Parabenos em antitranspirantes - Técnica

AMOSTRA

0,1 g de antitranspirante (desodorante).

MATERIAIS

- Soluções de uso de MetilParabeno (MePa), EtilParabeno (EtPa), PropilParabeno (PrPa) e BenzilParabeno (BePa) na concentração de 100 mg/L em acetonitrila;
- Acetonitrila e Metanol;
- Água Milli-Q;
- Fase Móvel – ACN: Água Milli-Q (40:60, v/v);
- Cartucho C18 para extração em fase sólida;
- Manifold;
- Ultrassom;
- Centrífuga;
- HPLC nas seguintes condições: Coluna analítica C18, fase móvel ACN:H2O (40:60, v/v), vazão: 0,8 mL/min, detector UV-Vis (λ= 254 nm), volume de injeção: 20 µL, temperatura ambiente e eluição isocrática;
- Balões Volumétricos;
- Micropipetas e Ponteiras;
- Frascos de HPLC.

TÉCNICA

Pesar 0,1 g de amostra e transferir para um béquer de 10 mL, juntamente com 5 mL de água Milli-Q, 500 µL de HCl 0.1 M e 60 µL de BePa (padrão interno). Transferir para um balão volumétrico de 10 mL, completando o volume com água Milli-Q e homogeneizar. Transferir a solução para um tubo de centrífuga e centrifugar a 986 g (velocidade 6) por 15 minutos.

Uma alíquota de 1 mL do sobrenadante deve ser aplicado no cartucho da SPE, previamente condicionado com 3 mL de metanol e 3 mL de água. Lavar com 2 mL de água e eluir com 3 mL de ACN diretamente para um tubo de centrífuga e centrifugar a 986 g (velocidade 6) por 15 minutos e transferir 1 mL da fase orgânica (porção límpida) para o frasco de HPLC.

Proceder com a injeção no HPLC já devidamente preparado.

Curvas Analíticas

A partir de soluções estoques de MePa, EtPa e PrPa com concentração de 1000 mg/L em acetonitrila, fazer diluições com água milli-Q para as seguintes concentrações: 2, 4, 6, 8 e 10 mg/L. Fazer os pontos com os 3 analitos juntos.

Adicionar também BePa (padrão externo), a partir de uma solução de 1000 mg/L em acetonitrila, de modo que em todos os pontos este tenha concentração de 6 mg/L.

Fazer em duplicata e injetar no HPLC com as mesmas condições já mencionadas. Anotar os resultados, tirar as áreas relativas e fazer as curvas analíticas para cada analito.

LEGISLAÇÃO: Segundo a ANVISA, o limite individual de parabenos em cosméticos é de 0,4% (m/m), enquanto o somatório destes não deve ultrapassar 0,8% (m/m).