



# Avances en la determinación de principios activos en productos cosméticos

Pablo D. Rouge, Eduardo E. López, Alicia Lagomarsino, Graciela Enriquez  
Email: cequipe@inti.gov.ar

## Introducción:

La HPLC es una técnica ampliamente utilizada para el análisis cuali-cuantitativo de materias primas y productos terminados de la industria cosmética y farmacéutica, entre otras. Su difusión se debe principalmente a las características fisicoquímicas de la mayoría de los compuestos activos involucrados: alta polaridad y baja volatilidad.

La principal ventaja de esta técnica frente a las metodologías analíticas clásicas es su especificidad, permitiendo la separación, identificación y cuantificación de los componentes de muestras complejas.

En este trabajo se presentan algunas aplicaciones de la HPLC:

- 1) determinación de triclosán en desodorantes;
- 2) identificación de tensioactivos en shampoo,
  - 2.a) valoración de tensioactivos aniónicos en muestras de shampoo;
  - 2.b) identificación y valoración de cocoamidopropilbetaína y dietanolamida de coco en shampoo.

### 1) Determinación de triclosán en desodorantes

#### - Breve descripción del objetivo de la determinación:

A-Determinar el contenido de triclosán en muestras de diferentes desodorantes empleando la metodología analítica sugerida por el cliente.

B-Ejemplificar el uso de la HPLC en el análisis de productos cosméticos.

#### - Método inicial:

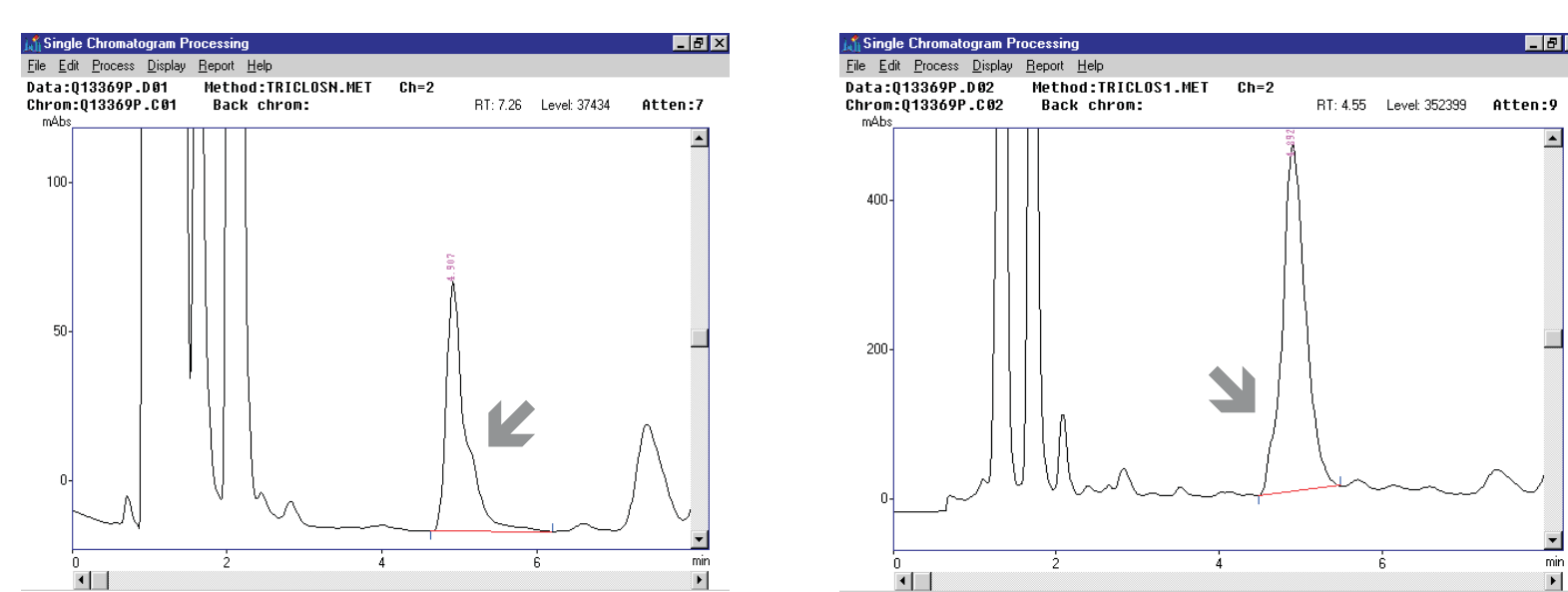
##### Condiciones:

Columna : ODS 5 mm, 125 x 4 mm. Volumen Iny. : 20 µl  
Fase móvil : CH<sub>3</sub>CN-H<sub>2</sub>O (6-4).....0-2 min. Temperatura : 30°C  
CH<sub>3</sub>CN 100% .....2-5 min. λ<sub>detección</sub> : 230 nm  
Caudal : 1 ml/min

Preparación de las muestras: Las muestras se inyectan sin preparación previa.

#### - Inconveniente observado:

Cromatogramas representativos de los inconvenientes observados en la mayoría de las muestras.



#### - Método HPLC definitivo:

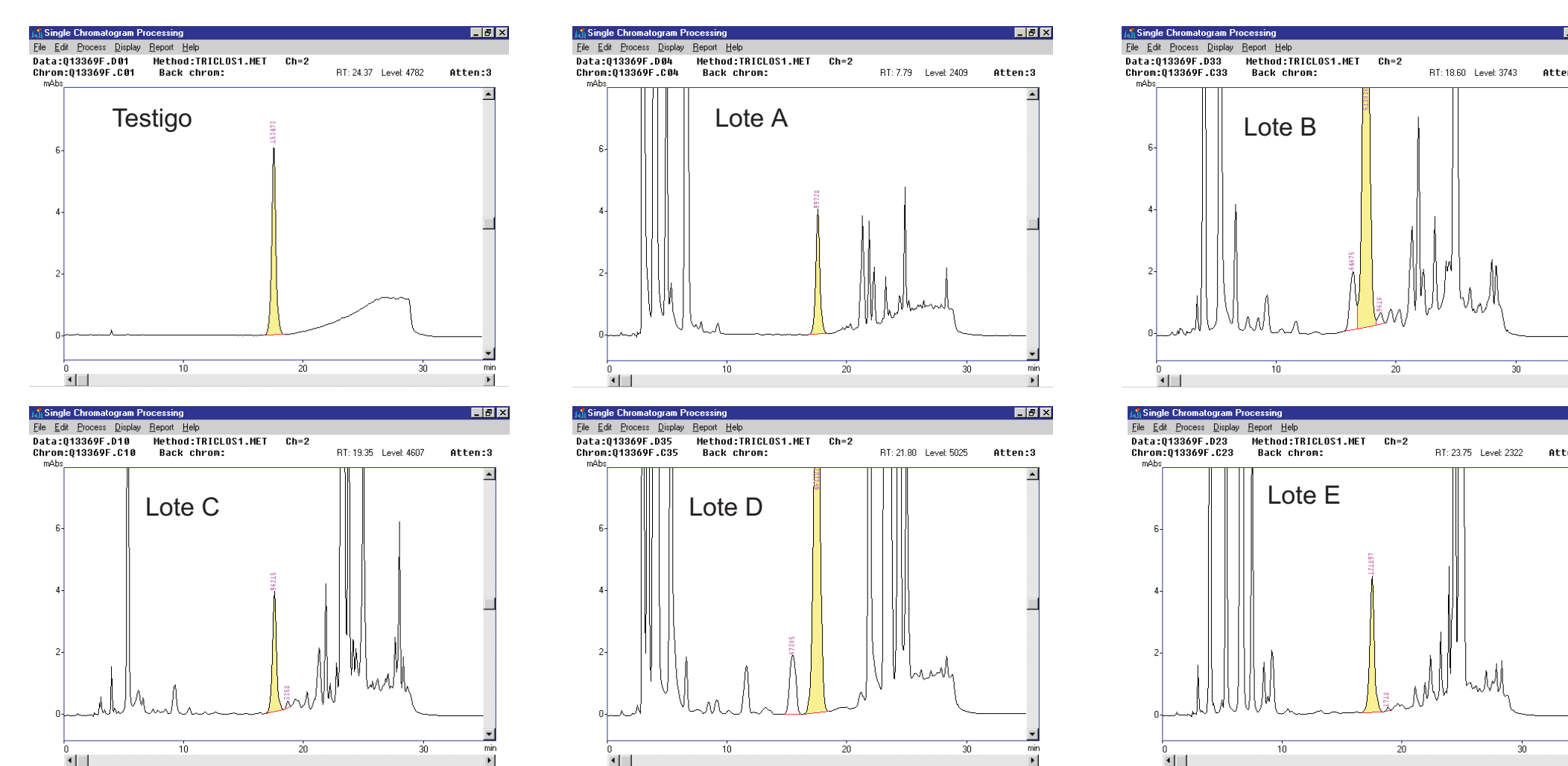
Se optimizan las condiciones del método luego de varios intentos, de modo de lograr una metodología que permita el análisis del mayor número de formulados de desodorantes.

##### Condiciones:

Columna : ODS 5 mm, 250 x 4 mm. Volumen Iny. : 1 ml  
Fase móvil : CH<sub>3</sub>CN-H<sub>2</sub>O (55-45)...0-12 min. Temperatura : 30°C  
CH<sub>3</sub>CN 100% .....20 min. λ<sub>detección</sub> : 280 nm  
Caudal : 1 ml/min

Preparación de las muestras: Las muestras se inyectan sin preparación previa.

#### - Inconveniente observado:



### 2) Determinación de tensioactivos en muestras de shampoo

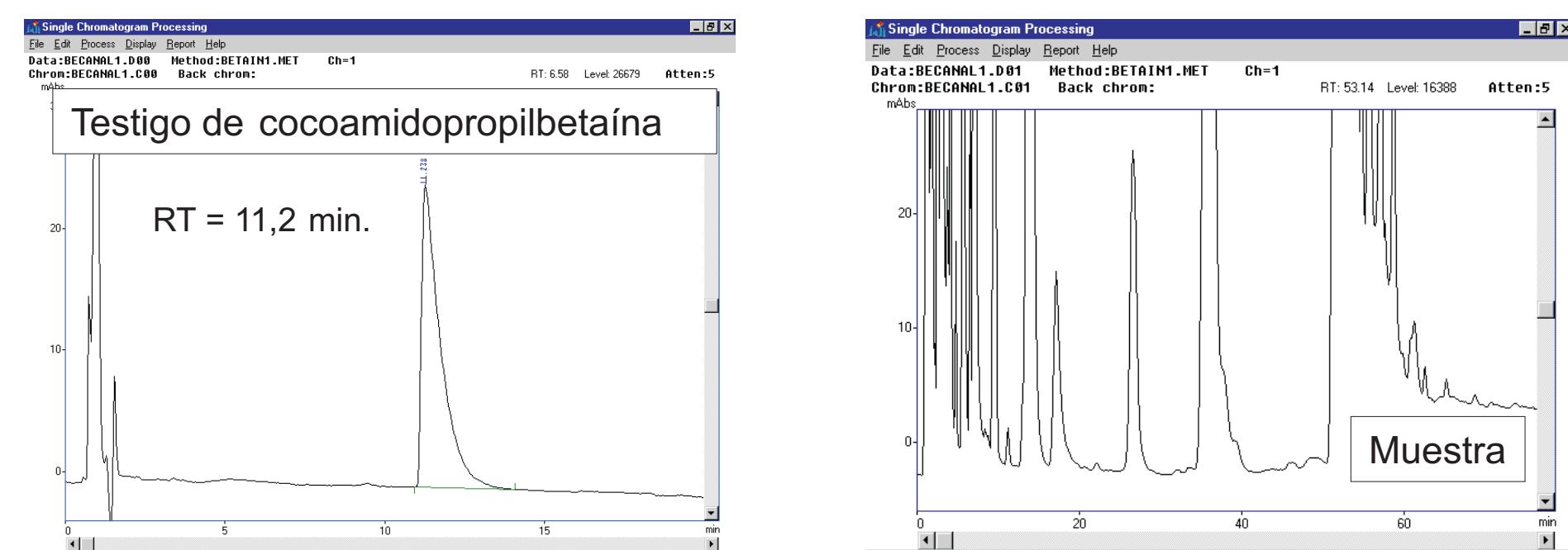
#### - Breve descripción del objetivo de la determinación:

- 2.a) Determinación de tensioactivos aniónicos en las mismas muestras,
- 2.b) determinación de cocoamidopropilbetaína y dietanolamida de coco en shampoo,
- 2.c) desarrollar un método que posibilite el análisis de los componentes mencionados en 2.a y 2.b en muestras de diferentes características.

#### - Análisis:

Como primer intento se corrió una muestra con las siguientes condiciones:

Fase móvil : CH<sub>3</sub>CN-H<sub>2</sub>O (4:6)  
Columna : ODS 125X4 mm, 5µm  
Caudal : 1ml/min  
Volumen inyec.: 30 µl  
λ<sub>detección</sub> : 200 nm

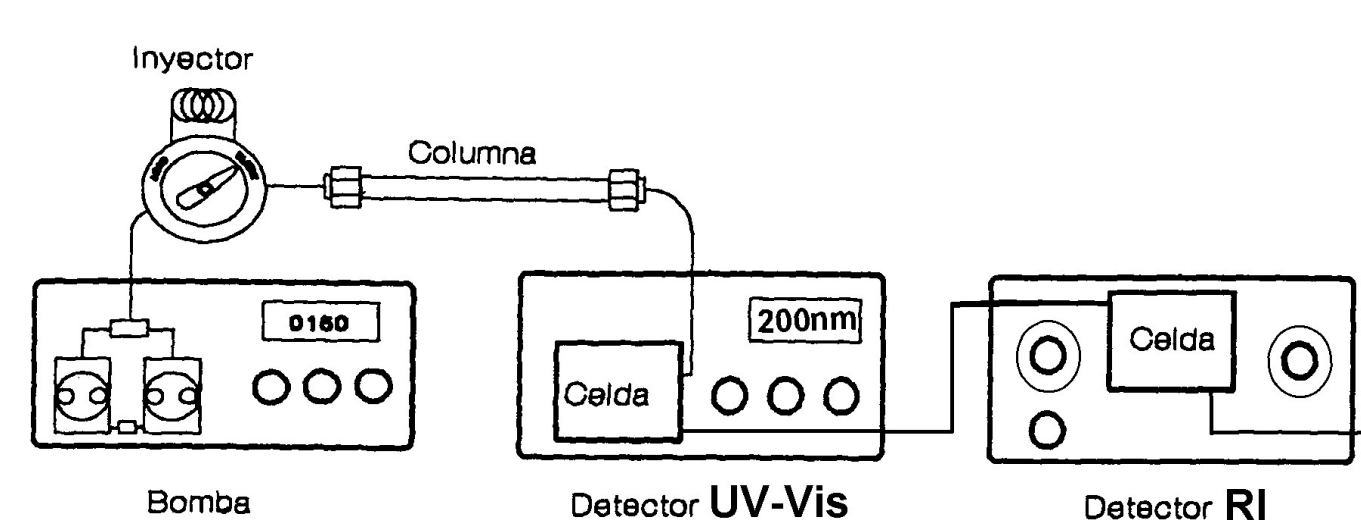


#### - Observaciones experimentales:

No se obtienen resultados experimentales satisfactorios al UV. Solo puede confirmarse la complejidad de las muestras. Posteriormente se intentan diversos gradientes sin lograr buenos resultados. Debido a que la mayoría de los tensioactivos derivados del laurilsulfato no absorben al UV se conectó en serie un detector diferencial de índice de refracción.

#### 2.a) Determinación de tensioactivos aniónicos en las mismas muestras

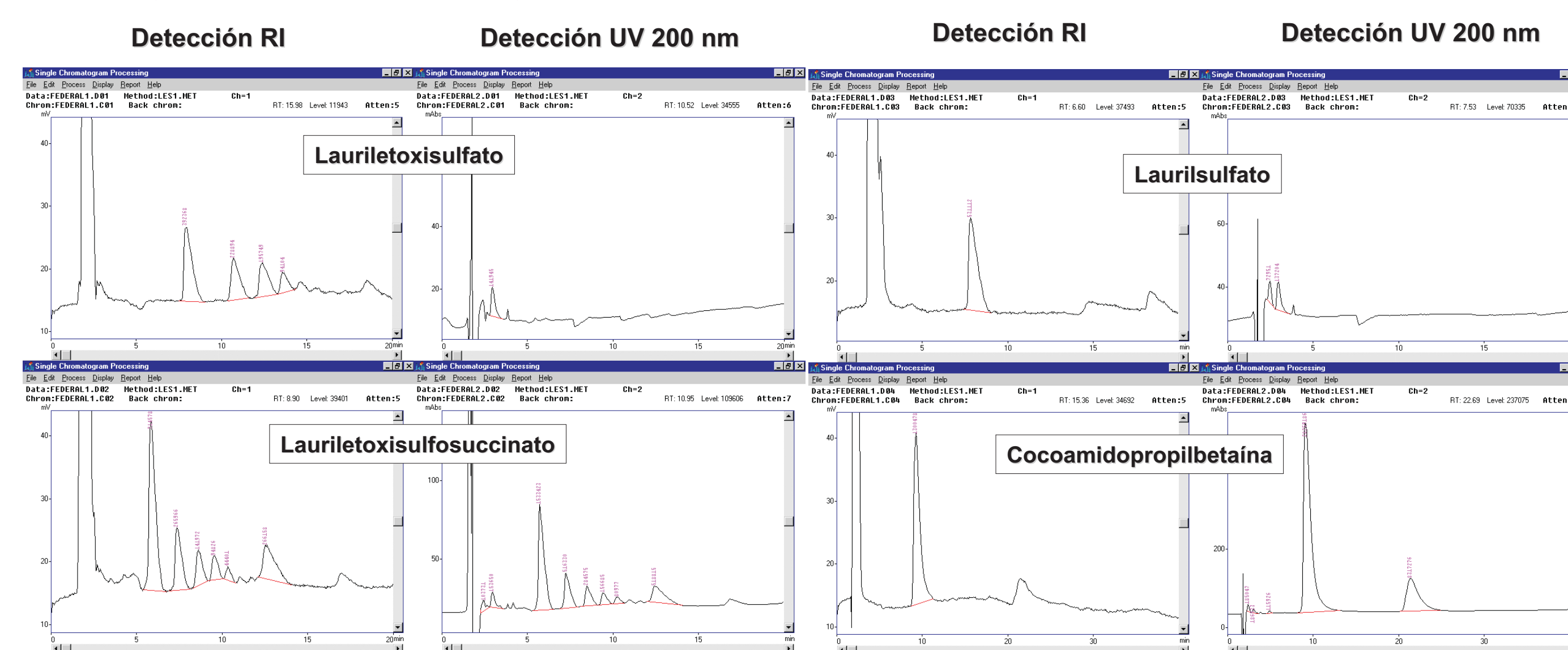
##### - Nueva configuración instrumental:



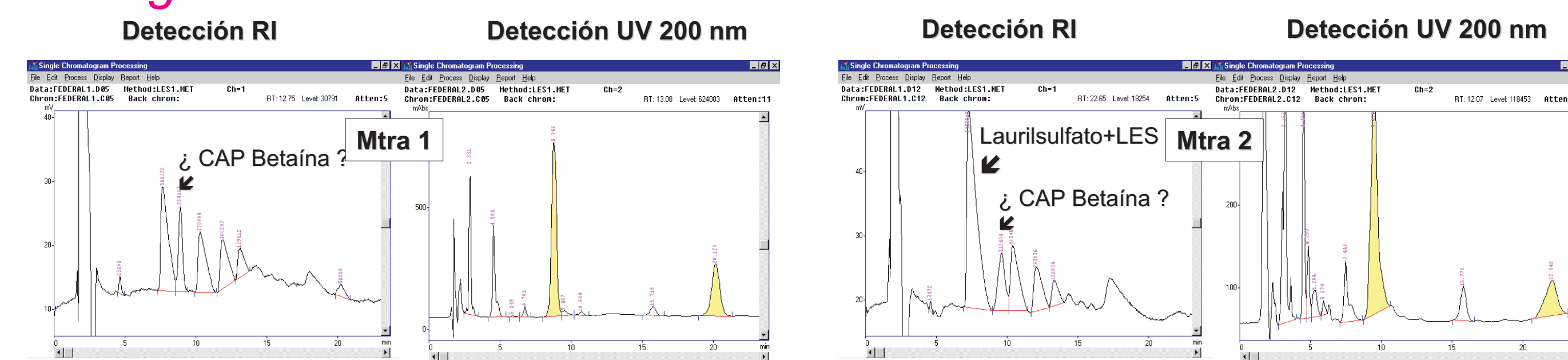
##### - Condiciones Cromatográficas:

Fase móvil : CH<sub>3</sub>OH-Fosfato de tetrabutilamonio 5mM (375-130), pH<sub>final</sub>=7,0 con ácido acético.  
Columna : ODS 250x4 mm, 5µm.  
Caudal : 1,3 ml/min  
Volumen inyec. : 30 µl  
λ<sub>detección</sub> : 200 nm  
Atenuación RI : 8x

#### - Cromatogramas de testigos:



#### - Cromatogramas de muestras:



#### - Comentarios:

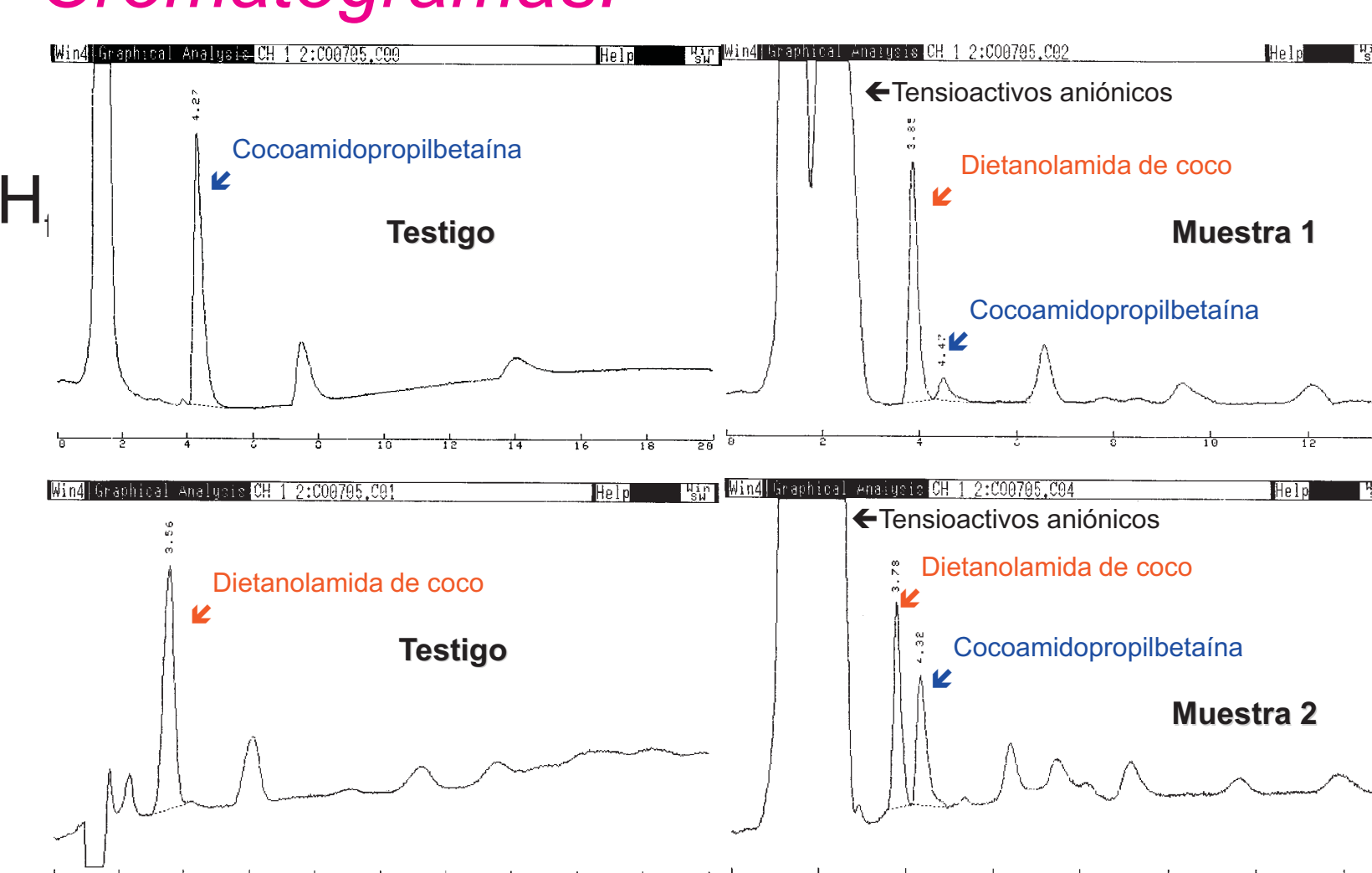
- 1) Laurilsulfato se determina indirectamente,
- 2) debe modificarse el método para la determinación de Cocoamidopropilbetaína y dietanolamida de coco,
- 3) el lauriletoxifosfosuccinato se determina por detección tanto UV como RI

#### 2.b) Determinación de Cocoamidopropilbetaína y dietanolamida de coco en Shampoo

##### - Cromatogramas:

##### Condiciones cromatográficas:

Fase móvil : CH<sub>3</sub>OH-H<sub>2</sub>O (375-130), pH con ácido acético  
Columna : ODS 125X4 mm, 5µm  
Caudal : 1,0 ml/min  
Volumen inyec.: 30 µl  
Atenuación RI : 8X



#### - Comentarios:

Se preparó la fase móvil sin agregado de aparente iónico con el objetivo de evitar la retención de los tensioactivos iónicos.

## Conclusiones:

- La HPLC permite el análisis cuali y cuantitativo de diferentes productos cosméticos.
  - Tiempos de análisis relativamente cortos.
- A diferencia de metodologías clásicas, posibilita la separación e identificación de los tensioactivos comúnmente empleados.
  - Permite controlar la calidad de las materias primas utilizadas.
- Se requieren columnas fácilmente aseptables e instrumental de baja complejidad.