

Silva Trejos, Paulina.

Validación de la metodología para la determinación cuantitativa de plomo en tintes cosméticos disponibles en el mercado nacional por espectroscopia de absorción atómica con llama

Tecnología en Marcha, Vol. 21, N.º 3, Julio-Setiembre 2008, P. 42-46

Validación de la metodología para la determinación cuantitativa de plomo en tintes cosméticos disponibles en el mercado nacional por espectroscopia de absorción atómica con llama

Fecha de recepción: 08/11/2007

Fecha de aceptación: 05/02/2008

Paulina Silva Trejos¹

Se validó la metodología analítica para determinar cuantitativamente plomo en tintes cosméticos disponibles en el mercado nacional, por el método de espectroscopia de absorción atómica con llama.

Palabras clave

Residuos, cabello, acetato de plomo, metales

Key words

Residues, Hair, Cosmetic tints, Lead acetate.

Resumen

Se validó la metodología analítica para determinar cuantitativamente plomo en tintes cosméticos disponibles en el mercado nacional, por el método de espectroscopia de absorción atómica con llama. Las muestras se digirieron por digestión húmeda con HNO₃ al 65 % m/m en horno de microondas; el porcentaje de recuperación para la digestión de muestras de 0,25 g y 0,45 g en 5,00 mL fue de 100,5±0,5. El ámbito de linealidad óptimo fue del límite de detección a 5,0 mg/L con un coeficiente de correlación de 0,9998.

Los límites de detección y los límites de cuantificación determinados gráficamente por el método de corredor de errores para regresión lineal fueron de 0,12 ±0,02 mg/L y 0,21±0,02 mg/L, respectivamente. Se evaluó la precisión determinando la repetitividad como desviación estándar de 5 réplicas de un tinte positivo para plomo, de acuerdo con la definición de la ISO, $2\sqrt{2}\sigma$, y se obtuvo un valor de 2,3. La veracidad se determinó por medio de los porcentajes de recuperación evaluados, agregando alícuotas de patrones de plomo a muestras de tinte y comparándolo con muestras de igual masa a las que no se les realizó adición. Las muestras de tintes se obtuvieron en puestos de venta, tales como farmacias, suplidoras de belleza, supermercados, centros de ventas de productos naturales y el mercado central de San José. De los tintes analizados, de marca Youthair, de fabricación norteamericana, Doni, Mont D'Or, Matador y Siempre

1. Profesora e Investigadora de la Escuela de Química, Universidad de Costa Rica. Tel: 2207-4870, Fax: 2253-5020. Correo electrónico: stpaulinita@gmail.com

Joven, producidos localmente, contienen acetato de plomo como ingrediente activo.

Abstract

The analytical methodology for quantitative determination of total lead in cosmetic tints by atomic absorption spectroscopy was validated. The sample digestion was realized by microwave oven in closed vessels using different volumes of 65% m/m nitric acid; the optimum quantity for 5,00 mL aliquots was 0,50 mL with a recovery of $100,5 \pm 0,5$ %. The linearity range was from the detection limit to 5,00 mg/L with a correlation coefficient equal to 0,9998. The detection and quantification limits were $0,12 \pm 0,02$ mg/L and $0,21 \pm 0,02$ mg/L, respectively. The precision was evaluated by determining the repeatability as standard deviation of seven replays of a cosmetic tint with lead, according ISO definition $2\sqrt{2} \cdot \sigma$, the result obtained was 2,3. The drinking water sample was taken from the laboratory and the quantity of As detected was under the quantification limits reported in this research. The samples were collected in supermarkets, drugstores, natural products shops and Central Market in San José. The following tints contain lead acetate as active ingredient: Youthair, Doni, Mont D'Or, Matador and Siempre Joven.

Introducción

La validación de la metodología para la cuantificación de plomo en tintes cosméticos es fundamental ya que el acetato de plomo se utiliza como ingrediente activo en los tintes progresivos para el cabello. Además, el acetato de plomo es una sustancia de uso controlado en la formulación de cosméticos; en Costa Rica, se permite el uso exclusivamente en tintes para cabello, con una concentración máxima de 0,6 % m/m.(1)

Los tintes para cabello existen en diferentes clases, de acuerdo con el

principio de funcionamiento: permanentes, semipermanentes, temporales, las tinturas vegetales y los tintes progresivos. Los tintes permanentes también se conocen como oxidantes debido al uso de peróxido de hidrógeno, están constituidos por mezclas de compuestos aromáticos, con ingredientes activos, tales como la p-fenildiamina, la p-tolueno diamina y la p-fenoldiamina, que se mezclan antes de aplicarlos con el peróxido de hidrógeno para producir la molécula de colorante que se fija a la fibra de cabello. Los semipermanentes no utilizan oxidantes, las moléculas colorantes son preformadas y depositadas sobre la cutícula de la raíz del cabello, están constituidos por nitrofenilendiamina y antraquinona como ingredientes activos. Los temporales están constituidos por mezclas de ácidos orgánicos suaves. Las tinturas vegetales, constituidos por extractos de henna y, finalmente, los tintes metálicos o progresivos, que contienen acetato o sulfuro de plomo como ingrediente activo (2).

En la industria cosmetológica de países en los que todavía se permite el uso del acetato de plomo, se establece que solo se puede utilizar en tintes para cabello con una concentración máxima permitida de 0,6% m/m expresado como plomo. Debido a la toxicidad del acetato de plomo, los tintes deben detallar las siguientes instrucciones de uso: mantenerse fuera del alcance de los niños, evitar el contacto con los ojos, lavar las manos después de aplicarlo, no utilizarse para el teñido de cejas, pestañas y bigote y se debe suspender el uso si aparece alguna irritación (3).

Los métodos cuantitativos para determinar plomo en las concentraciones permitidas en los tintes progresivos, utilizan la técnica de espectroscopia de absorción atómica con llama. Se utiliza una longitud de onda de 217,0 nm con lámpara de deuterio para corrección de radiación de fondo. Los tintes cosméticos contienen el plomo en forma de acetato y, frecuentemente, contienen

En la industria cosmetológica de países en los que todavía se permite el uso del acetato de plomo, se establece que solo se puede utilizar en tintes para cabello con una concentración máxima permitida de 0,6% m/m expresado como plomo.

fosfatos en su formulación; ambos aniones constituyen una interferencia negativa para la técnica de absorción atómica, que se eliminan preparando los patrones y las muestras en EDTA 0,1 mol/L (4).

Sección experimental

Los patrones de plomo para obtener la curva de calibración se prepararon a partir de una disolución madre de 1000 ± 1 ppm en HNO_3 al 5 %, J.T.Baker trazable a la NIST. Todos los patrones y las muestras se prepararon en EDTA 0,1 mol/L.

Las mediciones se realizaron en un espectrofotómetro de absorción atómica, marca Varian SpectrAA, modelo 220Fast Sequential, con llama aire acetileno a 217 nm, y con corrección de radiación de fondo mediante la lámpara de deuterio.

Se ensayaron diferentes ámbitos de linealidad y se realizó la prueba t de hipótesis nula para n-2 grados de libertad con el respectivo coeficiente de correlación obtenido para cada curva. La prueba fue

concluyente para la relación lineal entre absorbancia y concentración.

Para la evaluación de la precisión se determinó la repetibilidad para la concentración obtenida de 5 réplicas de una muestra de un tinte positivo de plomo, se obtuvo una desviación estándar igual a 0,82, y se aplicó la definición de la ISO $2\sqrt{2} \cdot \sigma$, con la obtención de un valor de 2,3.

La veracidad se determinó realizando enriquecimientos de volúmenes conocidos de una disolución patrón de plomo trazable a la NIST a una de 2 réplicas de igual masa de tinte positivo para plomo. A partir de la diferencia en las concentraciones obtenidas y la concentración adicionada se determinó una recuperación igual a $100,5 \pm 0,5$.

La digestión de las muestras se realizó en un horno de microondas, Berghof, Speedwave™ modelo MWS-2, de fabricación alemana, para muestras de 0,5 g con 5,0 mL de HNO_3 al 65% y el programa de digestión para las muestras con el siguiente método:

Etapa	Temperatura/°c	Potencia/%	Tiempo/min
1	160	80	5
2	220	90	40
3	Menor de 100	0	20

Las muestras analizadas fueron obtenidas en supermercados, tiendas de productos naturales, distribuidoras de productos de belleza, farmacias y en el mercado central de San José. Los tintes analizados correspondieron a las marcas Palette, castaño oscuro, Igora Vital castaño, Garnier Nutrisse, color arena, Youthair, en crema y en loción, Wella, Naturalez y Vida de Henna, Doni, Mont D'Or, Matador y Siempre Joven.

Resultados y discusión

Para evaluar el ámbito de linealidad se ensayaron diferentes ámbitos de concentración, se corroboró la relación lineal entre absorbancia y concentración de plomo; se realizó la prueba t de hipótesis nula para n-2 grados de libertad con el respectivo coeficiente de correlación obtenido para cada curva. La prueba fue concluyente para la relación lineal entre

Las muestras analizadas fueron obtenidas en supermercados, tiendas de productos naturales, distribuidoras de productos de belleza, farmacias y en el mercado central de San José.

absorbancia y concentración y la mejor correlación se obtuvo para el ámbito del límite de cuantificación a 5 mg/L, con un coeficiente de correlación de 0,9992, como se muestra en la Figura 1.

Los límites de detección y de cuantificación se determinaron con el corredor de errores

para regresión lineal; los resultados se muestran en las Figuras 2 y 3.

En el cuadro I se incluyen los resultados obtenidos para los tintes progresivos, incluidos en la muestra de tintes. No se incluyen los demás tintes permanentes y de extractos de Henna analizados porque

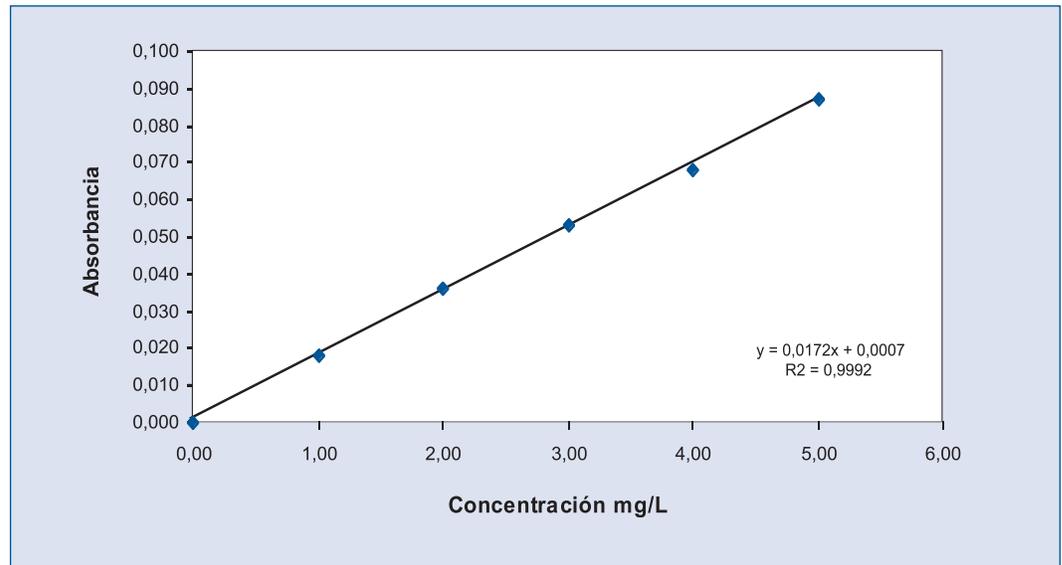


Figura 1. Curva de calibración para cuantificación de plomo. Los límites de detección y de cuantificación se determinaron con el corredor de errores para regresión lineal; los resultados se muestran en las figuras 2 y 3.

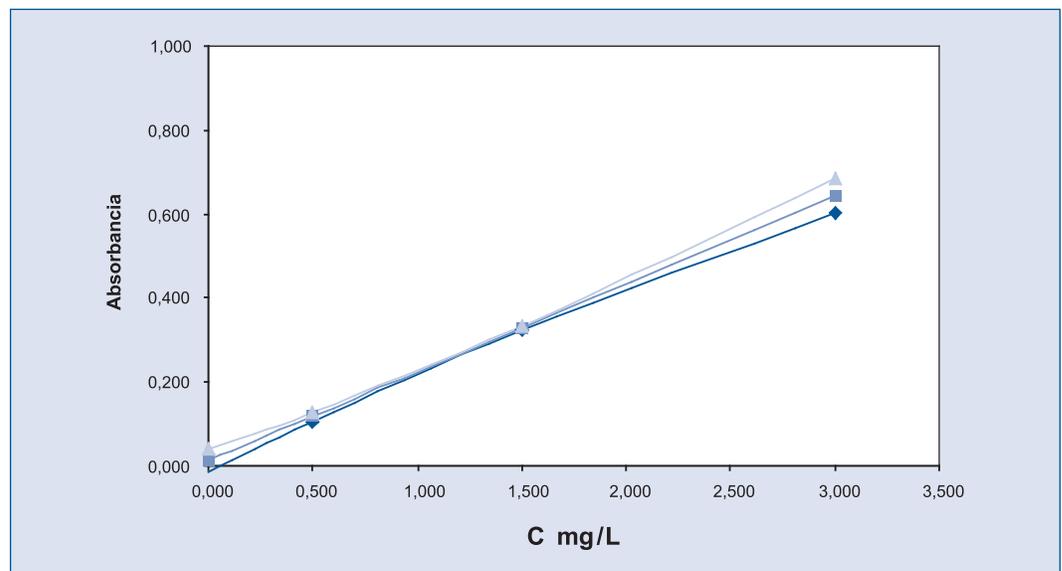


Figura 2. Corredor de errores para cuantificación de plomo.

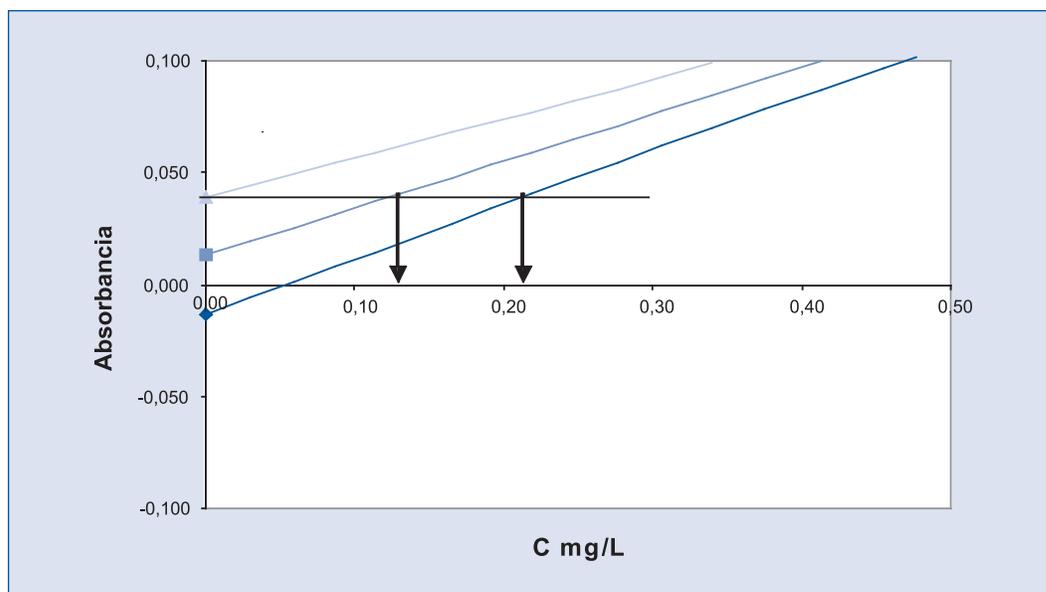


Figura 3. Límites de detección y cuantificación para plomo.

Cuadro 1. Contenido de plomo en tintes cosméticos.

Nombre	%m/m de plomo $\pm 0,05$	%m/v de plomo $\pm 0,05$
Youthair(loción)	0,39	0,37
Mont D'Or en crema	0,29	0,29
Doni	0,90	0,92
Matador en crema	0,43	0,44
Siempre Joven	0,39	0,40

en ellos no se detectó plomo. De las marcas estudiadas, aquellos que no se incluyen no detectaron plomo por espectroscopia de absorción atómica con llama, y tampoco con espectroscopia de absorción atómica con horno de grafito.

Conclusiones

El método de digestión en horno de microondas y cuantificación utilizado para determinar el contenido de plomo total en los tintes cosméticos es apropiado por rapidez, la poca manipulación y opción de

contaminación de las muestras, así como también por la calidad de los valores de los parámetros analíticos obtenidos. Las muestras de tintes progresivos presentaron concentraciones de plomo en algunos casos, superiores a los permitidos por el Ministerio de Salud, tal es el caso del tinte en crema para oscurecer canas marca Doni. Es importante destacar que el acetato de plomo en la comunidad económica europea es una sustancia prohibida en la fabricación de cosméticos.

Bibliografía

1. Ministerio de Salud, Reglamento de Regulación de Contenido de plomo y mercurio en pinturas, Decreto Ejecutivo 24334-S, 1995.
2. España, XIII Congreso Nacional Farmacéutico (2002). Extraído el 07 de noviembre, 2007 de www.portalfarma.com.
3. España, Unidad de Tecnología Farmacéutica (2002). Extraído el 07 de noviembre, 2005 de www.external.doyma.es/pdf.
4. Varian, Flame Atomic Absorption Spectrometry, Analytical Methods, Australia, 1989.