



## Caracterização ecotoxicológica de um novo fenilbenzotriazol sintetizado a partir do corante C.I. Disperse Violet 93

Natália G. Camparotto\*, Josiane A. S. Vendemiatti, Patrícia Prediger

### Resumo

Este projeto refere-se a avaliação da toxicidade crônica de um novo fenilbenzotriazol, além do desenvolvimento de metodologias para a extração e quantificação do composto em água.

### Palavras-chave:

Ecotoxicidade, corantes dinitrofenilazos, método analítico

### Introdução

Fenilbenzotriazóis (PBTA) podem ser formados a partir de reações de redução de corantes da classe dinitrofenilazo durante os processos de tingimento em indústrias têxteis<sup>1</sup>. A ocorrência desses compostos no ambiente já foi relatada devido à ineficiência dos processos convencionais de tratamento de efluentes contendo estas substâncias. Os métodos mais utilizados para a extração de PBTA de amostras ambientais foram blue rayon e extração em fase sólida (SPE). Entretanto, o método de extração líquido-líquido por *salting-out* (do inglês SALLE) tem demonstrado ser simples e eficiente para corantes e compostos de polaridade média<sup>2</sup>. Recentemente um novo 2-fenilbenzotriazol foi sintetizado em nosso laboratório a partir da redução do corante C.I. Disperse Violet 93. Os objetivos deste trabalho foram realizar testes de toxicidade crônica com a alga *Pseudokirchneriella subcapitata* e o microcrustáceo *Daphnia similis* para o cálculo do PNEC (*Predicted Non Effect Concentration*) e desenvolver um novo método de extração viável para a determinação do 2-fenilbenzotriazol em amostras ambientais de água superficial.

### Resultados e Discussão

A toxicidade crônica do composto foi determinada para *D. similis* e *P. subcapitata* e o composto se mostrou mais tóxico para o microcrustáceo (Tabela 1). O PNEC calculado foi 2 ng L<sup>-1</sup>.

Tabela 1. Toxicidade crônica do 2-fenilbenzotriazol

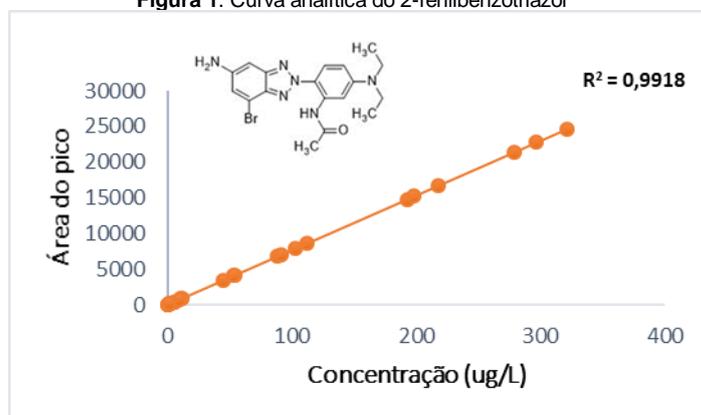
Organismo	Exposição	Valor observado
<i>D. similis</i>	14 dias <sup>a</sup>	CENO <sup>3</sup> 0,1 µg L <sup>-1</sup>
<i>P. subcapitata</i>	72 horas <sup>b</sup>	CENO <sup>4</sup> 100 µg L <sup>-1</sup>

End point: a = inibição da reprodução; b = inibição do crescimento.

Com relação aos métodos cromatográficos, a curva analítica do 2-fenilbenzotriazol apresentou uma boa linearidade nas concentrações de 0,1 a 300 µg L<sup>-1</sup> (R<sup>2</sup>=0,9918), limite de quantificação de 26 µg L<sup>-1</sup> e limite de detecção de 8 µg L<sup>-1</sup> (Figura 1). A eficiência da recuperação do SALLE foi testada usando-se água de rio como matriz em três diferentes pH (7, 4 e 8). No pH natural da amostra (~pH7) e no pH 8 a eficiência no processo de extração do 2-fenilbenzotriazol foi melhor (Tabela 2). Esse fato pode ser explicado pelo fato da molécula ser protonada e ficar mais solúvel em água, diminuindo a eficiência de transferência para o solvente orgânico em pH ácido. Apesar de apresentar menor

porcentagem de recuperação, o coeficiente de variação das médias (CV) foi melhor para o pH 8, abaixo de 20%.

Figura 1. Curva analítica do 2-fenilbenzotriazol



Condições da separação cromatográfica: coluna Zorbax SB-C18 (2,1x30 mm), fase móvel 70% metanol/água (0,1% ácido fórmico). Taxa de fluxo= 0,3 ml min<sup>-1</sup>, metanol de 65% a 80%.

Tabela 2. Eficiência na extração do 2-fenilbenzotriazol

	% Recuperação do 2-fenilbenzotriazol		
	pH7	pH4	pH8
Réplica 1	43	8	25
Réplica 2	26	12	33
Réplica 3	31	7	26
Média	33	9	28
DP	9	3	4
CV (%)	26	32	15

Método: 25 mL de amostra (spike 100 µg L<sup>-1</sup>); 2,5 g NaCl + 0,5 g MgSO<sub>4</sub>; solvente de extração: 10 mL acetonitrila; 1 min vórtex; 10 min (10000g); ressuspensão do extrato seco: 1000 mL de 70%MeOH/H<sub>2</sub>O; concentração: 25 vezes.

### Conclusões

A derivação do PNEC de 2 ng L<sup>-1</sup> demonstrou que o 2-fenilbenzotriazol é muito tóxico para a biota aquática. O método de extração demonstrou um DP e CV adequados para o pH 8, porém com uma baixa recuperação o que prejudicaria a determinação do 2-fenilbenzotriazol em amostras de rio em níveis mais baixos. Para a avaliação de risco do composto serão necessárias novas otimizações do método.

### Agradecimentos

Processo FAPESP 2015/07033-7; CAPES; CNPq; FAEPEX.

<sup>1</sup> Shiozawa, T. et al. *Chem. Research in toxicology*. 11, 375-380 (1998).

<sup>2</sup> Reza S. Razmara, Ali Daneshfar \*, Reza Sahrat Department, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 17, 533-536 (2011).

<sup>3</sup> Hamilton, M. A., Russo, R. C. & Thurston, R. V. *Environ. Sci. Technol.* 11, 714-719 (1977).

<sup>4</sup> Norberg-King, T. J. *A linear interpolation method for sublethal toxicity: the inhibition concentration (ICp) approach*. (1993).