados como possíveis extratores soluções de HNO_3 , HCl e água régia na concentração de 50% v/v, usando 0,3 g de amostra e 15 min de ação do ultrassom. Os resultados obtidos demonstraram que a utilização de água régia combinada a ação do ultrassom em temperatura de $50 \pm 5^\circ\text{C}$, proporcionou melhor eficiência de extração. Assim, água régia foi selecionada como solvente extrator para os próximos experimentos.

A otimização da concentração da água régia e o tempo de ação do ultrassom foram otimizados usando planejamento fatorial 2^2 com ponto central. Os resultados obtidos, apresentados no gráfico de Pareto e na superfície de contorno, apresentados na Figura 1. No gráfico de Pareto fica evidente o efeito positivo das variáveis avaliadas bem como a interação entre estes fatores.

Figura 1 – Gráfico de Pareto e superfície de contorno para otimização da concentração ácida do solvente extrator e tempo de ação do ultrassom para extração de Cu em amostras de sombra.



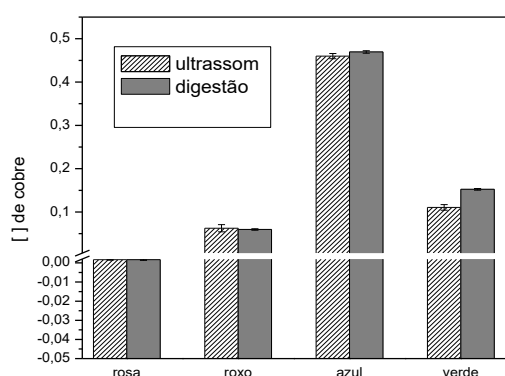
Fonte: Autoria Própria (2016).

Considerando que para região avaliada não foi possível obter um ponto ótimo para esses fatores e que a região não pode ser alterada, foi definido como condições ótimas a água régia (100%) e 30 min de ultrassom a $50 \pm 5^\circ\text{C}$. Esta região corresponde à área onde é possível obter a melhor resposta para extração de Cu nas amostras de sombra, sob as condições avaliadas.

PARÂMETROS DE MÉRITO E VERIFICAÇÃO DA EXATIDÃO

Nas condições otimizadas os parâmetros de mérito obtidos foram: faixa de calibração de 0,25 a 5 mg L⁻¹, R² > 0,997, limite de detecção (LOD) de 0,0022 mg g⁻¹ e desvio padrão relativo <15%. Os resultados obtidos para Cu usando extração assistida por ultrassom, nas condições ótimas de tempo de ultrassom e concentração de água régia foram comparados com os resultados obtidos por digestão ácida. Esta comparação serve para avaliar a exatidão do procedimento de extração por ultrassom e os resultados estão apresentados na Figura 2.

Figura 3 – Concentrações de Cu em diferentes amostras de sombra após extração assistida por ultrassom e digestão ácida



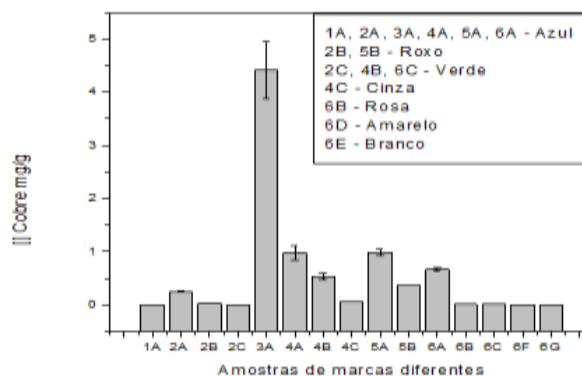
Fonte: Autoria Própria (2017).

Como observado, os resultados obtidos pelo método proposto apresentam boa concordância com os obtidos por digestão ácida, demonstrando a exatidão do método.

APLICAÇÃO ANALÍTICA

A extração assistida por ultrassom foi aplicada, nas condições otimizadas, para determinação das concentrações de Cu em amostras de sobra de diferentes marcas e diferentes tonalidades de cor. Os resultados obtidos estão apresentados na Figura 3.

Figura 3 – Concentração de Cu obtidas após extração assistida por ultrassom em diferentes de sombra



Fonte: Autoria Própria (2017).

As amostras apresentaram concentrações de Cu entre <LOD e 4,5 mg/g nas amostras analisadas. As maiores concentrações de Cu foram obtidas para as sombras de cores verdes e azuis. Por outro lado para as tonalidades brancas e rosas nas concentrações foram muito baixa sendo a maioria abaixo do LOD. A presença de Cu em concentrações elevadas em sombras, dependendo da exposição, pode causar alergias.

CONCLUSÕES

O procedimento proposto é simples, rápido e preciso podendo ser aplicado para determinação de Cu em amostras de sombra. O planejamento fatorial 2^2 , com ponto central, possibilitou a obtenção das condições ótimas de extração. Assim, a extração assistida por ultrassom mostrou ser eficiente para extração de Cu em amostras de sombra para posterior determinação por F AAS.

Determination of copper in makeup samples after ultrasonic assisted extraction

ABSTRACT

In the present work a determination of the concentrations of copper in makeup samples of different brands, after ultrasonic assisted extraction, using atomic absorption spectrometry with flame atomization (FAAS) was carried out. Different types of acid (HNO_3 , HCl and Aqua Regia) as distributors of extract solutions, being the regal water that demonstrates the highest efficiency. The extraction solvent acid concentration and the ultrasound time were optimized using factorial design 2^2 with central point. Under optimized conditions, extractions were performed using 0.3 g of sample, 1 mL of aqua regia and 30 min of ultrasonic action. The obtained results showed good agreement with determined concentrations using acid digestion in open flask. Copper concentration was determined in several samples of different brands and colors, the obtained results ranged from <0.0022 to 4.5 mg g^{-1} .

KEYWORDS: Ultrasound assisted extraction. Copper. Make-up.

AGRADECIMENTOS

Universidade Tecnológica Federal do Paraná, LabMI, CNPq

REFERÊNCIAS

Agência Nacional de Vigilância Sanitária – Anvisa, Resolução **RDC nº 79**, de 28 de agosto de 2000. (D.O.U. 31/08/00) disponível em http://www.anvisa.gov.br/anvisa/legis/resol/2000/79_2000.pdf

NOGUEIRA, Alessandra B. et al. Application of Factorial Design to Optimize Cloud Point Extraction on the Determination of Metals in Eye Makeup. Revista Virtual de Química, [s.l.], v. 7, n. 4, p.1371-1383, 2015. Sociedade Brasileira de Química (SBQ). <http://dx.doi.org/10.5935/1984-6835.20150075>.

SOARES, Aline Rodrigues; NASCENTES, Clésia Cristina. Development of a simple method for the determination of lead in lipstick using alkaline solubilization and graphite furnace atomic absorption spectrometry. Talanta. Belo Horizonte, Minas Gerais, Brazil, p. 272-277. out. 2012.

Recebido: 31 ago. 2017.

Aprovado: 02 out. 2017.

Como citar:

JAVORNIK, P. L. et al. Determinação de cobre em amostras de maquiagens após extração assistida por ultrassom. In: SEMINÁRIO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA E TECNOLÓGICA DA UTFPR, 22., 2017, Londrina. **Anais eletrônicos...** Londrina: UTFPR, 2017. Disponível em:

<<https://eventos.utfpr.edu.br/sicite/sicite2017/index>. Acesso em: XXX.

Correspondência:

Paula Laisa Javornik

Rua Balduino Taques, número 776, Bairro centro, Ponta Grossa, Paraná, Brasil.

Direito autoral:

Este resumo expandido está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição-Não Comercial 4.0 Internacional.

