

DETERMINAÇÃO SIMULTÂNEA DE ACETONA E BENZOFENONA-3 EM REMOVEDOR DE ESMALTE DE UNHAS POR ESPECTROFOTOMETRIA UV-VIS

RESUMO

Visando o uso de técnicas mais eficientes e menos onerosas, este trabalho propõe um método alternativo para a determinação simultânea de acetona e de benzofenona-3 em removedores de esmalte de unhas por espectrofotometria UV-Vis. A validação do método foi efetuada com base nos parâmetros especificidade, linearidade, precisão, exatidão e limite de quantificação, obtendo-se resultados satisfatórios. O método foi aplicado na determinação de acetona e benzofenona-3 em amostras de removedores de esmalte de unhas de diferentes marcas, mostrando ser eficiente, rápido e de baixo custo.

Palavras-chave: espectrofotometria UV-Vis, determinação simultânea, acetona, benzofenona-3

SUMMARY

Aiming at the use of more efficient and less onerous techniques, this work proposes an alternative method for the simultaneous determination of acetone and of benzofenone-3 in nail polish removers for UV-vis spectrophotometry. The validation of the method was made with base in the parameters specificity, linearity, precision, accuracy and quantification limit, being obtained satisfactory results. The method was applied in the determination of acetone and benzofenone-3 in nail polish removers samples of different marks, showing to be efficient, fast and of low cost.

Keywords: UV-Vis spectrophotometry, simultaneous determination, acetone, benzofenone-3

INTRODUÇÃO

Os removedores de esmalte de unhas são soluções aquosas com concentração de acetona (Figura 1 – A) de aproximadamente 50%. O Ministério da Justiça, através da Portaria nº 1274 de 25 de agosto de 2003, estabelece que nas soluções à base de solventes orgânicos, utilizadas como removedor de esmalte de unhas, o teor de substâncias controladas como a acetona não deve ultrapassar 60% e devem conter corantes (1). Entretanto, os corantes utilizados em tais formulações podem sofrer decomposição em condições ambiente e assim perder a eficiência de coloração. Para inibir esta degradação, tem se utilizado pequenas concentrações de benzofenona-3 (Figura 1 – B), uma cetona aromática que também é amplamente empregada como filtro de radiações solares ultravioletas em formulações cosméticas (2).

Vários métodos para determinação de acetona são descritos em compêndios farmacopéicos, como o método titulométrico descrito na segunda edição da Farmacopéia Brasileira (3) e o método por cromatografia gasosa apresentado pela Farmacopéia Britânica (4). Entretanto estes métodos, além de serem limitados apenas à determinação de acetona ou somente das impurezas, podem demandar um tempo de análise considerável e um alto consumo de reagentes em um laboratório de controle de qualidade.

Mesmo diante de técnicas analíticas cada vez mais eficientes, os métodos espectrofotométricos na região UV-Vis mostram-se uma boa alternativa para análise de substâncias que absorvem radiação eletromagnética nesta região, devido à robustez e custo relativamente baixo (5). Estes métodos

*Cleiton Antônio Nunes¹,
Diôgo Heleno Campos²
e Eudson Carlos Souza
Magalhães³*

¹Departamento de Química, Universidade Federal de Viçosa

²Laboratório de Controle de Qualidade, Farmax – Distribuidora Amaral Ltda.

³Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras, Universidade de Itaúna

^{*}Autor para correspondência:
R. João Augusto Correia, 610
Rosário - CEP: 35550-000
Itapecerica. MG
E-mail: cleiton.qmc@gmail.com

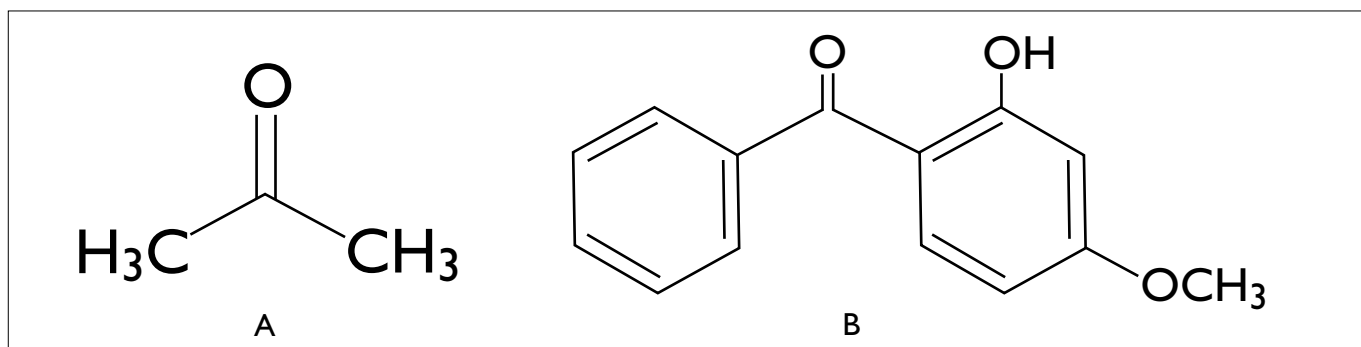


Figura 1. Estruturas químicas da acetona (A) e da benzofenona-3 (B)

têm sido largamente empregados em determinações simultâneas de diversas substâncias, principalmente de princípios ativos em formulações farmacêuticas (6-8).

Visando a utilização de uma técnica rápida, de baixo custo e sobretudo eficiente, o presente trabalho propõe um método alternativo para a determinação simultânea de acetona e de benzofenona-3 em removedores de esmalte de unhas por espectrofotometria UV-Vis.

MATERIAIS E MÉTODOS

Instrumental

As medidas de absorvância foram obtidas empregando-se um espectrofotômetro UV-Vis SHIMADZU modelo UV-Mini 1240, utilizando cela de 10 mm de caminho óptico.

Preparo das soluções

Todos os reagentes usados foram de grau analítico e as soluções foram preparadas com água destilada. Foram utilizadas soluções de acetona com concentração de 0,5% v/v e de benzofenona-3 com concentração de 0,001% m/v como padrão de referência.

Para preparar a solução padrão de acetona, transferiu-se 5,0 mL desta substância para balão volumétrico de 1000 mL, aferindo o volume com água destilada. A solução padrão de benzofenona-3 foi preparada diluindo-se quantitativamente 0,2 g da substância para 100 mL em etanol 96 % v/v. Em seguida, transferiu-se 5,0 mL desta solução para balão volumétrico de 1000 mL e aferiu-se o volume com água destilada.

Para os estudos de validação, foi preparado um grupo de soluções com concentrações de acetona de 38,0; 46,0; 55,0; 62,0 e 72,0 %v/v e com concentração de benzofenona-3 de 0,05% m/v. Outro grupo de amostras foi preparado com concentrações de benzofenona de 0,03; 0,04; 0,05; 0,06 e 0,07% m/v e com concentração de acetona de 0,05% v/v. Estas soluções foram empregadas nas avaliações de linearidade e de exatidão do método.

Seleção dos comprimentos de onda

Amostras de acetona, de benzofenona-3 e de uma mistura destas duas substâncias, foram submetidas à varredura em espectrofotômetro UV-Vis na faixa de comprimento de onda de 190 nm a 390 nm. Através dos espectros obtidos, selecionaram-se dois comprimentos de onda comuns aos dois constituintes em que seriam realizadas as medidas da absorvância.

Validação do método

O método foi validado através da avaliação dos parâmetros especificidade, linearidade, precisão, exatidão e limite de quantificação. Os testes estatísticos foram realizados pelo suplemento Análise de Dados do programa Microsoft Excel.

Aplicação do método

O método proposto foi aplicado na determinação de acetona e de benzofenona-3 em quatro amostras de removedores de esmalte de unhas a base de acetona de diferentes marcas. Todas as amostras continham corante na cor azul.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Através dos espectros UV-Vis obtidos (Figura 2) pela varredura na faixa de comprimento de onda de 190 a 390 nm, pode-se observar que a benzofenona-3 apresenta absorção por toda a faixa de comprimento de onda avaliada, coincidindo, portanto, com a faixa de absorção apresentada pela acetona, que foi de 215 a 310 nm. Diante das informações dos espectros, selecionaram-se então dois comprimentos de onda em que seriam realizadas as medidas da absorvância. Escolheram-se dois pontos onde a absorção era comum aos dois componentes e onde a curva de absorção não apresentava uma grande inclinação. Dessa forma foram estabelecidos os comprimentos de onda de 254nm e 265nm.

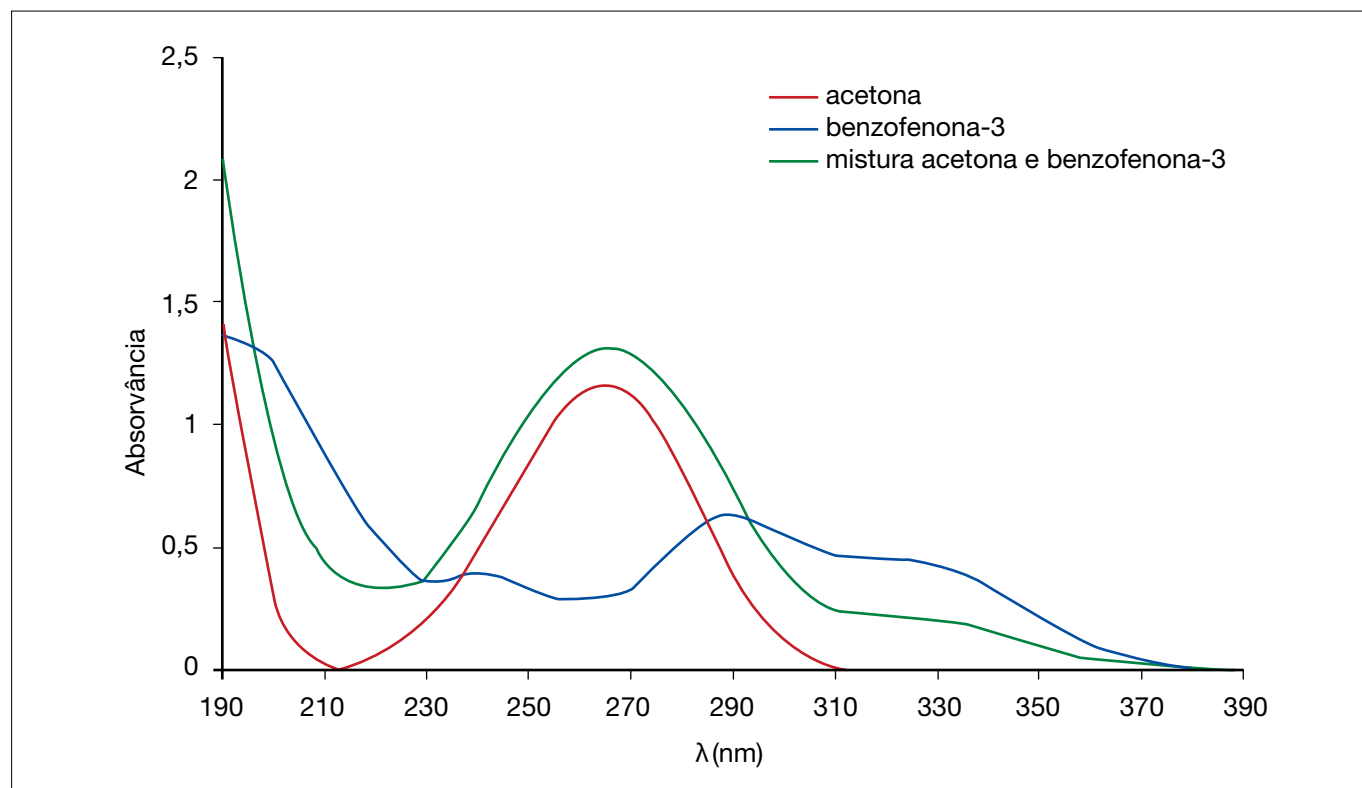


Figura 2. Espectros UV-Vis da acetona, benzofenona-3 e mistura acetona/benzofenona-3

As concentrações de acetona (C_a) e de benzofenona-3 (C_b) foram obtidas com base na propriedade aditiva da absorvância, através das equações:

$$C_a = \frac{(\epsilon_b)_{265} \cdot A_{254} - (\epsilon_b)_{254} \cdot A_{265}}{(\epsilon_a)_{254} \cdot (\epsilon_b)_{265} - (\epsilon_b)_{254} \cdot (\epsilon_a)_{265}} \cdot 100$$

$$C_b = \frac{(\epsilon_a)_{254} \cdot A_{265} - (\epsilon_a)_{265} \cdot A_{254}}{(\epsilon_a)_{254} \cdot (\epsilon_b)_{265} - (\epsilon_b)_{254} \cdot (\epsilon_a)_{265}} \cdot 100$$

$$\epsilon = \frac{A_{Padrão}}{C_{Padrão}}$$

A especificidade do método foi avaliada por meio de seis medidas de absorção nos comprimentos de onda de 254 nm e 265 nm em um branco. Os valores de absorção obtidos foram todos iguais a zero, demonstrando assim a ausência de interferentes.

A linearidade foi avaliada em cinco pontos na faixa de trabalho, sendo de 38,0 a 72,0% v/v para a acetona e de 0,03 a 0,07% m/v para benzofenona-3 nos comprimentos de onda de 254 e 265 nm. O resultado em cada ponto foi obtido por uma média de três determinações. Foram obtidos coeficientes de correlação linear superiores a 0,99 em todas as condições avaliadas, indicando linearidade satisfatória (9, 10), conforme dados apresentados na Figura 3.

A precisão foi avaliada através de resultados obtidos em seis determinações realizadas por analistas diferentes em dias diferentes nas mesmas condições de análise. Os valores baixos de coeficientes de variação demonstram uma boa precisão do método (10, 11). Através do teste F, verificou-se que não houve diferença significativa entre as precisões dos resultados obtidos por analistas diferentes em dias diferentes. Os valores podem ser observados na Tabela 1.

A exatidão foi obtida como a porcentagem de recuperação de uma quantidade conhecida de analito adicionada à

Tabela 1. Avaliação da precisão do método com analistas e dias diferentes

	Analista 1/dia 1		Analista 2/dia 2		F _{crítico}	F _{calculado}
	Média	CV	Média	CV		
Acetona	55,10 % v/v	0,77	54,29 % v/v	0,36	5,05	4,57
Benzofenona-3	0,049 % m/v	1,05	0,050 % m/v	0,82	5,05	1,60

O que você pode esperar do maior centro analítico e científico do Brasil?

WWW.TEANALITICA.COM.BR

Venha nos conhecer!



**PRÊMIO
QUALIDADE
Febrafarma**



R. Lauro Vannucci, 1260 - Jd. Sta. Cândida - CEP: 13087-548 Campinas - SP. Fone: 19-3756 6600 - Fax: 19-3296 0128
e-mail: comercial@teanalitica.com.br - www.teanalitica.com.br

ANALÍTICA
Centro Analítico & Científico

ERWEKA

Mais de 50 anos de Qualidade e Experiência



Dissolutores

Dissolutores de 06 a 08 cubas agitadas e Sistemas de Dissolução para até 24 intervalos de amostragem, incluindo perfil de dissolução, coletor de amostras e bomba de precisão de 08 seringas (coleta, reposição do meio e diluição das amostras)



Durômetros

Durômetros para medição manual ou semi-automática ou automática de até 04 parâmetros: peso, espessura, diâmetro e dureza

Outros Aparelhos:

- Desintegradores
- Friabilômetros
- Índice de Fluidex
- Densidade e Volume Aparente
- Teste de Inaladores
- Desenvolvimento de Produtos
- Teste Integridade Blisters

Serviços:

- Reforma de Aparelhos
- Calibração Física
- Calibração Química
- Qualificação IQ/OQ/PQ
- Treinamentos
- Manutenção
- Contratos



AGTEC EQUIPAMENTOS INDUSTRIAIS LTDA

Representante Comercial
Tel.: (11) 5587-4777
Fax: (11) 5589-2746
e-mail: pharmagtec@pharmagtec.com.br

CATENA

Assistência Técnica Autorizada
Tel/Fax: (11) 6441-1475
www.catena.srv.br
e-mail: catena@catena.srv.br

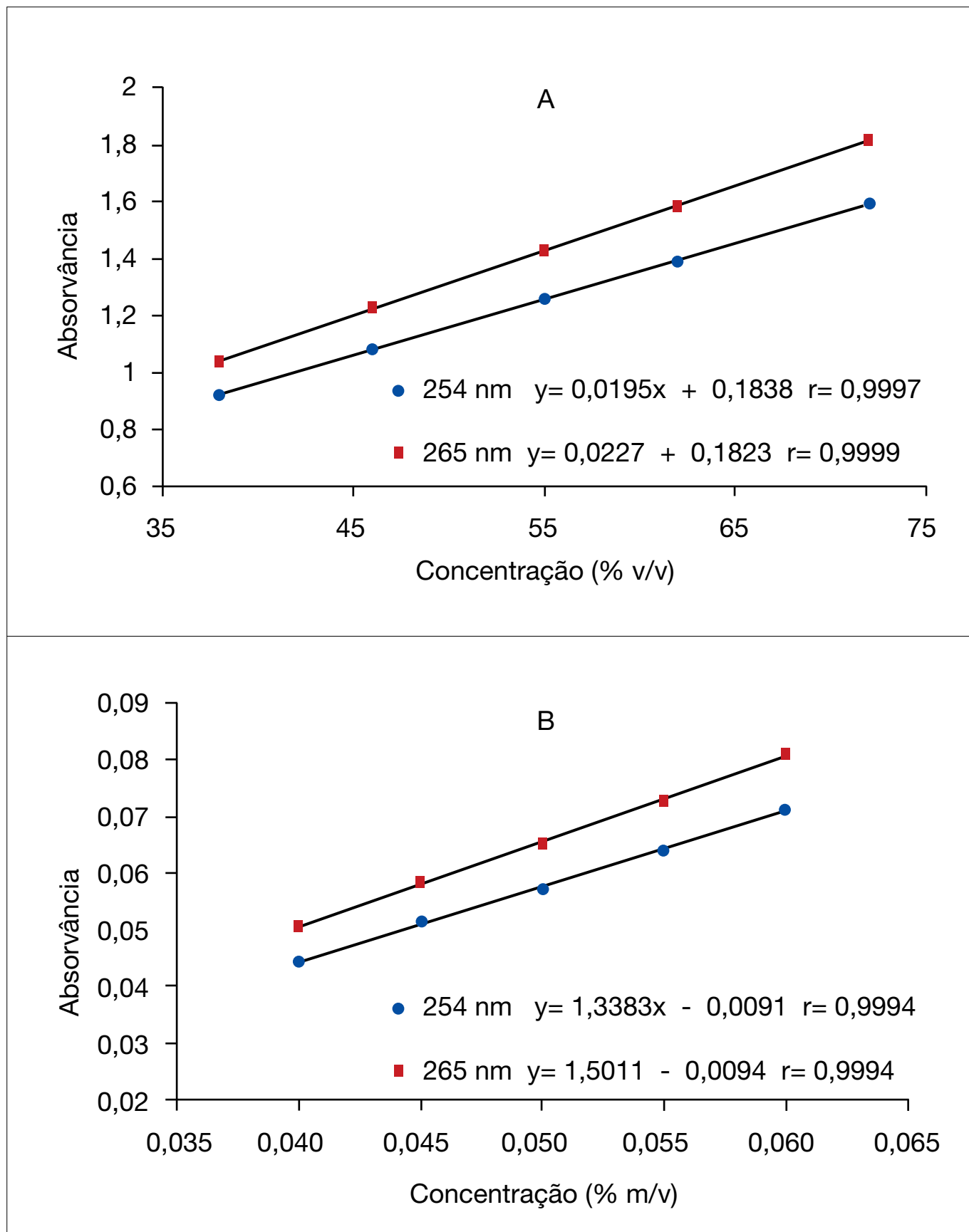


Figura 3. Regressão linear obtida para as soluções de acetona (A) e benzofenona-3 (B) nos comprimentos de onda de 254 nm e 265 nm

Tabela 2. Avaliação da exatidão do método em cinco pontos da faixa de trabalho

Acetona			Benzofenona-3		
%v/v	Recuperação (%)	DP	%m/v	Recuperação (%)	DP
38,0	101,1	0,02	0,040	99,2	0,03
46,0	100,9	0,03	0,045	99,8	0,01
55,0	99,6	0,02	0,050	99,4	0,03
62,0	101,2	0,01	0,055	100,2	0,03
72,0	99,9	0,04	0,060	100,3	0,02

amostra. As concentrações de acetona avaliadas foram 38,0; 46,0; 55,0; 62,0 e 72,0% v/v e de 0,03; 0,04; 0,05; 0,06 e 0,07% m/v para benzofenona-3. Os resultados de cada concentração avaliada foram obtidos por uma média de três determinações. Foram obtidos valores satisfatórios de recuperação (11), variando de 99,6% a 101,2% para a acetona e de 99,2% a 100,2%, para benzofenona-3, como pode ser observado na Tabela 2.

O limite de quantificação foi estimado como o valor médio de sete determinações de um branco mais dez vezes seu desvio padrão (9). Os valores obtidos foram de 0,023% v/v para a acetona e de 0,010% m/v para a benzofenona-3, estando portando muito abaixo das concentrações a serem determinadas.

O método proposto foi aplicado na determinação de acetona e benzofenona-3 em amostras de removedores de esmalte de unhas de diferentes marcas. Os resultados foram expressos como a média de três determinações para cada uma das quatro amostras analisadas. As concentrações de acetona e de benzofenona encontradas foram muito próximas entre amostras analisadas. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 3.

Tabela 3. Determinação de acetona e de benzofenona-3 em amostras de removedor de esmalte de unhas pelo método proposto

amostra	acetona (% v/v)	benzofenona-3 (% m/v)
A	56,78 ± 0,05	0,051 ± 0,001
B	54,78 ± 0,08	0,050 ± 0,002
C	53,86 ± 0,09	0,052 ± 0,001
D	55,31 ± 0,05	0,052 ± 0,001

CONCLUSÃO

O método proposto para a determinação simultânea de acetona e benzofenona-3 em removedores de esmalte de unhas por espectrofotometria UV-VIS, mostrou-se eficiente, rápido de um baixo custo.

Os parâmetros de validação do método foram todos satisfatórios, demonstrando principalmente boa precisão e exatidão.

Em tempos onde a gestão de resíduos de laboratório é cada vez mais enfatizada e necessária, este método se mostra uma boa alternativa, uma vez que utiliza solventes com baixo grau de toxicidade.

Referências

1. Ministério da Justiça, Portaria nº 1274 de 25 de agosto de 2003. DOU: Brasil, 2003.
2. RIBEIRO, R. P. *Desenvolvimento e validação da metodologia de análise do teor de filtros solares e determinação do FPS in vitro em formulações fotoprotetoras comerciais*. Dissertação de Mestrado. UFRJ, Rio de Janeiro, 2004.
3. Farmacopéia dos Estados Unidos do Brasil. 2ª ed., São Paulo, p. 40-41, 1959.
4. Farmacopéia Portuguesa VII. Instituto Nacional da Farmácia e do Medicamento. 7ª ed., Lisboa, 2002, p. 688-689.
5. TEIXEIRA, L. S. G.; BRASILEIRO, J. F.; BORGES JR, M. B.; CORDEIRO, P. W. L.; ROCHA, S. A. N.; COSTA, A. C. S. *Determinação espectrofotométrica simultânea de cobre e ferro em álcool etílico combustível com reagentes derivados da ferroína*. **Quim. Nova**, v. 29, n. 4, 2006, p. 741-745.
6. SALAZAR, M. L.; ALBA, P. L.L.; LÓPEZ, A. P.; TORRES, N.W. *Simultaneous spectrophotometric determination of isoperoxisomicine A1 and peroxisomicine A1 using Partial Least Square Regression type I (PLS-I)*. **Rev. Soc. Quím. Méx.**, v. 48, 2004, 321-325.
7. MISHRA, P.; and DOLLY, A. *Simultaneous determination of Clopidogrel and Aspirin in Pharmaceutical Dosage Forms*. **Indian J. Pharm. Sci.**, v. 68, n. 3, 2006, p. 365-368.
8. KHAN, M. R. and JAIN, D. *Simultaneous spectrophotometric determination of Atorvastatin Calcium and Amlodipine besylate in tablets*. **Indian J. Pharm. Sci.**, v. 68 n. 4, 2006, p. 546-548.
9. Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (INMETRO); *Orientações sobre Validação de Métodos de Ensaio Químicos*, DOQ-CGCRE-008, 2003
10. ANVISA, Resolução RE nº 899 de 29 de maio de 2003. D.O.U. 02/06/2003
11. BRITO, N. M.; JUNIOR, O. P. A. POLESE, L., RIBEIRO, M. L. *Validação de métodos analíticos: estratégia e discussão*. *Pesticidas: R. Ecotoxicol. e Meio Ambiente*, v. 13, 2003, p. 129-146.