



IDENTIFICAÇÃO DE METAIS EM SOMBRAS PARA OS OLHOS POR EDXRF

Luana Cristina Wouk (IC- Voluntária) Fabio Luiz Melquíades (Orientador), e-mail: fmelquiades@unicentro.br

Universidade Estadual do Centro-Oeste, Setor de Ciências Exatas e de Tecnologia, Departamento de Física, Guarapuava Paraná

Palavras-chave: cosméticos, elementos químicos, fluorescência de raios X, equipamento portátil, legislações.

Resumo:

Este trabalho tem como objetivo a análise multielementar de sombras para a região dos olhos, utilizando a técnica de Fluorescência de Raios X por Dispersão em Energia (EDXRF), visando identificar e quantificar os elementos inorgânicos presentes nas amostras e verificando se suas concentrações estão de acordo com legislação estabelecida para a área. Foram analisados, sem preparação prévia, vinte e cinco sombras de diversas marcas e cores. As amostras foram depositadas em um recipiente específico, e levadas para análise. O sistema de medição, do Laboratório de Física Nuclear Aplicada da UEL, consiste em um detector de raios-X de Si-PIN (resolução de 221 eV) e um mini tubo de raios-X (4W, alvo de Ag com filtro de Ag). Todas as amostras apresentaram Ti na composição. Ferro foi identificado em 19 amostras, cálcio em 19, rubídio em 18, manganês em 7, cobre em 4, bromo em 3 e zinco e estrôncio em 1 amostra. A metodologia mostrou-se adequada para quantificação de metais em amostras de sombra *in natura*, descartando preparação prévia.

Introdução

A técnica de Fluorescência de Raios-X por Dispersão de Energia (EDXRF) vem sendo bastante utilizada para caracterização, qualitativa e quantitativa, de elementos inorgânicos em materiais. Sua utilização apresenta grande potencial para identificar elementos químicos, em especial, metais em formulações cosméticas e/ou farmacêuticas.

A técnica, trata de uma metodologia multi-elementar, simultânea, não destrutiva e com possibilidade de aplicação "in situ" (VAN GRIEKEN et. al., 2002).

De acordo com a Resolução da Diretoria Colegiada (RDC) nº 211, os produtos de higiene pessoal, cosméticos e perfumes, são preparações constituídas por substâncias naturais ou sintéticas, de uso externo nas diversas partes do corpo humano, pele, sistema capilar, unhas, lábios, órgãos genitais externos, dentes e membranas mucosas da cavidade oral, com o objetivo exclusivo ou principal de limpá-los, perfumá-los, alterar sua aparência e ou corrigir odores corporais e ou protegê-los ou mantê-los em bom estado (BRASIL, 2005).

Sabendo-se que todos os produtos destinados à higiene pessoal, cosméticos e perfumes devem ser seguros, para não oferecer nenhuma ameaça à saúde do consumidor, existem determinadas substâncias que são proibidas na formulação, conforme RDC nº 48 (BRASIL, 2006) e também substâncias restritas, ou seja, não devem conter exceto nas concentrações e com as restrições estabelecidas,

conforme preconiza a RDC nº215 (BRASIL, 2005).

Alguns elementos químicos, quando são ingeridos ou estão em contato com a pele, são prejudiciais ao homem. A questão é: a concentração de metais em sombras para a área dos olhos, estão de acordo com a quantidade estabelecida pela legislação?

Portanto, este trabalho tem como objetivo identificar a presença de metais indesejáveis em formulações de sombra para os olhos bem como verificar sua compatibilidade com a resolução vigente. A metodologia analítica empregada será a Fluorescência de Raios X com equipamento portátil.

Material e Métodos

Foram analisadas 25 amostras de sombra de diversas cores e marcas. As mesmas foram colocadas sem preparação prévia em um recipiente específico, com filme de Mylar. Em seguida, foram levadas ao equipamento portátil para análise por EDXRF. Todas as análises foram feitas em laboratório. Os instrumentos necessários para a realização deste trabalho foram um mini tubo de raios X com anodo de Ag, 40kV, 100mA, 0.7 mm de tamanho de foco para excitar a amostra e um sistema de detecção composto por um detector de raios X tipo SI-PIN (resolução de 221 eV para a linha de 5,9 keV do ^{55}Fe) com janela de Be de $25\mu\text{m}$ acoplado a um pré-amplificador e resfriados termoeletricamente, modelo PX2CR, analisador multicanal modelo MCA8000A (M AMPTEK,1998) e um notebook para aquisição e armazenamento dos dados, conforme figura1.

Os espectros de fluorescência de raios X foram adquiridos usando o software PMCA, que acompanha o sistema de detecção. A desconvolução do espectro de raios X e análise dos picos foi realizada com o programa AXIL, na versão Winqxas, da Agência Internacional de Energia Atômica (AIEA). Outros softwares também foram usados em etapas intermediárias deste processo, tais como o SPEDAC, também da AIEA e o Excel.

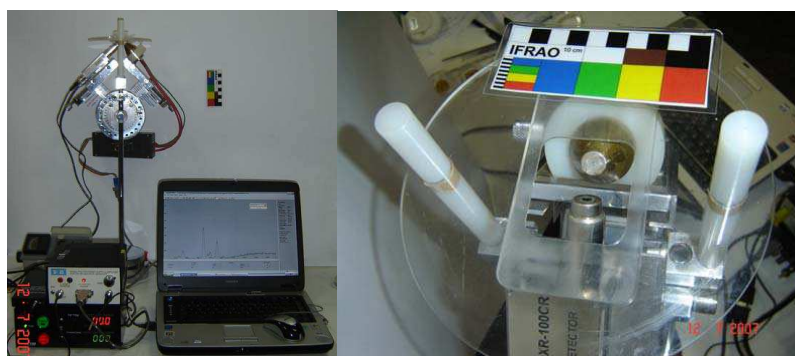


Figura 1 – Sistema portátil de EDXRF (MELQUIADES,2007)

Tabela 1 – Elementos identificados nas 25 amostras de sombra. Valores de intensidade em contagens por segundo (cps).

Amostras	Ti	Fe	Ca	Rb	Mn
sombra1	32,8	20,0	<u>4,8</u>	15,5	
sombra2	27,9	22,4	2,3	18,2	

sombra3	14,0	279,4	2,5	7,4	
sombra4	50,0	23,7	4,6	13,7	
sombra5	35,1	17,0	3,1	17,7	5,2
sombra6	24,2	13,4	2,6	12,7	1,9
sombra7	21,3	<u>527,5</u>	3,4	<u>4,7</u>	1,3
sombra8	29,7	16,0	3,1	<u>19,1</u>	0,3
sombra9	18,3	16,1	2,2	13,0	
sombra10	45,0	21,7	3,2	10,9	23,0
sombra11	32,3	103,2	1,8	8,1	
sombra12	32,6	15,4	3,4	13,7	
sombra13	40,6	13,3	3,4	12,8	
sombra14	36,1	61,2	2,5	10,3	
sombra15	<u>82,1</u>	10,2	2,6	8,5	
sombra16	50,8	184,6	1,3	9,7	
sombra17	25,1	129,8	3,0	7,9	<u>85,4</u>
sombra18	6,3	62,9	2,9	15,8	
sombra19	7,8	<u>1,2</u>	<u>0,3</u>		<u>0,1</u>
sombra20	0,3				
sombra21	<u>0,1</u>				
sombra22	0,3				
sombra23	1,4				
sombra24	1,2				
sombra25	1,2				

Os valores destacados são de maiores e menores contagem para cada elemento.

Resultados e Discussão

Foram identificados nove elementos químicos. Além dos especificados na tabela 1, quatro amostras apresentaram cobre em sua formulação, três apresentaram bromo, uma apresentou estrôncio e uma zinco.

Segundo a ANVISA, o Br não pode apresentar-se como os compostos: Bromo elementar, Carbromal, Bromisoval, Brometo de benzilônio. O Sr nas formas de Lactato de Estrôncio, Nitrato de estrôncio, policarboxilato de estrôncio.

Para a legislação japonesa, o Zn na forma de parafenolsulfato é permitido apenas 0,3%, pyrithione 0,05% e zinco elementar proibido. O Br na forma Alkylisoquinolinium bromate 0,05%. E, os componentes do estrôncio são proibidos.

Para a legislação européia, são proibidos sais de Zn, com exceção do sulfato de zinc-4-hydroxybenzene e, zinco pyrithione apenas 1%. O 3,3'-Dibromo-4,4'-hexamethylene- dioxydibenzamidine (Dibromohexamidine) e todos os sais de bromo são proibidos, juntamente com o bromo elementar, carbromal e bromisoval. O Sr na forma de lactato, nitrato e policarboxilato também são proibidos.

Conclusões

Alguns dos elementos identificados são proibidos dependendo da composição na



amostra. Como a técnica não permite sabermos de que forma está cada elemento, a sequência da pesquisa é desenvolver um método para obter tais compostos e suas concentrações. A metodologia mostrou-se adequada para identificação de metais em amostras de sombra *in natura*, descartando preparação prévia.

Agradecimentos

Ao Prof. Dr. Carlos Roberto Appoloni coordenador do LFNA da UEL.

Referências

M AMPTEK, Operating manual – XR-100CR x-ray detector system and PX2CR power supply / shaper, Amptek Inc., 1998.

BRASIL, Ministério da Saúde (2005) Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução de Diretoria Colegiada Nº 211, de 14 de julho de 2005. (D.O.U. 18/07/2005).

BRASIL, Ministério da Saúde (2005) Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução de Diretoria Colegiada Nº 215, de 25 de julho de 2005. (D.O.U. 29/07/2005).

BRASIL, Ministério da Saúde (2006) Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução de Diretoria Colegiada Nº 47, de 16 de março de 2006. (D.O.U. 20/03/2006).

MELQUIADES, F. L et al., Factorial design for Fe, Cu, Zn, Se and Pb preconcentration optimization with APDC and analysis with a portable X-Ray fluorescence system, 2007,73, 121-126.