

OTIMIZAÇÃO DO MÉTODO DE ANÁLISE DE PLASTIFICANTES FTÁLICOS POR CROMATOGRAFIA GASOSA ACOPLADA À ESPECTROMETRIA DE MASSAS

OPTIMIZATION OF THE METHOD OF ANALYSIS OF PHTHALIC PLASTICIZERS BY GAS CHROMATOGRAPH COUPLED TO MASS SPECTROMETRY

Fabiana Martines Fonseca Tamashiro ^{1, i}
Kerley Cristiane Victorino Romão ^{2, ii}

RESUMO

Os ftalatos são compostos químicos orgânicos que têm baixa volatilidade e alta estabilidade química e térmica. São utilizados como aditivos em plásticos e polímeros, para que o produto ganhe propriedades de flexibilidade e maleabilidade. São compostos passíveis de trazer prejuízo ao meio ambiente e à saúde humana e podem estar presente em itens de consumo do dia a dia. Para conseguir analisá-los e quantificá-los nas diversas matrizes, pode-se utilizar como referência a Norma ABNT NBR 16040 de agosto de 2020, que utiliza equipamentos de cromatografia gasosa para determinação destes elementos. O método utilizado nesta norma possui um tempo de análise aproximado em 25 minutos. O estudo aqui apresentado, traz um método alternativo que descreve uma otimização de redução do tempo e melhor resposta para análise de ftalatos.

Palavras-chave: Cromatografia gasosa; Ftalatos; Plastificantes; Otimização metodológica; Produtividade no Laboratório.

ABSTRACT

Phthalates are low-volatility organic chemical compounds with high chemical and thermal stability. They are used as additives in plastics and polymers to make products more flexible and malleable. However, these compounds can harm both the environment and human health, and they are often found in everyday consumer products.

To analyze and quantify them in various materials, you can use the ABNT NBR 16040 standard from August 2020 as a reference. This method uses gas chromatography equipment to determine the presence of these elements and has an analysis time of approximately 25 minutes.

The study presented here introduces an alternative method that optimizes the process by reducing the analysis time and improving the response for phthalate analysis.

Keywords: *Gas chromatography; Phthalates; Plasticizers; Methodological Optimization; Productivity in the laboratory.*

1 INTRODUÇÃO

1.1 Problema de pesquisa

Com o aumento exponencial do uso de produtos plásticos nas últimas décadas, existe uma preocupação crescente com os resíduos gerados e potenciais riscos para a saúde humana e meio ambiente. Devido a suas propriedades, os plásticos podem ser utilizados em diversos tipos de produtos de consumo, desde embalagens a

¹ Analista de Controle de Qualidade empresa Gedeon Richter. E-mail: tamashiro@gedeonrichter.com

² Docente da Faculdade de Tecnologia do SENAI-SP. E-mail: kerley.romao@sp.senai.br

equipamentos médicos. Dependendo da aplicação do plástico é possível adicionar aditivos em sua composição, podendo melhorar as propriedades mecânicas. (De Oliveira, 2020)

Um dos aditivos mais utilizados nos produtos plásticos são os ftalatos, também conhecidos como ésteres ftálicos, objeto deste estudo.

1.2 Objetivo

O objetivo deste trabalho é desenvolver e apresentar um método alternativo com base na metodologia apresentada na norma ABNT NBR 16040 de 2020, buscando uma redução do tempo de análise e otimização dos parâmetros cromatográficos confiáveis.

1.3 Justificativa

A análise de ftalatos é de extrema importância para monitorar e regulamentar produtos plásticos. Isso envolve a identificação e quantificação de ftalatos em produtos de consumo, embalagens de alimentos, brinquedos infantis e outros itens do cotidiano. A detecção precoce e a redução da exposição a ftalatos são fundamentais para proteger a saúde pública e minimizar os riscos associados a esses compostos químicos. (Fernandes, 2020)

2 REVISÃO DE LITERATURA

Atualmente as resinas plásticas têm uma notável expansão nas diversas áreas de atuação, entre elas podemos citar as indústrias de brinquedos, vestuários, massa automobilística, embalagem para alimentos entre outras. Suas aplicações são tão amplas e versáteis que podem ser aplicáveis a diversos mercados. O Policloreto de Vinila (PVC) e o polietileno (PE) são as resinas plásticas mais vendidas, com o principal mercado a indústria de construção civil. (Fernandes, 2020)

Os ftalatos são produzidos sinteticamente a partir de ácido ftálico e álcoois de cadeia linear ou ramificada. O ácido ftálico é um composto orgânico que, quando combinado com álcoois, forma ésteres de ftalato. A reação de esterificação entre o ácido ftálico e os álcoois, como o álcool isobutílico ou o álcool 2-etilhexanol, resulta na formação dos diferentes tipos de ftalatos. (Silva, 2023)

A toxicidade dos ftalatos tem sido objeto de crescente preocupação devido à sua presença generalizada em produtos de consumo e sua capacidade de migrar para o meio ambiente e organismos vivos. Esses compostos químicos são frequentemente utilizados como plastificantes em produtos plásticos, como brinquedos, embalagens de alimentos e materiais médicos. Estudos indicam que a exposição humana aos ftalatos ocorre principalmente por meio da ingestão de alimentos contaminados, inalação de poeira contendo ftalatos e absorção dérmica. (SREE, 2023)

Os ftalatos são conhecidos por interferirem no sistema endócrino, atuando como desreguladores hormonais, o que pode levar a efeitos adversos na saúde reprodutiva e no desenvolvimento fetal. Além disso, evidências apontam para possíveis ligações entre a exposição a ftalatos e condições como obesidade, diabetes e distúrbios neuropsiquiátricos. (Mohammadi, 2023)

3 METODOLOGIA

O presente estudo propõe uma abordagem metodológica comparativa com o objetivo de otimizar o tempo de análise em cromatografia gasosa para a detecção de ftalatos, de modo a manter a análise confiável. Tendo em vista que a redução do tempo de análise é fundamental para aprimorar a eficiência laboratorial, aumentando a produtividade e diminuindo possíveis gastos. Nesta pesquisa, realizou-se a injeção de

padrão analítico em quintuplicatas contendo seis compostos ftálicos, utilizando dois métodos analíticos: um conforme descrito na norma ABNT 16040 e outro baseado em um método analítico alternativo proposto. Foram ajustados alguns parâmetros neste último método, com o intuito de reduzir o tempo de corrida sem comprometer a precisão e a sensibilidade dos resultados.

Os nomes dos compostos e concentrações do padrão injetado são: ftalato de dibutila, ftalato de benzilbutila, ftalato de bis(2- etilhexil), ftalato de bis (2-etilhexil), ftalato de di-n-octil, ftalato de diisononil e ftalato de diisodecil. Todos com concentração de 5 mg.L⁻¹.

Para identificar os compostos, foi injetado o padrão analítico no modo de varredura (SCAN) em cada um dos métodos, assim foi possível determinar o tempo de retenção de cada um dos seis analitos e criar um método no modo de monitoramento de íons selecionados (SIM). As análises foram realizadas em um cromatógrafo a gás, GCMS-QP 2020 NX, acoplado a um detector por espectrometria de massas quadrupolo, da marca *Shimadzu* com um auto amostrador AOC 20i.

Foi otimizado os parâmetros da norma ABNT relacionado a esta análise.

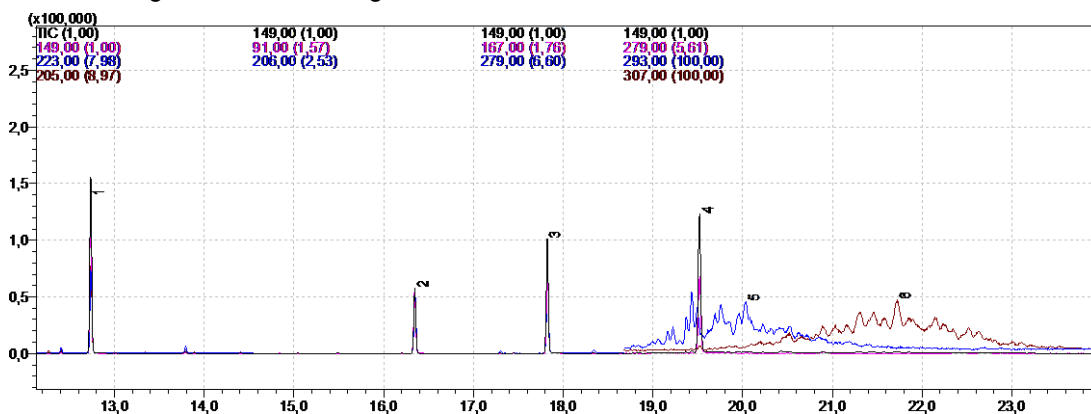
Entre os parâmetros metodológicos modificados, vale ressaltar a transição do modo de injeção de "splitless" para "split", e, sobretudo, a reprogramação da temperatura do forno, resultando em uma redução significativa do tempo total de análise. Essa diminuição é atribuída à menor interação dos ftalatos com a coluna cromatográfica, decorrente do aumento da temperatura. Assim, à medida que a temperatura do forno aumenta, o tempo de eluição dos compostos na coluna é proporcionalmente reduzido.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Em uma análise que compara o método Norma ABNT NBR 16040 e o método otimizado, os resultados mostram uma redução no tempo total de análise. A otimização também alterou o perfil de interação de certos compostos, como o ftalato de diisononil e o ftalato de diisodecil, com a coluna cromatográfica.

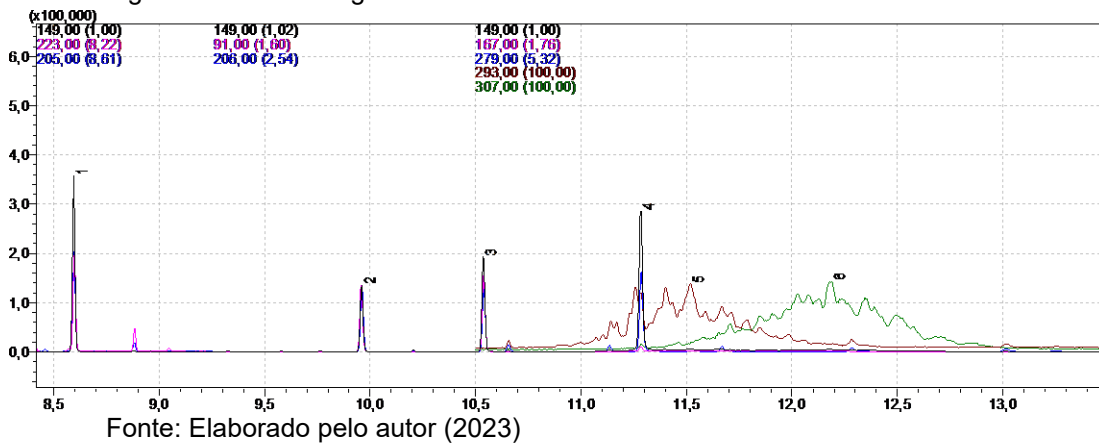
Na figura 1 é possível observar o perfil cromatográfico de análise com uso da Norma NRB 16040. Já na figura 2, é possível observar a redução de tempo para 13min 30s, uma redução de tempo de 46%.

Figura 01 – Cromatograma de Ftalatos método ABNT



Fonte: Elaborado pelo autor (2023)

Figura 02 – Cromatograma de Ftalatos Método otimizado



As áreas e o desvio padrão relativo de cada composto em cinco injeções, mostram uma boa consistência nos resultados para ambos os métodos. Há uma exceção, o ftalato de diisodecil, que apresentou um elevado desvio padrão relativo, sugerindo possíveis interações incomuns com a coluna. Por outro lado, a relação entre os dois métodos, mostrou que a otimização resultou em um aumento significativo da área para alguns compostos. Esse aumento indica uma maior sensibilidade e capacidade de detecção do método otimizado, o que é um avanço importante em diversas áreas.

Além disso, o estudo faz um alerta sobre os perigos dos ftalatos para a saúde e o meio ambiente, destacando a necessidade de buscar alternativas sustentáveis. A pesquisa de plastificantes renováveis, como os derivados de óleos vegetais ou ésteres cítricos, é apresentada como uma solução promissora para minimizar o impacto ambiental e a toxicidade desses compostos.

Há vantagens para esse método adaptado, os ganhos de economia e produtividade para a gestão de um laboratório que tenha uma demanda alta dessa análise. Em um dia de análise, com a metodologia sem otimização é possível injetar 60 amostras, aproximadamente, desconsiderando o tempo de resfriamento do equipamento. Já no método otimizado, pode-se injetar aproximadamente 106 amostras, o que aumentaria a produtividade do laboratório em quase 76%. |

5 CONCLUSÃO

O método analítico para análise de ftalatos referenciado pela norma ABNT NBR 16040 possui tempo de corrida de aproximadamente 25 minutos, desconsiderando o tempo de espera do equipamento para uma análise subsequente, que pode demandar um tempo significativo quando avaliamos a produtividade de um laboratório.

Os resultados obtidos neste estudo, apontam que um método cromatográfico alternativo com menor tempo de análise, 13min 30s, podendo apresentar um melhor sinal de resposta, o que mostra que a otimização do método foi efetuada com sucesso.

REFERÊNCIAS

CELANTE, Dian et al. **Estudo teórico e experimental sobre a reação de esterificação para produção do tereftalato de dioctila**. 2021. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Maria.

DE OLIVEIRA, Alfredo Jefferson. **Contribuições, danos, novas possibilidades e suas barreiras culturais no Rio de Janeiro**. 2020. Tese de Doutorado. PUC-Rio.

FERNANDES, Silvia Helena et al. **Análise de plastificantes ftálicos em brinquedos através de cromatografia gasosa com detecção por ionização de chama**. Brazilian Journal of Development, v. 6, n. 10, p. 76502-76522, 2020.

MOHAMMADI, Hamidreza; ASHARI, Sorour. **Mechanistic insight into toxicity of phthalates, the involved receptors, and the role of Nrf2, NF-KB, and PI3K/AKT signaling pathways**. Environmental Science and Pollution Research, v. 28, n. 27, p. 35488-35527, 2021.

SILVA, Camila Caroline Zeni. **Poluentes alvo de preocupação emergente em águas residuais urbanas tratadas e no meio receptor: o cenário de Portugal na última década**. 2023. Tese de Doutorado.

SREE, Chenduru Geya et al. **Phthalate toxicity mechanisms: An update. Comparative Biochemistry and Physiology Part C: Toxicology & Pharmacology**, v. 263, p. 109498, 2023.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à Deus por ser meu Guia, minha família, pelo amor e apoio incondicional. À Escola e Faculdade de Tecnologia SENAI Mario Amato pela oportunidade de desenvolvimento deste artigo, pelo suporte e todo ensino. Agradeço a minha orientadora Prof.^a Kerley, por todo carinho por compartilhar seu conhecimento ao longo de todo o curso.

SOBRE O(S)AUTOR(ES)

Sobre os autores:

FABIANA MARTINES FONSECA TAMASHIRO (Autor 1)



Possui técnico em Gestão Ambiental Pela Faculdade Anchieta (2008). Possui graduação em Ciências Químicas Bacharel e Licenciatura pela Faculdade São Bernardo do Campo FASB (2014) e Pós-Graduação em Microbiologia Aplicada à Saúde e Indústria Pela FMU (2017), Pós-Graduação em Análise Instrumental Avançada. Tem experiência na área de Análises Físico-Químicas e Microbiológicas de produtos farmacêuticos e 9 anos de experiência na área de Controle de Qualidade de Laboratório. Atualmente, trabalha na empresa Gedeon Richter como Analista de Controle de Qualidade.

ii KERLEY CRISTIANE VICTORINO ROMÃO (Autor 2)

Profissional com formação sólida em Química, incluindo graduação pelo Centro Universitário Fundação Santo André (2004), Pós-Graduação em Controles Ambientais, Mestrado em Ciências da Saúde com foco em fármacos pela Faculdade de Medicina do ABC (2020). Atua como Coordenadora do Curso de Bacharelado em Química Industrial e professora de educação profissional e tecnologia na renomada Faculdade de Tecnologia SENAI SP. Com vasta experiência acadêmica, ministra disciplinas em diversos cursos de graduação, como Bacharelado em Química Industrial, Tecnologia em Polímeros e Engenharia de Controle e Automação. Além disso, contribui para a pós-graduação, lecionando em Análise Instrumental Avançada e Engenharia de Polímeros.