

APLICAÇÃO DE MÉTODO ESPECTOFOTOMÉTRICO PARA DETERMINAÇÃO DE ÁCIDO ASCÓRBICO EM COSMÉTICOSⁱ

APPLICATION OF SPECTOPHOMETRIC METHOD FOR DETERMINATION OF ASCORBIC ACID IN COSMETICS

Maria Fernanda Souza Tucunduva de Melloⁱⁱ; Prof. Ma. Mirian Arid Soares
(Orientadora)ⁱⁱⁱ; Prof. Dr. Klauss Engelmann (Coorientador)^{iv}

RESUMO

Introdução: A vitamina c ou ácido ascórbico é um importante antioxidante utilizado na indústria cosmética. **Objetivo:** Avaliar a aplicação de uma metodologia já estabelecida para sua determinação em produtos cosméticos, visando simplificar os métodos atualmente utilizados e apresentar alternativas mais econômicas e de fácil reprodução. **Material e métodos:** Foram definidos parâmetros para análise de um sérum facial formulado e comercial com 10% de vitamina C pura. **Resultados:** Na análise, foram obtidos valores de 7,77% inicialmente e 5,47% após um mês, evidenciando a instabilidade e degradação do AA em sua forma pura. **Conclusão:** Os resultados ressaltam a dificuldade de trabalhar com essa substância, mas também demonstram a importância de monitorar sua concentração por meio da metodologia proposta, garantindo a eficácia dos produtos cosméticos.

Palavras-chave: ácido ascórbico, determinação, vitamina c, cosméticos.

ABSTRACT

Introduction: Vitamin C (ascorbic acid) is an important antioxidant used in the cosmetic industry. **Objective:** To evaluate the application of an already established methodology for its determination in cosmetic products, aiming to simplify the methods currently used and present more economical and easily reproduced alternatives. **Material and methods:** Parameters were defined for the analysis of a commercially formulated facial serum with 10% pure vitamin C. **Results:** In the analysis, values of 7.77% were obtained initially and 5.47% after one month, highlighting the instability and degradation of AA in its pure form. **Conclusion:** The results highlight the difficulty of working with this substance, but also demonstrate the importance of monitoring its concentration through the proposed methodology, ensuring the effectiveness of cosmetic products.

Keywords: ascorbic acid, determination, vitamin C, cosmetics.

ⁱ Artigo apresentado como requisito parcial do Trabalho de Graduação, no Curso Superior de Tecnologia em Cosméticos, da Faculdade de Tecnologia de Diadema Luigi Papaiz.

ⁱⁱ Graduanda do Curso de Tecnologia em Cosméticos, da Faculdade de Tecnologia de Diadema Luigi Papaiz. (maria.mello6@fatec.sp.gov.br)

ⁱⁱⁱ Docente da Faculdade de Tecnologia de Diadema Luigi Papaiz. Contato: mirian.soares@fatec.sp.gov.br

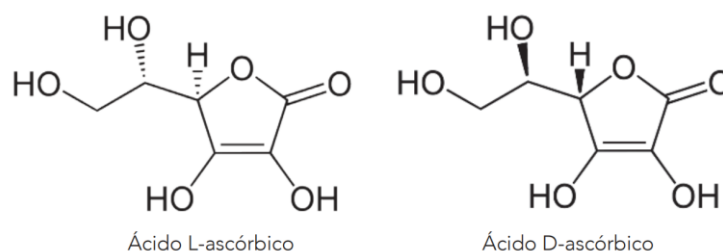
^{iv} Docente da Faculdade de Tecnologia de Diadema Luigi Papaiz. Contato: klauss.engelmann@fatec.sp.gov.br

1 INTRODUÇÃO

Atualmente o ácido ascórbico ou vitamina c, está presente em diversas formulações cosméticas de mercado, sendo requisitado principalmente pelas suas propriedades antioxidantes.

A vitamina C também chamada de ácido ascórbico, L-ácido ascórbico, ácido deidroascórbico, ascorbato e vitamina antiescorbútica é um composto hidrosolúvel baseado numa forma oxidada da glicose $C_6H_8O_6$, portanto uma alfacetolactona de seis carbonos formando um anel lactona, um grupo enadiol bifuncional com uma carbonila adjacente. O ácido ascórbico pode ser encontrado de duas formas, ácido L-ascórbico a forma reduzida e o ácido dehidroascórbico sendo a sua forma oxidada. (Vanuchi 2018; Barcia et al 2010)

Figura 1 – estruturas do ácido ascórbico



Fonte: Vanuchi 2018.

Em cosméticos outras formas da vitamina são utilizadas como o fosfato de ascorbila, palmitato de ascorbila e ascorbila-glucoside pois, embora a forma ativa (ácido L-ascórbico), ou seja, aquela que realmente age como antioxidante a mesma se torna instável em formulações pela oxidação causada pela exposição ao ar. O AA depende do pH para penetrar na pele dependendo de que esteja menor que 3,5, assim removendo sua carga iônica permitindo sua ação, também a concentração de 20% é a máxima para permeação cutânea, sendo observado que concentrações maiores pioram sua absorção. (Costa, 2012)

Um estudo realizado por Pinnell, et al (2001) analisou os parâmetros de formulações com ácido ascórbico e seus derivados para melhor ação antioxidante. Foi observado que em pH menor que 3,5 demonstrando que a molécula necessita estar deionizada para ocorrer absorção. Os testes realizados também demonstraram que

o fosfato de ascorbil magnésio e ascorbil-6-palmitato não são substitutos eficazes para o ácido L - ascórbico em formulações para uso tópico.

O uso de antioxidantes em cosméticos está associado com os danos causados pela formação de radicais livres, sendo a principal ação a proteção da pele e a inibição dos desses radicais livres (Oliveira et al, 2023).

Radicais livres são moléculas instáveis que se tornam altamente reativas ao perderem um elétron da camada mais externa. Essas moléculas buscam um elétron de outras moléculas ocasionando em diversas interações. Essa reatividade excessiva pode ser prejudicial ao organismo, razão pela qual os radicais livres devem ser neutralizados por substâncias antioxidantes. Além da função de combater os radicais livres, a vitamina C também atua como cofator na hidroxilação da hidroxiprolina, essencial para a formação do colágeno, e na biossíntese de melanina. Portanto, seu uso contínuo pode contribuir para o clareamento da pele, além de melhorar a elasticidade e firmeza cutânea, evidenciando os benefícios da aplicação tópica dessa vitamina (Lornadini, 2005).

Em formulações cosméticas a vitamina c é utilizada em sérums e cremes sendo que o primeiro permite uma melhor aplicação, textura mais leve e fluida, já o segundo promove maior absorção da pele, usualmente a concentração utilizada está entre 5 a 20% sendo mais eficaz com no mínimo 10% (Cossetim et al, 2016; Andrade e Braga, 2023).

1.1. MÉTODOS ANALÍTICOS

Alguns métodos já estudados para a determinação do AA de resumem no uso de espectrofotometria, sistema de injeção em fluxo e HPLC.

Segundo Teshima, et all (2001) propôs um método espectrofotométrico para determinar simultaneamente ácido ascórbico (AA) e cisteína (Cys) usando um sistema de injeção em fluxo com célula de fluxo dupla. O método explorou a capacidade do ácido ascórbico e da cisteína de reduzir o ferro (III) a ferro (II) na presença de 1,10-fenantrolina, formando complexos coloridos que podem ser detectados por espectrofotometria. O cobre (II) foi utilizado como catalisador para acelerar a reação, permitindo a determinação de AA na ausência de cobre (II) e a determinação de AA

e Cys na presença de cobre (II). Concluiu-se que a espectrofotometria combinada com a injeção em fluxo (FI) foi eficaz para a determinação simultânea de ácido ascórbico e cisteína, proporcionando resultados rápidos, precisos e com baixo consumo de reagentes.

Outro estudo realizado por Balager, et al (2008) utilizou a cromatografia líquida para determinar simultaneamente o AA e seus derivados comuns em cosméticos como AG (ascorbyl glucoside); AP (ascorbyl palmitate); APH (ascorbyl phosphate). Utilizou-se uma fase estacionária de octadecilsílica (C18) e uma fase móvel gradiente de fase do etanol: tampão fosfato 50 mM em diferentes pHs (contendo 0,1 M NaCl) O método proposto foi validado pela análise de um material feito em laboratório e seis amostras comerciais de cosméticos para clareamento da pele. O método permite que qualquer mistura dos quatro agentes de clareamento da pele seja separada em boa resolução e sem interferência de outras matrizes cosméticas.

O estudo de Shrivastava, et al (2005) descreve um método espectrofotométrico para determinar o ácido ascórbico em frutas, bebidas e produtos farmacêuticos, envolvendo a redução do Cu^{2+} a Cu^{+} pelo ácido ascórbico, que reage com neocuprina para formar um complexo colorido com absorção máxima em 460 nm, extraído com PBITU em clorofórmio. Entre as variáveis químicas estudadas que afetam a formação do complexo, o pH foi o mais importante. A faixa de pH ótima para o desenvolvimento completo da cor do complexo na fase aquosa está na faixa de pH de 3,5-8,5. O método também foi livre da interferência, observando que o limite de tolerância de algumas espécies estranhas como ácido fólico (1500), fumarato ferroso (2500), vitaminas B1, B2 (600), B6 (350), B12 (300), nicotinamida (1000), pentotenato de cálcio (1500), ácido cítrico (250), ácido tartárico (500), ácido málico (450), glicose (600), sacarose (800).

O método proposto visa utilizar a espectroscopia de absorção molecular que, por definição baseia-se em um método quantitativo onde a determinação se dá pela interação de radiação com as moléculas do analito. Nesse processo a transferência de cargas ocorre no processo de absorção de luz onde há troca de energia entre um campo que possui luz para uma molécula. Quando a absorção ocorre, um elétron é

transferido de um orbital (estado de baixa energia) passando para um orbital maior ficando em estado excitado (Vasconcelos, 2019; Hage e Carr, 2012).

Nesse método observa-se o quanto de luz ou radiação uma molécula é capaz de absorver decorrendo do comprimento de onda, focando no visível tem faixa de 380-780nm. A capacidade de uma molécula absorver radiação em um comprimento de onda específico chama-se absorbância que, se relaciona com a transmitância visto que, quanto mais uma molécula absorve menos luz ela transmite. Durante esse processo é aplicada a lei de Lambert-Beer que relaciona a concentração de um analito e a distância do feixe através da amostra com a quantidade de luz absorvida, sendo expressa pela eq.(1).

$$A=\epsilon.b.c \quad (1)$$

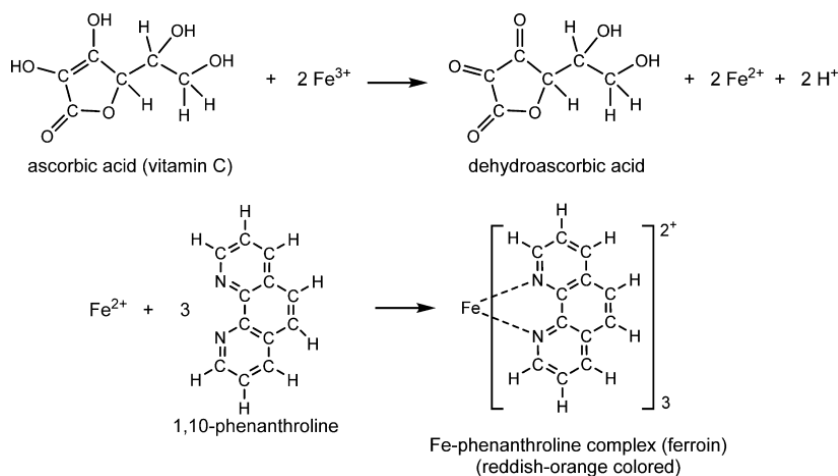
Onde A é absorbância em determinado comprimento de onda, ϵ é a absorvidade molar, b é a distância percorrida pelo feixe (caminho ótico) e c é a concentração do analito (Skoog, 2006).

Para esse análise o aparelho utilizado é o espectrofotômetro UV-VIS, onde é utilizado uma lâmpada de tungstênio que emite radiação na região visível passando para o monocromador que difere a luz em diferentes feixes onde um sistema de fenda foca em um para passar pela amostra, que está na cubeta normalmente de 1 cm onde, após a passagem um detector lê o valor de transmitância posteriormente convertendo em absorbância (Pavia et al, 2010; Skoog, 2006).

Sabendo que o Fe^{2+} absorve na região do ultravioleta, portanto é necessário sua modificação. Quando o Fe^{2+} reage com a 1,10 fenantrolina forma um composto de cor alaranjada que absorve no seu máximo na faixa de 510 nm, na região visível. O reagente o-fenantrolina é seletivo em pH 4,7 que, em presença de Fe^{2+} forma um complexo de estequiometria 1:3 (Rigueto, 2014; Breitzkreitz et al, 2014).

A reação do ácido ascórbico com o Fe^{3+} e a formação do complexo ferroína $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$ pode ser observada conforme figura 2.

Figura 2 – Reação ácido ascórbico com o Fe³⁺ e a formação do complexo ferroína



Fonte: Adem et al., 2016.

Este trabalho visa utilizar das propriedades antioxidantes do ácido ascórbico para reduzir o Fe³⁺ a Fe²⁺, assim formando o complexo ferroína [Fe(phen)₃]²⁺, e analisar utilizando a espectroscopia UV-VIS na faixa do visível, permitindo a determinação indireta do ácido ascórbico em formulações cosméticas.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 REAGENTES

Foram utilizados reagentes como Cloreto de ferro (III) de marca Cromoline, acetato de amônio de marca Merck, 1,10 – fenantrolina da Anidrol e ácido ascórbico da Synth, também foram utilizadas soluções de ácido sulfúrico. Durante a análise os reagentes utilizados foram pesados em balança analítica da marca Quimis modelo Q500B210C. Todas as soluções lidas foram realizadas em espectrofotômetro modelo Q89U2M5 da Quimis, utilizando cubetas de plástico com 10mm de caminho ótico. As medidas de pH foram realizadas utilizando pHmetros da Gehara e Hanna Instruments de modelos PG1800 e HI 2221, respectivamente.

2.2 PROCEDIMENTO

Antes de dar início a análise, todas as soluções a serem utilizadas foram previamente preparadas. Uma solução de Fe³⁺ com concentração de 0,046 mol.L⁻¹

utilizando o sal de Cloreto de ferro (III) assim como as soluções de 1,10 Fenantrolina (phen) a 0,25%, solução de acetato de amônio a 2 mol.L^{-1} e solução de ácido sulfúrico a $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$. Para preparar a solução estoque de ácido ascórbico foi preparada uma solução com a concentração de 0,0196% (m/v). Para análise adicionou-se em 6 balões volumétricos 2 mL da solução tampão. Em seguida, foram adicionadas concentrações da solução estoque ácido ascórbico que variaram de 0,1 a 0,6 mL respectivamente em cada balão. Para as amostras foram feitas as diluições em 2 vezes. Posteriormente, foram adicionados 0,5 mL da solução de Fe^{3+} e 0,5 mL de 1,10 fenantrolina a 0,25%. Por último, foi acertado o menisco com ácido sulfúrico a $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$. Além disso, também se preparou um sétimo balão com todas as soluções e concentrações das demais, porém sem o analito para ser utilizado com branco. Cada solução padrão foi transferida para uma cubeta de plástico previamente lavada com água destilada e ambientada com cada solução respectivamente.

Figura 3 – Soluções padrões e amostra para análise



Fonte: Autoria própria

Visando estabelecer as condições ideais para o preparo das soluções, foi realizado um teste de estabilidade utilizando diferentes concentrações de ácido sulfúrico ($0,0$; $0,01$; $0,1$ e $0,15 \text{ mol.L}^{-1}$). As soluções foram monitoradas individualmente, junto com o branco, por 30 minutos a 511 nm. Para comparação, também foi realizada a determinação de ácido ascórbico por iodometria, método volumétrico descrito na Farmacopeia Brasileira, consiste em uma volumetria de oxido redução do iodo com o amido na presença do ácido ascórbico. A solução de iodo deve ser padronizada, entretanto como não temos padrão primário disponível, deve-se padronizar uma solução de tiosulfato de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) como padrão secundário do iodo. Para a padronização utilizou-se uma solução de tiosulfato de sódio $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ como titulante e o titulado foi preparado pesando aproximadamente 0,018g de KIO_3 , transferindo quantitativamente para um frasco de iodo, posteriormente foi adicionado 5mL de KI 20% e em sequência 5mL de HCL concentrado. Esse frasco foi

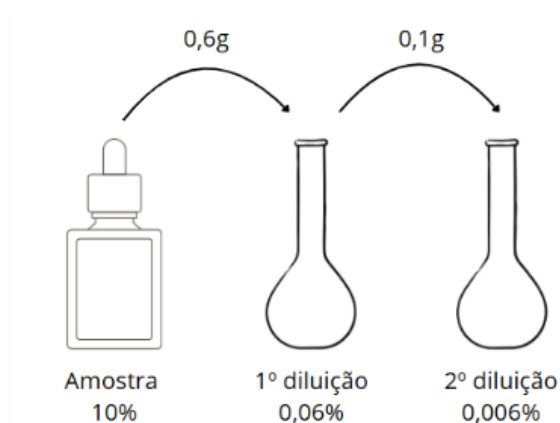
tampado e deixado em descanso por 10 minutos, no fim foi imediatamente titulado, esse procedimento foi realizado 4 vezes. Para efeito de comparação uma amostra de s rum foi formulada no laborat rio com 10% de Vitamina C e analisada nos mesmos par metros anal ticos estabelecidos para a amostra comercial.

2.2.1 Amostras cosm ticas com vitamina C

Para valida  o da metodologia foi analisada uma amostra contendo vitamina c em sua composi  o. O produto de mercado analisado, foi o s rum 10% vitamina C da marca Dailus de linha *Sweet Skin*.

O s rum foi escolhido por prometer uma alta concentra  o de  cido asc rbico pura, como diz no rotulo, al m disso, tem a sua poss vel concentra  o divulgada pela marca. Para efeito de compara  o uma segunda amostra de s rum facial foi formulada no laborat rio com 10% de vitamina C. Por se tratar de produtos com alta concentra  o de  cido asc rbico foi necess rio diluir as amostras originais, garantindo uma concentra  o dentro da curva anal tica realizada, t mb m pela viscosidade das amostras e forma  o de espuma as quantidades foram pesadas para garantir o volume escolhido. O esquema de dilui  o pode ser observado conforme figura 4.

Figura 4 – Esquema de dilui  o



Fonte: Autoria pr pria

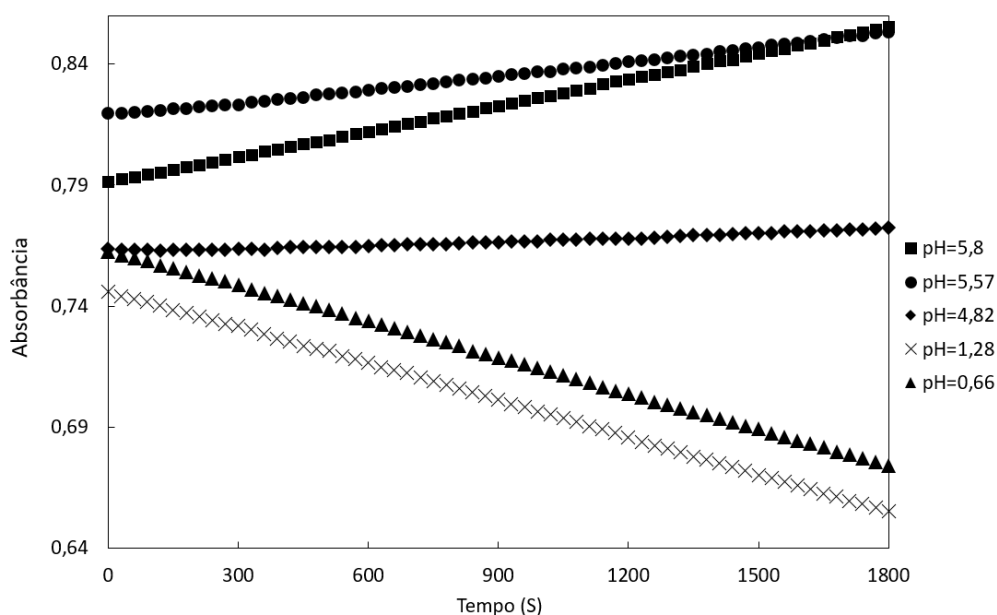
As dilui  es foram realizadas pesando-se 0,6 da amostra, ap s diluir e transferir para um bal o de 10mL acertou-se o menisco e ap s completa solubiliza  o foi pesado 0,1 dessa primeira dilui  o e transferiu-se para um bal o de 10mL.

3 RESULTADOS

3.1 TESTE DE ESTABILIDADE

Visando estabelecer os parâmetros para o preparo das soluções para a análise realizou-se um teste de estabilidade com soluções preparadas com diferentes concentrações de ácido sulfúrico, sendo elas: sem ácido, 0,01; 0,1 e 0,15 mol. As soluções preparadas foram analisadas individualmente juntamente com o branco, durante 30 minutos no comprimento de onda de 511nm. Posteriormente foi medido o pH para verificar qual há maior estabilização, os valores foram respectivamente 5,8; 5,57; 4,82; 1,28 e 0,66. No gráfico abaixo observa-se que a solução em pH 4,5 (H_2SO_4 0,1 mol) apresentou pouca variação e, portanto, melhor estabilidade.

Gráfico 1 – Teste estabilidade em diferentes pH

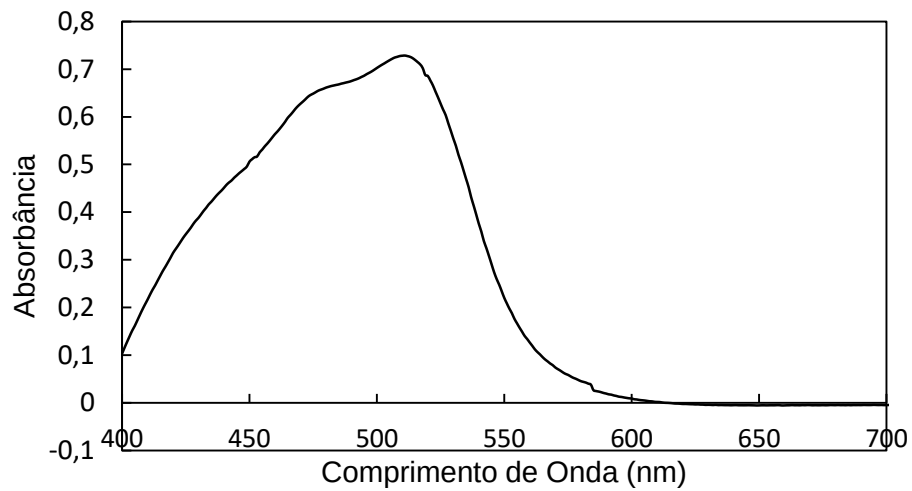


Fonte: Autoria Própria

3.2 ESPECTRO DE ABSORÇÃO

O espectro de absorção foi realizado para verificar em qual comprimento de onda (nm) há o pico de absorção nas soluções padrão. Analisou-se o padrão 3 com o branco, podemos observar que, segundo o gráfico 2 o pico de absorção foi em 511 nm, correspondendo ao encontrado na literatura para o complexo ferroína $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$.

Gráfico 2 – Espectro de absorção



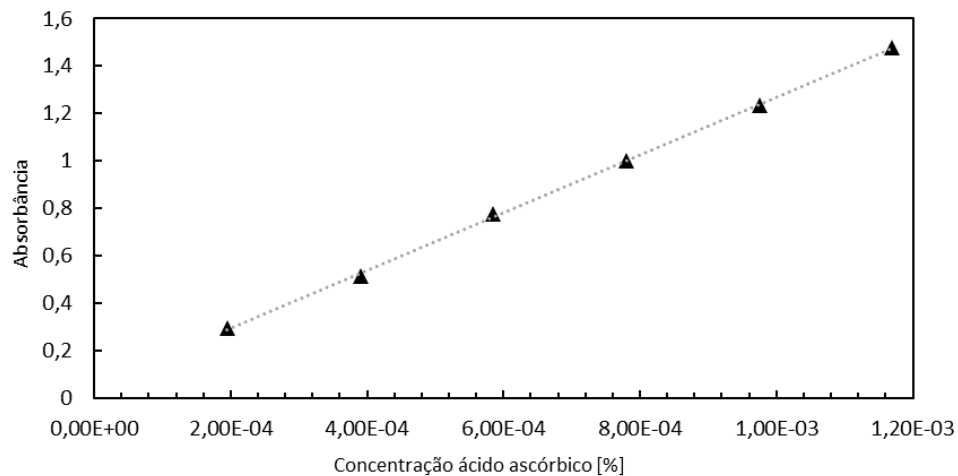
Fonte: Autoria Própria

3.3 CURVA ANALÍTICA

As soluções padrões nas cubetas foram analisadas no espectrofotômetro no comprimento de onda de 511 nm. Com os dados das absorbâncias os valores de concentração dos padrões foram obtidos através da equação 1.

A faixa de concentração obtida foi de $1,95 \times 10^{-4}$ à $1,17 \times 10^{-3}\%$. A curva analítica obtida pode ser observada no gráfico 3.

Gráfico 3 – Curva analítica



Fonte: Autoria Própria

A curva obtida obteve R^2 de 0,9996. Obteve 1217,7 para o coeficiente linear e 0,0516 para o coeficiente angular, também representando a absortividade molar do complexo formado. A equação da reta obtida pode ser observada conforma eq. (2)

$$A_{511nm} = 0,1218 + 0,0516 \times C \quad (2)$$

O resultado obtido da curva demonstra uma ótima linearidade e precisão devido ao R^2 próximo de 1, significando também que o preparo das soluções analisadas foi correto e preciso, ajudando na confiabilidade do método.

3.4 LIMITES DE DETECÇÃO E DETERMINAÇÃO

Preparou-se duas soluções “branco” que foram lidas uma contra a outra 10 vezes. Os valores de absorbância assim como a média e o desvio padrão, podem ser observados na tabela 1.

Tabela 1 – Leitura “branco” contra “branco”

Leituras	Absorbância
1	-0,0078
2	-0,0105
3	-0,0063
4	-0,0072
5	-0,0101
6	-0,0102
7	-0,0073
8	-0,0075
9	-0,0065
10	-0,0071
Média	-0,00805
Desvio Padrão (σ)	0,001593

Fonte: Autoria Própria

O limite de detecção foi obtido seguindo a eq. (3) e o limite de determinação conforme eq. (4).

$$L_{detecção} = \frac{\sigma \times 3}{absortividade\ molar} \quad (3)$$

$$L_{determinação} = \frac{\sigma \times 10}{absortividade\ molar} \quad (4)$$

O limite de detecção obtido foi 0,092616% e o valor do limite de determinação foi 0,308721%.

3.5 TESTE DE REPETIBILIDADE

Para realização do teste foram preparadas 10 soluções com a mesma concentração da solução estoque de ácido ascórbico, estas foram lidas individualmente com uma solução branco. Os resultados podem ser observados na tabela 2.

Tabela 2 – Leitura de 10 soluções com mesma concentração de ácido ascórbico

Leituras	Absorbância
1	0,7523
2	0,7263
3	0,7782
4	0,7116
5	0,6424
6	0,7064
7	0,6977
8	0,7367
9	0,7424
10	0,7877
Média	0,72817
Desvio Padrão (σ)	0,042086

Fonte: Autoria própria

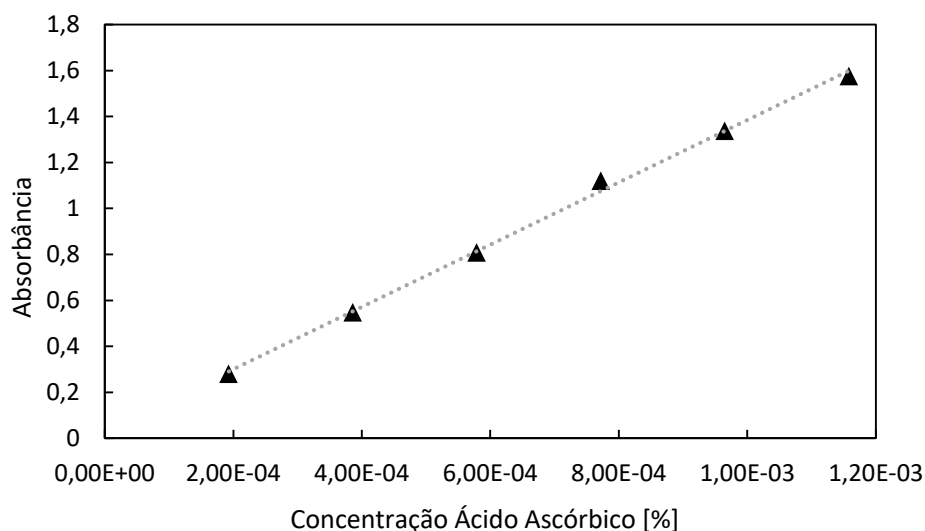
Observando os valores obtidos pode-se dizer que método é preciso, pois tem pouca variação, visto o valor de desvio padrão.

4 DETERMINAÇÃO EM FORMULAÇÕES COSMETICAS

4.1 ANÁLISE DA AMOSTRA COMERCIAL

Todas as soluções amostras foram analisadas em espectrofotômetro seguindo os parâmetros já estabelecidos. Foram preparadas 6 soluções padrão juntamente com 1 branco e uma solução amostra. A solução amostra foi preparada pipetando 1,0 mL da 2ª diluição realizada, 1,0 mL da solução de FeCl_2 , 2,0 mL da solução tampão acetato de amônio e 0,5 mL de fenantrolina 0,25%. A curva analítica pode ser observada abaixo.

Gráfico 4 – Curva analítica amostra comercial



Fonte: Autoria própria

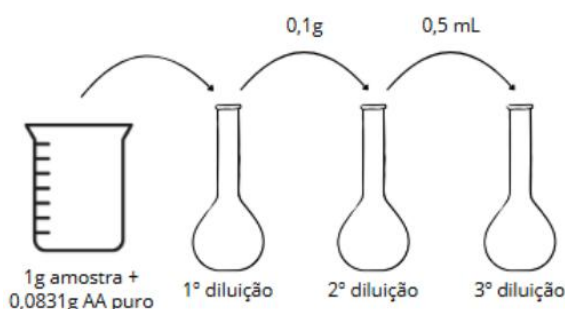
A faixa de concentração de trabalho na curva analítica foi de $1,93 \times 10^{-4} \%$ e $1,16 \times 10^{-3} \%$, e a curva analítica apresentou R^2 de 0,9978, demonstrando boa linearidade, o coeficiente linear de 1355,4 e um coeficiente angular de 0,0296.

A concentração da amostra foi calculada pela equação da reta e considerando o fator de diluição, resultando em um teor de $7,77 \pm 0,004\%$ de Vitamina C na amostra de sêrum comercial. Após um mês, nova análise indicou concentração de $5,47 \pm 0,002\%$, evidenciando degradação devido à instabilidade da vitamina C pura.

4.1.1 Teste de Recuperação

O teste de recuperação consiste em adicionar na amostra uma concentração conhecida do analito, no caso o ácido ascórbico, para observar se a absorbância está aumentando com relação a concentração do analito, mantendo as condições já citadas, bem como os elementos da formulação, ou matriz da amostra. Como a análise mostrou uma concentração de 7,77% visando aumentar para aproximadamente 15% foi adicionado 0,0831 g de ácido ascórbico puro em 1 g da amostra após dissolução foi transferido para um balão de 10 mL. O processo de diluição seguiu esquema abaixo.

Figura 5 – Esquema diluição



Fonte: Autoria própria

Para análise seguiu conforme citado no item anterior, foi obtido absorbância de 1,0980 e concentração de 14,55% confirmando que a absorbância aumenta com relação a concentração de ácido ascórbico na amostra. A taxa de recuperação é dada pela eq. (5).

$$\%_{recuperação} = \left(\frac{C_{medida}}{C_{teórica}} \right) \times 100 \quad (5)$$

De acordo com a RDC nº 166/2017, da ANVISA, não há um intervalo fixo obrigatório para recuperação; a regulamentação exige que a exatidão seja demonstrada por meio de resultados consistentes e adequados à finalidade analítica do método (Brasil, 2017).

O teste de recuperação realizado para o ácido ascórbico apresentou valor de 97%, indicando boa exatidão do método adotado visto a amostra complexa pela sua matriz.

4.1.2 Comparação de resultados com a iodometria

A iodometria foi realizada simultaneamente com a análise da amostra 1 mês depois. A primeira etapa consistiu na padronização da solução de tiosulfato de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ $0,1 \text{ mol L}^{-1}$). A solução preparada foi utilizada para ambientar a bureta. Foi pesado aproximadamente $0,018 \text{ g}$ de KIO_3 , dissolvida completamente e transferida para um frasco de iodo, onde foram adicionados 5 mL de uma solução KI a 20% e 5 mL de HCl concentrado para promover a liberação controlada de iodo. Após 10 min de repouso, o iodo liberado foi titulado com $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sob agitação contínua até passar de castanho para amarelo claro, nesse ponto foi adicionado 1 mL da solução de amido e continuou a titulação até a mudança de azul para incolor. O procedimento foi repetido quatro vezes, obtendo o valor de concentração igual a $0,080367 \pm 0,00191 \text{ mol.L}^{-1}$.

Na etapa seguinte, realizou-se a padronização da solução de iodo (I_2 $0,1 \text{ mol L}^{-1}$), utilizando-se o tiosulfato padronizado como padrão secundário. O titulando consistiu em 5 mL de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ $0,1 \text{ mol L}^{-1}$, transferidas para erlenmeyer e adicionado 1 mL da solução de amido. A titulação foi conduzida até o aparecimento da coloração azul/violeta característica. Este procedimento também foi realizado em quatro repetições, obtendo o valor de concentração igual a $0,011352 \pm 0,0012 \text{ mol.L}^{-1}$.

Com ambas as soluções devidamente padronizadas, procedeu-se à análise da amostra do sêrum comercial após 1 mês aberto. Cerca de 1 g da amostra foi pesada em béquer tarado, dissolvida e transferida quantitativamente para balão volumétrico de 10 mL . Alíquotas de 1 mL dessa solução foram transferidas para erlenmeyer, diluídas com água destilada e adicionado 1 mL da solução de amido. A titulação com I_2 foi realizada até a viragem final, registrando-se os volumes utilizado, também foi repetido quatro vezes como as demais. Os resultados obtidos serviram de base para o cálculo da concentração obtida sendo de $4,07 \pm 0,006\%$ evidenciando que o método espectrofotométrico proposto é mais sensível.

4.3 ANÁLISE DA AMOSTRA FORMULADA EM LABORATÓRIO

Para um teste adicional foi formulado um s rum facial com 10% de vitamina C, entretanto, a sua composi  o   mais simples que a amostra comercial, podendo ser observada conforme tabela 3.

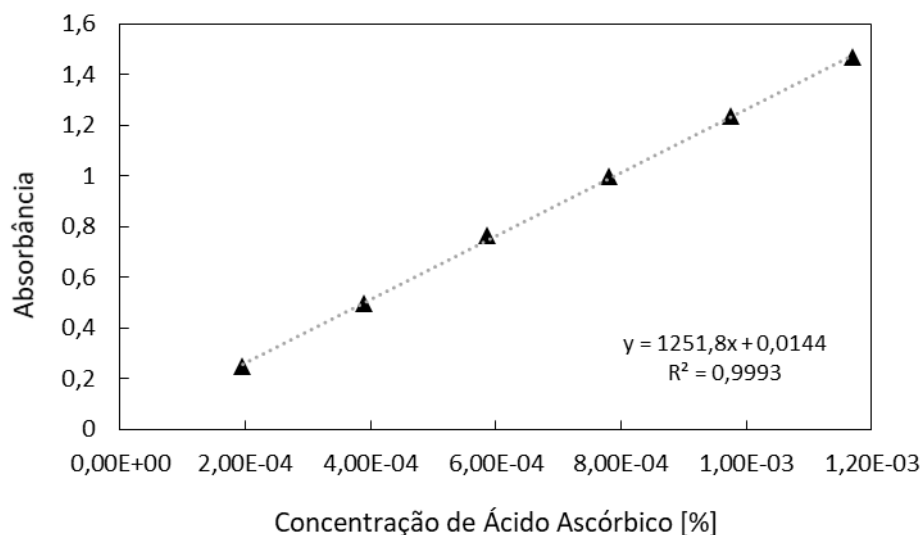
Tabela 3 – Formula  o centesimal do s rum

Ingrediente	Quantidade %
�gua destilada	86,6
EDTA	0,1
Glicerina	2,0
Cobiogum	0,8
�cido asc�rbico	10,0
Fenoxietanol	0,5

Fonte: Autoria pr pria

Seguindo os mesmos par metros de an lises estabelecidos a curva anal tica obtida pode ser observada abaixo.

Gr fico 5 – Curva anal tica s rum formulado



Fonte: Autoria pr pria

A faixa de concentra  o de trabalho na curva anal tica foi de $1,95 \times 10^{-4}\%$ e $1,17 \times 10^{-3}\%$, e a curva anal tica apresentou R^2 de 0,9993, o coeficiente linear de 1251,8 e um coeficiente angular de 0,0144.

A concentração da amostra foi calculada pela equação da reta e considerando o fator de diluição, resultando em um teor de $9,86 \pm 0,004\%$ de Vitamina C na amostra de s rum formulado em laborat rio, confirmando a precis o do m todo.

5 CONCLUS O

Os resultados evidenciam que a metodologia proposta   aplic vel para a quantifica  o de  cido asc rbico em cosm ticos, respeitando os par metros estabelecidos. O desvio observado no intervalo de 1 m s pode ser atribu do   degrada  o natural do  cido asc rbico no produto, caracter stica comum devido   baixa estabilidade da vitamina em sua forma pura. Um novo teste realizado ap s um m s confirmou essa degrada  o, apresentando concentra  o reduzida para $5,47 \pm 0,002\%$. Comparada   iodometria, a metodologia espectrofotom trica demonstrou maior sensibilidade, refor ando sua vantagem anal tica. A aplicabilidade do m todo foi ainda validada pela an lise de um s rum formulado com 10% de  cido asc rbico, cuja concentra  o determinada foi 9,86%, com baixo desvio padr o, indicando boa precis o e confiabilidade. Esses resultados ressaltam a import ncia do controle de qualidade na determina  o da concentra  o de  cido asc rbico em produtos cosm ticos e confirmam a viabilidade da metodologia para uso rotineiro no setor.

AGRADECIMENTOS

Agrade o a minha fam lia, principalmente minha m e Sarah Lucia de Souza por todo apoio, conselhos e ajuda durante o curso. Tamb m aos meus amigos por todos os momentos e apoio.

REFERÊNCIAS

ANDRADE, Maluela de; BRAGA, Jéssica Soares da Silva. ÁCIDO ASCÓRBICO ASSOCIADO AO REJUVENESCIMENTO FACIAL VITAMINA C. **RECIMA21 - Revista Científica Multidisciplinar** - ISSN 2675-6218, v. 4, n. 11, p. e4114427–e4114427, 29 nov. 2023.

ADEM, S. M. et al. **A Laboratory Experiment for Rapid Determination of the Stability of Vitamin C**. *Journal of Chemical Education*, v. 93, n. 10, p. 1766–1769, 13 set. 2016.

BALAGUER, A.; CHISVERT, A.; SALVADOR, A. Environmentally friendly LC for the simultaneous determination of ascorbic acid and its derivatives in skin-whitening cosmetics. **Journal of Separation Science**, v. 31, n. 2, p. 229–236, fev. 2008.

BARCIA, Milene Teixeira; JACQUES, Andressa Carolina; PERTUZATTI, Paula Becker; ZAMBIAZI, Rui Carlos. Determinação de ácido ascórbico e tocoferóis em frutas por CLAE. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 31, n. 2, p. 381–389, 2025.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC n.º 166, de 24 de julho de 2017. **Dispõe sobre a validação de métodos analíticos e dá outras providências**. Diário Oficial da União: seção 1, Brasília, DF, 25 jul. 2017.

BREITKREITZ, Márcia Cristina; SOUZA, André Marcelo de; POPPI, Ronei Jesus. Experimento didático de quimiometria para planejamento de experimentos: avaliação das condições experimentais na determinação espectrofotométrica de ferro II com ofenantrolina. Um tutorial, parte III. **Química Nova**, São Paulo, v. 37, n. 3, p. 564–573, 2019. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/qn/a/QzxmSFGypPPn6SVTsLsjPBp/?format=pdf&lang=pt>.

COSSETIM, Tamires de Lima; PORTELA, Thais Martins; MACHADO, Mariana Barcelos; DREILICH, Katiana Silva; DEUSCHLE, Viviane Cecília Kessler Nunes. **Uso de vitamina C em cosméticos**. XX seminário interinstitucional de ensino, pesquisa e extensão; Universidade de cruz alta UNICRUZ, 2016

COSTA, Adilson. **Tratado internacional de cosmecêuticos**. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2012.

HAGE, D. S.; CARR, J. D. 2012. **Química Analítica e Análise Quantitativa**. 1.ed. São Paulo: Pearson Prentice Hall.

LEONARDI, Gislaine Ricci. **Cosmetologia Aplicada**. Livraria e Editora Medfarma ED. 2005.

OLIVEIRA, A. C.; PINTO, C. A. S. de O.; BABY, A. R.; VELASCO, M. V. R.; BEDIN, V. Efeitos do ácido ascórbico no combate ao envelhecimento cutâneo. **BWS Journal (Descontinuada)**, [S. l.], v. 1, p. 1–7, 2018. Disponível em: <https://bwsjournal.emnuvens.com.br/bwsj/article/view/15>. Acesso em: 18 mar. 2025.

PINNELL, S. R. et al. Topical L-Ascorbic Acid: Percutaneous Absorption Studies. **Dermatologic Surgery**, v. 27, n. 2, p. 137–142, fev. 2001.

RIGUETO, Yohana Ribeiro. **Determinação de ferro em água fluvial na bacia do córrego sujo – teresópolis por espectrofotometria de absorção molecular no uv-vis**. 2014. 59 p. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado em Química Industrial) - Universidade Federal Fluminense, Niterói, 2014. Disponível em: <https://app.uff.br/riuff/handle/1/5313>. Acesso em: 18 de mar de 2025.

SHRIVAS, K.; AGRAWAL, K.; PATEL, D. K. A Spectrophotometric Determination of Ascorbic Acid. **Journal of the Chinese Chemical Society**, v. 52, n. 3, p. 503–506, jun. 2005.

SKOOG, D.A; WEST, D.M.; HOLLER, F.J.; CROUCH, S.R. 2005. **Fundamentos de Química Analítica**. 8.ed. Cengage Learning.

TESHIMA, N.; TAKUYA NOBUTA; SAKAI, T. Simultaneous flow injection determination of ascorbic acid and cysteine using double flow cell. **Analytica Chimica Acta**, v. 438, n. 1-2, p. 21–29, 1 jul. 2001.

VANNUCCHI, H; ROCHA, M. M. Ácido ascórbico (vitamina C). São Paulo: ILSI do Brasil, 2012. (Série de Publicações ILSI Brasil: Funções Plenamente Reconhecidas de Nutrientes, 21). Disponível em: <https://ilsi.org/brasil/wp-content/uploads/sites/9/2016/05/21-Vitamina-C.pdf>. Acesso em: 18 mar. 2025.

VASCONCELOS, N. M. S. de. 2019. **Fundamentos de Química Analítica Quantitativa**. 2.ed. Fortaleza, Ceará: EdUECE. Disponível em: <https://educapes.capes.gov.br/handle/capes/552910> Acesso em: 24 de jun de 2024.