

Validação de método para determinação do quaternário de amônio em presença de amina óxida.

Maria Cristina SANTA BÁRBARA, Lígia Luriko MIYAMARU, Fumiko KODAIRA.

Seção de Cosméticos e Produtos de Higiene.

Instituto Adolfo Lutz – Divisão de Bromatologia e Química

Os compostos quaternário de amônio são largamente utilizados como anti-sépticos, desinfetantes, amaciantes de tecidos, agente antiestáticos como em xampus; devido à sua ação surfactante e a baixa toxicidade. Os surfactantes catiônicos representam a terceira categoria de consumo sendo que as primeiras são a dos aniônicos e não iônicos, que em geral são detergentes pouco espumantes e não são utilizados em combinação com os surfactantes aniônicos. Os cátions quaternários de amônia são íons poliatômicos carregados positivamente e com a estrutura NR_4^+ , sendo R qualquer radical alquila. Ao contrário do próprio íon amônio NH_4^+ e dos cátions amônio primário, secundário e terciário, os cátions quaternários de amônio ficam carregados permanentemente, qualquer que seja o pH do meio. Os cátions quaternário de amônio são sintetizados por meio da alquilação completa da amônia ou outras aminas. A amina óxida (óxido de alquil dimetil amina) é altamente polar e são produzidas pela interação das aminas terciárias e peróxido de hidrogênio.

Em soluções aquosas as aminas apresentam outras propriedades como surfactantes aniônicos ou catiônicos dependendo do pH do meio.

A amina oxida é um tensoativo não iônico em pH neutro ou alcalino. Em soluções ácidas apresenta uma moderada característica catiônica e quando em formulações que contenham o sal de quaternário de amônio se somam a concentração deste, interferindo assim na determinação do quaternário de amônio³. Alguns fabricantes utilizam a combinação do quaternário e amina oxida nos desinfetantes de uso doméstico; pois a amina oxida tem uma ação mais espessante e formadora de espuma, aumentando a viscosidade. Em meio ácido elas se tornam fracamente catiônicas, mas levam vantagem em relação às alcalonamidas, pois não causam desvio de pH. As aminas oxidas

também, são utilizadas para estabilizar a espuma e podem reduzir o potencial de irritação de alguns ingredientes e potencializam a ação dos aniônicos na remoção de sujidades⁵.

O objetivo deste trabalho foi validar uma metodologia para determinação do tensoativo catiônico (quaternário de amônio) em desinfetantes de uso doméstico que contenham amina óxida. Primeiramente, foi determinado na amostra branca o princípio ativo para eliminar interferentes utilizando os dois métodos: Método brometo de dimidium² utilizado normalmente na rotina para esta determinação (denominado Método Convencional) e o Método de Salina; o qual foi validado no laboratório. A amostra branca foi fornecida por um fabricante de desinfetante como também a amina óxida e o quaternário de amônio. Preparou-se 03 amostras nas concentrações de 0,25%p/p, 0,40%p/p e 0,85%p/p de quaternário de amônio contendo amina óxida nas amostras. Para as três concentrações avaliaram-se os dois métodos; o Método Convencional cujos dados são apresentados na Tabela 1. O Método de Salina foi determinado pesando 11 gramas para concentrações até 0,10%; 5 gramas para concentrações até 0,20% e 1 grama para concentrações de 1%. Transferiu-se para uma proveta, adicionou-se 25 mL do tampão salina (100 gramas de sulfato de sódio e 10 gramas de carbonato de sódio para um litro diluído com água destilada) cinco gotas de azul de bromofenol e 25 mL de clorofórmio e titulou-se com solução padronizada de dodecil sulfato de sódio 0,004M, onde observou-se o ponto final da titulação na fase aquosa cor roxa escuro. Para a validação foi observada a exatidão adicionando quantidades conhecidas do princípio ativo a amostra branca contendo amina oxida em três diferentes concentrações, além da amostra branca e padrão. As análises foram realizadas em sete replicatas. Para o teste precisão foi avaliado o critério repetitividade, por meio do desvio padrão e o

Tabela 1. Recuperação das amostras utilizando o método de brometo de dimidium.

Concentração adicionada	Média dos valores encontrados	Média da Recuperação	Desvio padrão	CV
0,25%	0,38%	153%	0,005	1,32
0,40%	0,50%	127%	0,005	1,00
0,85%	0,99%	116%	0,004	0,40

Tabela 2. Recuperação das amostras utilizando o método de salina.

Concentração adicionada	Média dos valores encontrados	Média da Recuperação	Desvio padrão	CV
0,25%	0,25%	98%	0,005	2,00
0,40%	0,39%	98,6%	0,005	1,28
0,85%	0,85%	100%	0,006	0,71

coeficiente de variação que foram calculados do programa Excel da Microsoft. A Tabela 2 representa os resultados do método validado tampão de salina. Em relação ao atributo linearidade percebem-se diferenças significativas entre os métodos. O método brometo de dimidium não apresentou correlação linear entre as concentrações obtidas e as concentrações teóricas.

Conclui-se que o método utilizando o tampão salina apresentou uma recuperação eficiente. Demonstrou-se também, que no método brometo de dimidium a amina oxidada se soma ao quaternário de amônio por encontrar-se em um pH ácido e quando utilizamos o tampão salina o pH do meio torna-se alcalino neutralizando assim a presença da amina oxidada. Este método foi validado na Seção de Cosméticos e Produtos de Higiene para atender as empresas particulares e a Vigilância Sanitária e será utilizado na rotina.

REFERENCIAS

1. Fernandez, A.; Salager, J.L. Surfactantes catiônicos. **Caderno FIRP** n° 304. Venezuela. 2004.
2. Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde [INCQS]. **Determinação tensoativo catiônico**. Rio de Janeiro; 2002.
3. Longman, G.F. **The analysis of detergent products**. London: Wiley. 1976.
4. Miyagi, F; Timenetsky, J; Alterthum, F. Avaliação da contaminação bacteriana em desinfetantes de uso domiciliar. **Rev Saúde Pùb.**34: 444-48,2000.
5. Pinazo, A. Turbidimetric analysis of amine oxides and amine oxide-anionic surfactant mixtures. **J Am Oil Chem Soc.** 73: 143-47, 1996.