

# **CONIC-SEMESP** 13º Congresso Nacional de Iniciação Científica

Anais do Conic-Semesp. Volume 1, 2013 - Faculdade Anhanguera de Campinas - Unidade 3. ISSN 2357-8904

**TÍTULO:** ANÁLISE DE TEOR DE CÁDMIO EM SOMBRA POR EDXRF

**CATEGORIA:** CONCLUÍDO

**ÁREA:** CIÊNCIAS BIOLÓGICAS E SAÚDE

**SUBÁREA:** FARMÁCIA

**INSTITUIÇÃO:** CENTRO UNIVERSITÁRIO DAS FACULDADES METROPOLITANAS UNIDAS

**AUTOR(ES):** ALINE DIAS BATISTA

**ORIENTADOR(ES):** MARCOS ANTONIO SCAPIN, REGINALDO RIBEIRO DE AQUINO

Realização:



Apoio:



## 1. RESUMO

Teores de cádmio foram avaliados em maquiagens oriundas da Rua 25 de Março em São Paulo capital, por Fluorescência de raios-X por Energia Dispersiva (EDXRF). No estudo, as amostras foram acondicionadas em porta amostra (cerca de 2 g) e mensuradas no espectrômetro EDX720-Shimadzu CO (15~50kV e 50mA) em vácuo por 100s. A quantização foi feita pelo método dos parâmetros fundamentais e calibração multivariada utilizada para corrigir efeitos de matriz. A avaliação estatística da técnica considerou material de referência certificado (MRC) NIST 2709a "*San Joaquin Soil*", sendo a conformidade e aceitabilidade avaliadas pelo índice Z-score e HORRAT. Os limites de quantificação estão entre 2 e 60  $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  considerados suficientes para este tipo de ensaio. Determinou-se teores de cádmio para a maquiagem 1 de teores de  $7\pm 1 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  a  $35\pm 1 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ , para a maquiagem 2 teores de  $11\pm 1 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  a  $14\pm 1 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ , a maquiagem 3 apresentou teores de  $151\pm 6 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  a  $216\pm 4 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ . Em média a associação destas maquiagens pode apresentar uma variação de  $169\pm 7 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  a  $265 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ . Todas as amostras analisadas superaram de 560 a 884 vezes mais o limite diário para uma região urbana ( $0,04\mu\text{g}/\text{dia}$ ) mostrando que estes grupos avaliados podem ser nocivos à saúde.

## 2. INTRODUÇÃO

A maquiagem para os olhos, conhecida como *sobra para os olhos* é um costume e forma antiga e recorrente em várias culturas para a ornamentação do corpo, sendo que um dos mais antigos relatos de uso da maquiagem data do antigo Egito (VIGARELLO, 2006).

No Brasil, o uso de cosméticos é comum em várias faixas etárias, e de fácil acesso comercial sendo de competência da Agência Nacional de Vigilância Sanitária – ANVISA – a fiscalização destes produtos quanto à margem de segurança na aplicação na qual são destinados baseando este índice em normas internacionais e a dose diária. (BASKETTER, D. A.; SELBIE, E.; SCHOLLES, E. W.; LEES, D.;

KIMBER, I; BOTHAM, P., 2003; BRAZIL, 2000; ANVISA, 2003; OECD,1992-2000; WHO, 1994)

No processo de fabricação da sombra, para a obtenção da coloração, são aplicados corantes e pigmentos inorgânicos como o óxido de ferro, dióxido de titânio, cobre, óxido de cromo sobre uma base de talco ou creme ou outros usados como veículo. Durante o processo de formulação da sombra, podem ser arrastados elementos como As, Ni, Pb, Hg, Cd, Ni que constituem significativa toxicidade ao organismo humano (PASCALICCHIO,2002)

O cádmio, elemento de alta toxicidade para o organismo humano, possui lenta excreção (vida biológica em décadas no organismo) podendo causar danos renais e distúrbio de absorção de cálcio (OGA, 2003). Conforme a Organização Mundial de Saúde OMS, as quantidades em termo de dose absorvida diariamente por inalação nos pulmões deste elemento não deverá exceder a 0,01 $\mu$ g em região rural, 0,3  $\mu$ g em região urbana e 0,4 $\mu$ g em região industrializada (WHO, 2004).

### **3. OBJETIVOS**

Considerando a toxicidade do cádmio para o organismo, e que no processo de maquiar pode haver a inalação deste produto e que em algumas marcas de baixo custo e fácil aquisição podem fugir ao controle rigoroso das autoridades competentes, este estudo pretende determinar os teores de cádmio em maquiagem do tipo sombra para os olhos, comercializadas na região da Rua 25 de Março em São Paulo capital, pela técnica de fluorescência de Raios-X por energia dispersiva (EDXRF) estabelecendo a dose adquirida pelo uso diário.

### **4. MATERIAIS E METODOLOGIA**

A aquisição considerou maquiagens de baixo custo e fácil aquisição, sendo que, foram adquiridos três grupos de maquiagem, onde para cada grupo foram adquiridas três amostras de lotes diferenciados todos oriundos da região da Rua 25 de Março em São Paulo capital.

Devido a granulação das amostras e homogeneidade das amostras (superior 200 mesh) estas foram retiradas diretamente da embalagem sem qualquer tratamento térmico, em cerca de 2,0 g de cada amostra e lote, suportadas em porta amostra específico para esse tipo de ensaio (31 mm Closed X-Cell - SPEX) utilizando-se filme fino de polipropileno (*thinfilm for XRF*, 5 $\mu$ -SPEX) e submetidas a análise no espectrômetro de fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDX, modelo 720, produzido pela Shimadzu Corporation) sob os seguintes parâmetros de operação: tubo de raios X de Ródio, tensão de 15 kV (para os elementos leves,  $Z \leq 21$ ) e 50 kV (para os elementos pesados,  $Z > 21$ ); corrente ajustada automaticamente de no máximo 1 mA; colimador de 5 mm; detector de estado-sólido tipo Si(Li) com resfriamento em nitrogênio líquido; câmara de análise em vácuo; tempo de contagem de 100 s.

A quantificação dos elementos foi realizada por meio do método dos Parâmetros Fundamentais (PF). Nesse método são utilizados algoritmos matemáticos que permitem corrigir os efeitos espectrais (absorção/intensificação) a partir da medida da intensidade da linha de emissão do elemento e dos valores tabelados dos principais parâmetros fundamentais, como distribuição espectral primária (fonte), coeficiente de absorção (fotoelétrico e de massa), rendimento de fluorescência e outros. Nele se assume que a amostra é homogênea, apresenta espessura infinita e tem uma superfície razoavelmente plana (LACHANCE, 1994; NAGATA, 2001; SCAPIN, 2003).

Dos valores quantificados determinou-se a média aritmética da triplicata das amostras, desvio padrão e desvio padrão e relativo sendo que para as maiores concentrações optou-se por relatar em termos percentuais e as menores concentrações em termos de partes por milhão.

A avaliação metodológica aplicada seguiu orientações normativas sobre validação de métodos analíticos INMETRO-DOQ-CGCRE-8 (INMETRO, 2010).

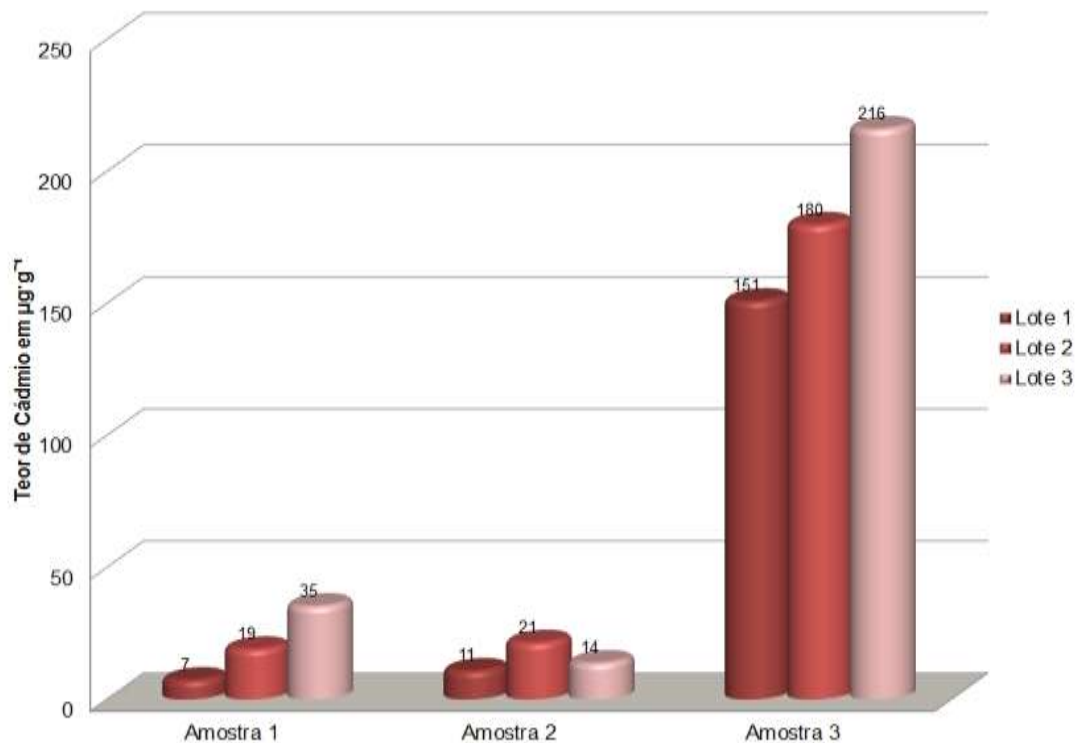
## 5. RESULTADOS

Os valores determinado de cádmio estão expostos na Tabela 1.

**TABELA 1** – Valores de cádmio para as amostras avaliadas.

Maquiagem	Lote 1		Lote 2		Lote 3		Média Maquiagem	
	Média $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	Desvio $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	Média $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	Desvio $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	Média $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	Desvio $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	Média $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	Desvio $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$
<b>Amostra 1</b>	7	1	19	3	35	1	<b>21</b>	<b>4</b>
<b>Amostra 2</b>	11	1	21	1	14	1	<b>15</b>	<b>1</b>
<b>Amostra 3</b>	151	6	180	26	216	4	<b>182</b>	<b>28</b>
<b>Média associada</b>	<b>169</b>	<b>7</b>	<b>220</b>	<b>27</b>	<b>265</b>	<b>5</b>	<b>218</b>	<b>28</b>

Observa-se que os valores determinados mostram teores diferenciados para maquiagens do mesmo tipo, porém, diferenciadas por lotes. Para melhor comparação, os valores comparativos estão expressos na Figura 1.



**Figura 1** – Comparativo das amostras e lotes analisados.

## 6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

A técnica de fluorescência de raios x por dispersão de energia, EDXRF, mostrou-se eficiente para o estudo desenvolvido conduzindo a resultados satisfatórios para as amostras analisadas.

Foram determinados teores de cádmio apresentada para a maquiagem 1 apresentou uma variação de teores de  $7\pm 1 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  a  $35\pm 1 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ , para a maquiagem 2 teores de  $11\pm 1 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  a  $14\pm 1 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ , a maquiagem 3 apresentou teores de  $151\pm 6 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  a  $216\pm 4 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ . Em média a associação destas maquiagens pode apresentar uma variação de  $169\pm 7 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  a  $265 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ .

Os resultados mostram, pela grande variação que mesmo para grupos iguais de maquiagem, diferenciados somente pelo lote, que existe variação considerável em seu teor o que mostrando um controle de qualidade questionável. Conclui-se também, que para todas as amostras analisadas superando de 560 a 884 vezes mais o limite diário para uma região urbana ( $0,04\mu\text{g}/\text{dia}$ ) mostrando que estes grupos avaliados podem ser nocivos à saúde.

## AGRADECIMENTOS

A autora agradece aos professores envolvidos, bem como a estrutura do Laboratório do CQMA no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares IPEN/CNEN-SP.

## BIBLIOGRAFIA

Agência Nacional de Vigilância Sanitária – ANVISA, **Guia para Avaliação de Segurança de Produtos Cosméticos**, 2003. Disponível em: <[http://www.anvisa.gov.br/cosmeticos/guia/guia\\_cosmeticos\\_final\\_2.pdf](http://www.anvisa.gov.br/cosmeticos/guia/guia_cosmeticos_final_2.pdf)> Acesso em: 21/02/2013

BASKETTER, D. A.; SELBIE, E.; SCHOLLES, E. W.; LEES, D.; KIMBER, I; BOTHAM, P. A.. Results with OECD recommended positive control sensitizers in the maximization. Buehler and local lymph node assays. Food and Chemical Toxicology. v.31, p.63-67. 1993

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária – Resolução-RDC 79, de 31 de agosto de 2000. Estabelece normas e procedimentos para registro de produtos de higiene pessoal, cosméticos e perfumes e adota a definição de produto cosmético.

Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil. Brasília, DF, 31 ago. 2000, n. 169-E, Seção 1, p. 34.

EWING, G. W.; **Métodos Instrumentais de Análise Química**; vol.01; Ed. Edgard Blucher; São Paulo, cap.09.(1972)

Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial – INMETRO. **Orientação sobre validação de métodos analíticos**, 2010, V.03. (DOQ-CGRE-008) Disponível em: <[http://www.inmetro.gov.br/Sidoq/Arquivos/CGCRE/DOQ/DOQCGCRE-8\\_03.pdf](http://www.inmetro.gov.br/Sidoq/Arquivos/CGCRE/DOQ/DOQCGCRE-8_03.pdf)> Acesso em: 2/02/2013.

LACHANCE, G. R.; FERNAND, C. *Quantitative x-ray fluorescence analysis*. New York, NY: John Wiley & Sons, 1994.

NAGATA, N.; BUENO, M. I. M. S.; PERALTA-ZAMORA, P. G.; **Métodos matemáticos para correção de interferências espectrais e efeitos interelementos na análise quantitativa por fluorescência de raios-X**. *Quím. Nova*[online], vol.24, n.4, pp. 531-539. ISSN 0100-4042.(2001)

OECD Organization for Economic Cooperation and Development. **Guideline for testing of chemicals**. OECD 420 – Acute oral Toxicity – Fixed dose method. Adopted on July 17, 1992.

OECD. Organization for Economic Cooperation and Development **Guideline for testing of chemicals**. OECD 423 – Acute oral toxicity – Acute toxic class method. Adopted on March 22, 1996.

OECD Organization for Economic Cooperation and Development. **Guideline for testing of chemicals**. OECD 425 – Up-and-down procedure. Adopted on September 21, 1998.

OECD Organization for Economic Cooperation and Development. **Guideline for testing of chemicals**. OECD 428 – percutaneous absorption with human pig skin. Adopted on December, 2000.

OGA, S. **Fundamentos da Toxicologia** 2ª Edição. São Paulo. Editora O Atheneu. 2003.

PASCALICCHIO, Aurea. **Contaminação por metais pesados: Saúde pública e medicina ortomolecular**. São Paulo. Annablume. 2002

SCAPIN, M. A. Aplicação da difração e fluorescência de raios X (WDXRF): ensaios em argilominerais. 2003. Dissertação (Mestrado) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN/CNEN-SP, São Paulo.

VIGARELLO, Georges. **História da beleza**. Ediouro Publicações, 2006.

WHO. World Health Organization. **Safety evaluation of certain food additives and contaminants**. Sixty-first meeting of the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (JECFA). Geneva, 2004. 563 p. Disponível em: <<http://www.who.int/publications/2004/924166052X.pdf>>. Acesso em: 10 agosto 2013.

WHO. World Health Organization. **Summary and conclusions. Fifty-third meeting of the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (JECFA)**. Rome, Italy, 1999. 21p. Disponível em: <[http://www.who.int/ipcs/food/jecfaaw/summaries/en/summary\\_53.pdf](http://www.who.int/ipcs/food/jecfaaw/summaries/en/summary_53.pdf)>. Acessado em: 10 agosto 2013.