

DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO EMPREGANDO SILLME E LC-DAD PARA DETERMINAÇÃO DE PARABENOS EM AMOSTRAS DE ÁGUA

**SCHNEIDER, Antunielle; ARIAS, Jean Lucas de Oliveira; MARUBE, Liziane Cardoso; CALDAS, Sergiane Souza PRIMEL, Ednei Gilberto
antunielle.schneider@furg.br**

**Evento: 14ª Mostra de Produção Universitária – Congresso de Iniciação Científica
Área do conhecimento: Ciências Exatas e da Terra – Química – Química Analítica**

Palavras-chave: Parabenos; SILLME; água.

1 INTRODUÇÃO

Os parabenos são uma família de ésteres sintéticos do ácido p-hidroxibenzóico, sendo amplamente utilizados, isoladamente ou através de combinações, como conservantes em produtos de uso diário como cosméticos, alimentos, produtos de higiene pessoal e farmacêuticos.¹

O uso dos parabenos como conservantes deve-se a sua baixa toxicidade, largo espectro de atividade antibacteriana, estabilidade química, biodegradabilidade e baixo custo. No entanto, estudos recentes tem alertado que a exposição à parabenos pode causar perturbações no sistema endócrino, sendo prejudicial à saúde animal e humana.²

Nesse contexto, o objetivo desse estudo foi desenvolver um método empregando a Microextração Líquido-líquido Induzida pelo Efeito Salting-out (SILLME, do inglês *Salting-out Induced Liquid-liquid Microextraction*) e a Cromatografia Líquida acoplada ao Detector por Arranjo de Diodos (LC-DAD) para determinação de metilparabeno e propilparabeno em amostras de água.

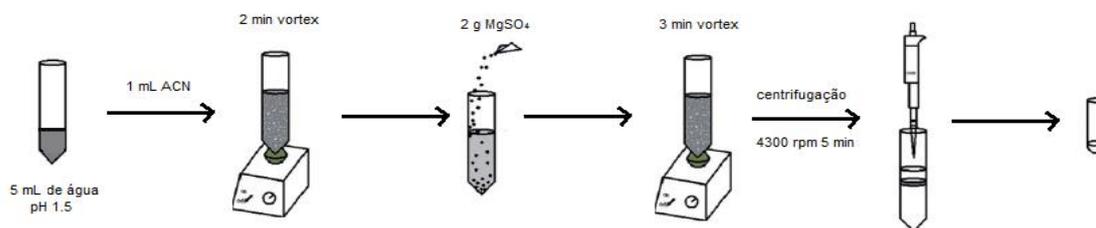
2 REFERENCIAL TEÓRICO

A SILLME surgiu através da busca pelo aumento no rendimento dos métodos e pela redução do consumo de reagentes e tempo envolvidos no processo. Esta técnica integra a limpeza da amostra e a pré-concentração dos analitos em uma única etapa, baseando-se na separação de fases induzida pelo sal. No procedimento, a fase orgânica é separada a partir de uma solução homogênea e simultaneamente os analitos são extraídos para um solvente orgânico quando os sais são adicionados. Este fenômeno ocorre porque a dissolução do sal altera as propriedades do sistema, particularmente a força iônica e a pressão de vapor dos componentes individuais do solvente.³

3 PROCEDIMENTO METODOLÓGICO

A técnica SILLME foi realizada conforme o procedimento descrito na Figura 1.

Figura 1 – Esquema da SILLME utilizada neste trabalho.



Fonte: Du et al, 2014.

A fase orgânica sobrenadante obtida no procedimento foi submetida à análise por LC-DAD, utilizando uma coluna Sinergy C18 (250 mm x 4,6 mm, 4 µm) e fase móvel composta por acetonitrila e água ultrapura pH 3,2 (acidificada com solução de H₃PO₄ 1:1) na proporção 70:30, utilizando modo de eluição por isocrático.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Foram realizadas a separação cromatográfica e os testes preliminares para a otimização do método, incluindo o teste do solvente e do sal, sendo que, a técnica original empregando acetonitrila/MgSO₄ mostrou-se mais eficiente. Os valores de recuperação encontrados foram de 103% para o metilparabeno e 99% para o propilparabeno, com valores de desvio padrão relativo menores que 5% para ambos os analitos.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os resultados parciais com relação a exatidão e a precisão do método mostraram-se satisfatórios empregando o sistema acetonitrila/MgSO₄. Como perspectivas futuras serão analisadas modificações nas demais etapas do método, como a variação do volume de amostra e de solvente, massa de sal, pH da amostra e tempo de agitação. Posteriormente, o procedimento otimizado será submetido à validação, avaliando a eficiência do método através da análise das principais figuras de mérito.

REFERÊNCIAS

1. Ocaña-González, J.A., Villar-Navarro, M., Ramos-Payán, M., Fernández-Torres, R., Bello-López, M.A. New developments in the extraction and determination of parabens in cosmetics and environmental samples. A review. **Analytica Chimica Acta**. 858, 1-15, 2014.
2. Piao, C., Chen, L., Wang, Y. A review of the extraction and chromatographic determination methods for the analysis of parabens. **Journal of Chromatography B**. 969, 139-148, 2014.
3. Du, D., Dong, G., Wu, Y., Wang, J., Gao, M., Wang, X., Li, Y. Salting-out induced liquid-liquid microextraction based on the system of acetonitrile/magnesium sulfate for trace-level quantitative analysis of fluoroquinolones in water, food and biological matrices by high-performance liquid chromatography with a fluorescence detector. **Analytical Methods**. 6, 6973, 2014.