

Boletín InstruQ

Mayo 2016, Volumen 17

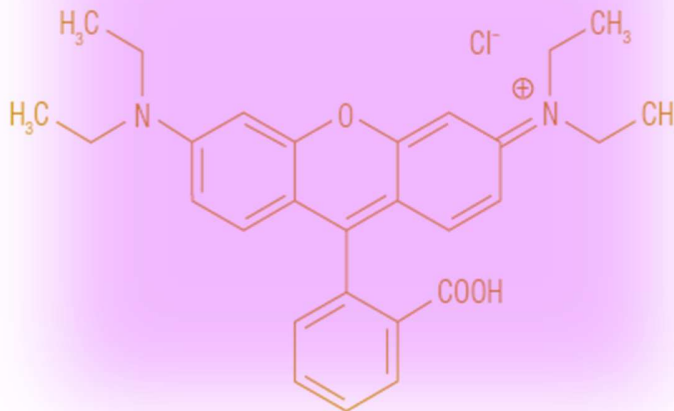


Figure 1. Structure of rhodamine B.



Determinación rápida y sensible de Rodamina B en colorantes.

Palabras clave:

Detector de Fluorescencia, colorantes, HPLC, columna Acclaim 120 C18.

Introducción:

La Rodamina B, es un pigmento sintético de colores brillantes, se ha utilizado ampliamente como colorante en muchas industrias, incluyendo las que producen papel, pinturas, textiles, materiales de empaque de medicamentos, materiales de empaque de alimentos, cuero y porcelana. El contacto a largo plazo con rodamina B puede causar cáncer y problemas en el parto; por lo tanto, se ha prohibido como aditivo.

La adición de rodamina B puede ser también vinculada a la amenaza potencial de cáncer y defectos congénitos en los seres humanos, creando así la necesidad de establecer métodos eficientes y sensibles para su determinación rápida en todas estas áreas. En este caso demostraremos un método en cosméticos.

Equipo:

Cromatografo liquido ultra rápido, Thermo Scientific™ Dionex™ UltiMate™ 3000.

Bomba analítica de doble gradiente DGP-3600RS.

Detector de fluorescencia FLD-3400RS con doble PMT.

Software marca Thermo Scientific™ Dionex™ Chromeleon™ versión 7.2

Condiciones cromatográficas:

Column:	Thermo Scientific™ Acclaim™ 120 C18 Analytical, 3 µm, 3.0 × 150 mm (P/N 063691)
Mobile Phase:	Acetonitrile/100 mM ammonium acetate (dissolve 7.708 g of ammonium acetate in 1 L of DI water without pH adjustment), 40:60 (v/v)
Flow Rate:	0.5 mL/min
Injection Volume:	1 µL (partial-loop injection)
Temperature:	30 °C
Detection:	Fluorescence, excitation at 550 nm, emission at 580 nm

Preparación de estándar:

Solución madre, SIn stock 1

Disolver 0,01 g de estándar rodamina B en 10 ml de agua. La concentración del estándar 1 será 1000 µg / ml.

Solución stock 2

Diluir 200 uL de solución madre del estándar de 1 hasta 10 ml con agua. La concentración del estándar 2 será de 20 µg / ml.

Solución stock 3

Diluir 0,5 ml de estándar 2 hasta 10 ml con agua. La concentración del estándar 3 será 1 µg / ml.

Solución stock 4

Diluir 1,0 ml de estándar 3 hasta 10 ml con agua. La concentración del estándar de 4 estará 100 µg / L.

Preparación de muestras:

Tres muestras de cosméticos: esmalte de uñas, polvos compactos y brillo de labios se adquirieron en un salón de belleza y supermercado en Shanghai, República Popular de China.

Para las muestras de polvos compactos y brillo de labios, añadir 5 ml de agua a 2 g de muestra en un matraz de 10 ml con tapón cónico.

Después de extraer en un baño ultrasónico durante 30 min, filtrar a través de filtros de jeringa de 0,45µ antes de la inyección.

Para el esmalte de uñas, añadir 5 ml de agua y 20 µl de estándar de 500 µg/L de rodamina B a 2 g de la muestra en un balón volumétrico de 10ml con tapón. Después de extraer en un baño ultrasónico durante 30 min, filtrar a través de filtros de jeringa de 0,45 micras antes de la inyección. La concentración de rodamina B en la muestra de esmalte de uñas será de 5ng /g.

Discusión de resultados

Reproducibilidad, linealidad y límite de detección.

La reproducibilidad de método a corto plazo se estimó haciendo siete inyecciones consecutivas de un estándar de calibración con una concentración de 10 µg/L de rodamina B.

El RSD del tiempo de retención fue de 0,09% y el RSD de las áreas fue de 0,75%, lo que demuestra buena precisión a corto plazo para este método HPLC.

La linealidad con el detector de fluorescencia para la rodamina B fue investigada haciendo tres inyecciones consecutivas de 1µL de un estándar preparado en nueve concentraciones diferentes (es decir, 27 inyecciones en total).

Linealidad (Figura 2) desde 2-1000 µg /L se observó al trazar la resultante de la concentración vs al área del pico.

La ecuación de regresión fue $A = 288.02c - 2261$, en la que A representa el área del pico, c representa la concentración de analito, obteniendo un coeficiente de determinación de 0,9995.

Esta curva de calibración se utilizó para cuantificar la rodamina B en las muestras de cosméticos mencionadas.

Siete inyecciones repetidas de un estándar de rodamina B con una concentración de 2 µg/L se utilizaron para la estimación del límite de detección del método (MDL) usando un ruido de la señal-a-ratio = 3. El MDL medido de rodamina B fue 0,5 µg/L.

Análisis de muestras de cosméticos

La Rodamina B no se encontró en la muestra de polvos compactos y en las muestras de brillo de labios, pero 13,5 ng/g fueron encontrados en la muestra de esmalte. La figura 3 muestra tres cromatogramas de un esmalte para uñas no enriquecido y la misma muestra de esmalte enriquecida con rodamina B. La precisión del método fue calculada haciendo tres inyecciones de la muestra de esmalte de uñas enriquecida con un 5ng/g de estándar de rodamina B. La media de la recuperación fue del 96%

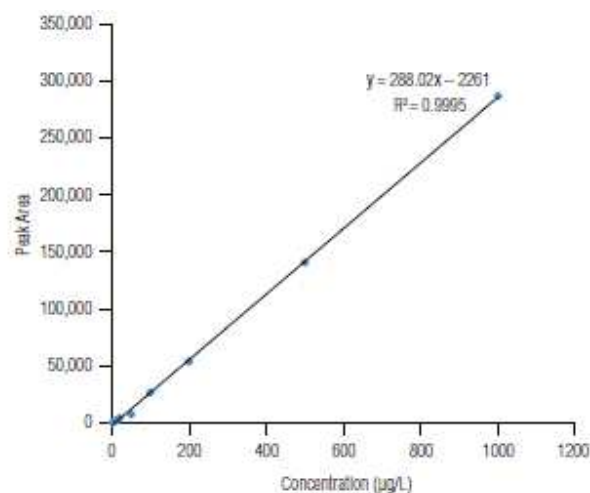


Figure 2. Calibration curve for rhodamine B.

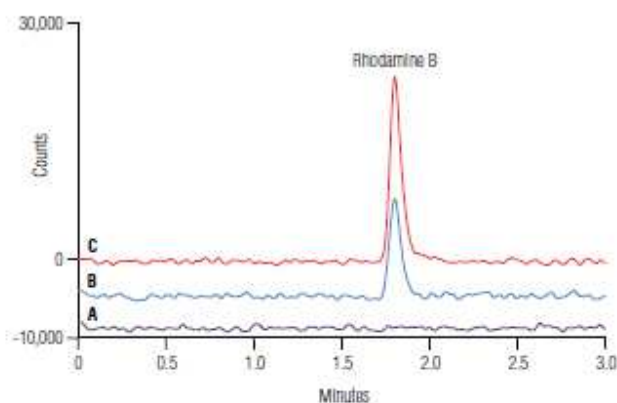


Figure 3. (A) A blank, (B) an unspiked nail polish sample, and (C) the same sample spiked with 5 ng/g of rhodamine B standard.

Conclusión

Este trabajo describe un método deficiente por HPLC utilizando detección de fluorescencia para lograr una rápida y sensible determinación de rodamina B en cosméticos. Las ventajas de este enfoque incluyen un buen método de separación, reproducibilidad y un amplio rango de calibración lineal.

INSTRUQUIMICA S.A DE C.V

Calle San Antonio Abad, Pasaje Valdivieso #11,

San Salvador, El Salvador, C.A

Tel/Fax: (503) 2284-4865; 2284-7413

www.instruquimica.com

Si desea que abordemos algún tema de su interés, no dude en contactarnos al correo:

karevalo@instruquimica.com

Honduras: fasetlab@gmail.com

Búscanos en Facebook como Instruquímica S.A de C.V

