

# METODOLOGIA ANALÍTICA PARA A DETERMINAÇÃO DE HALOFENÓIS E HALOANISÓIS EM PAPEL KRAFT POR HS-SPME-GC

Rafael Debastiani\* (TC), Edmar Martendal (PG), Dilma Budziak (PG) e Eduardo Carasek (PQ).  
\*rafdebastiani@yahoo.com.br

Departamento de Química-Universidade Federal de Santa Catarina, 88040-900, Florianópolis, SC.

Palavras Chave: SPME, halofenóis e haloanisóis, papel Kraft.

## Introdução

As indústrias papeleiras vivem atualmente uma verdadeira corrida em busca do aprimoramento de seus métodos, processos e equipamentos com o intuito de fornecer produtos de alto nível em todos os segmentos de mercado.

Uma das dificuldades encontradas hoje é contornar a contaminação de embalagem por halofenóis e haloanisóis, os quais são altamente tóxicos, pobremente degradáveis, carcinogênicos e persistentes no ambiente <sup>1</sup>.

Mau odor em alimentos é a maior causa de rejeição de alguns produtos. Os produtos responsáveis pelo mau odor geralmente são encontrados em concentrações menores do que  $1\mu\text{g kg}^{-1}$ , e são problemáticos devido ao seu baixo odor limite <sup>2</sup>.

Neste trabalho objetivou-se o desenvolvimento de metodologia analítica, baseado na microextração em fase sólida, para a determinação de tricloroanisol (TCA), triclorofenol (TCP), tribromoanisol (TBA), tribromofenol (TBP), pentacloroanisol (PCA) e pentaclorofenol (PCP) em amostras de papel Kraft, muito utilizado na fabricação de embalagens.

## Resultados e Discussão

O uso do modo de extração no headspace foi escolhido por favorecer um maior tempo de vida à fibra e minimizar a absorção de outros compostos que possam interferir na separação cromatográfica. Com isso, o volume de amostra utilizado foi de 25 mL em frasco de 40 mL.

A escolha da melhor fibra de SPME para a extração dos compostos foi realizada com soluções aquosas de concentração igual a  $500\mu\text{g L}^{-1}$  derivatizadas com anidrido acético na presença de  $\text{KHCO}_3$ . Foram estudadas as fibras de PDMS 100 $\mu\text{m}$ , PA, CW/DVB e CAR/DVB/PDMS, sendo a última escolhida para a continuação do trabalho.

A melhor concentração de catalisador  $\text{KHCO}_3$  foi de 50 mg em 25 mL de amostra, ou seja  $2,0\text{ mg mL}^{-1}$ .

Foi realizado um estudo para avaliar o perfil de sorção dos analitos. O intervalo estudado foi de 10 a 180 minutos. O tempo de extração escolhido foi de 60 minutos, por garantir um compromisso entre a sensibilidade e a frequência analítica.

A temperatura de extração teve influência direta na quantidade de analitos extraídos pela fibra. Com o

aumento da temperatura até  $50\text{ }^\circ\text{C}$ , todos os compostos tiveram extrações consideráveis, contudo, acima de  $60\text{ }^\circ\text{C}$  observou-se perda de haloanisóis. Com o intuito de aumentar a extração para os halofenil acetatos, a temperatura de  $65\text{ }^\circ\text{C}$  foi escolhida.

Os compostos alvos estão presentes no papel em níveis que variam de 1 a  $100\mu\text{g kg}^{-1}$ . As limitações do método para a detecção dos compostos em níveis abaixo de  $1\mu\text{g L}^{-1}$  estão relacionadas com o detector utilizado no trabalho (FID), o qual não é sensível para compostos halogenados.

Os valores de desvio padrão relativo do método (RSD) variaram na faixa de 10 a 20%. A Tabela 1 apresenta os parâmetros analíticos de mérito para determinação dos halofenóis e haloanisóis.

Tabela 1. Parâmetros analíticos de mérito

Composto	Faixa Linear <sup>a</sup>	R <sup>b</sup>	LD <sup>c</sup>	LQ <sup>d</sup>
TCA	1 – 100	0,998	0,1	0,3
TCP der	1 – 100	0,993	0,1	0,2
TBA	1 – 500	0,998	0,1	0,4
TBP der	5 – 500	0,994	0,2	0,5
PCA	5 – 500	0,993	0,1	0,4
PCP der	10 – 500	0,995	0,6	1,9

<sup>a</sup> Faixa Linear de trabalho em  $\mu\text{g L}^{-1}$ ; <sup>b</sup> Coeficiente de correlação; <sup>c</sup> Limite de detecção; <sup>d</sup> Limite de quantificação.

Amostras de papel Kraft foram picadas e pesadas diretamente no frasco juntamente com  $50\mu\text{L}$  de anidrido acético, 50 mg de  $\text{KHCO}_3$  e submetidas à extração a  $65^\circ\text{C}$  por 60 minutos. Os compostos TCP e o TBA foram detectados. Porém, os níveis encontrados estavam abaixo do limite de quantificação do método, sendo este resultado apenas qualitativo.

## Conclusões

O método proposto se mostrou eficiente, viável e simples para a determinação de halofenóis e haloanisóis em amostras de papel em níveis de  $\mu\text{g kg}^{-1}$ . Para a obtenção de menores limites de detecção e quantificação a utilização de um detector sensível para halogenados é necessária.

## Agradecimentos

Celulose IRANI S.A e CNPq pelo suporte financeiro.

*Sociedade Brasileira de Química ( SBQ)*

<sup>1</sup> Ribeiro A.; Neves M.H.; Almeida M.F.; Alves A.; Santos L. - *Journal of Chromatography A*, 975, (2002) 267-274.

<sup>2</sup> Mottram, D.S.; - *International Journal of Food Science and Technology*, 1998, 33, 19-29