

# Relatório Final

**Bq-15170/06-OCT-Método dos Frascos**

**Coeficiente de partição n-octanol / água pelo método dos frascos  
N-Parafina Hidrogenada C13+**

**Em conformidade com “OECD – Guideline for Testing of Chemicals.  
Method 107 “Partition Coefficient (n-Octanol/Water): Shake Flask Method”  
(Adopted: 27.06.95).**

Substância teste:	N-Parafina Hidrogenada C13+
Código Petrobrás:	LET 3105
Patrocinador:	Petróleo Brasileiro SA Cidade Universitária – Rio de Janeiro
Laboratório executor:	Bioensaios Análises e Consultoria Ambiental Ltda Rua Palermo, 257 – Santa Isabel 94480-775 – Viamão – RS – Brasil
Gerente do laboratório:	Alexandre Brandelli
Diretor do estudo:	Alexandre Brandelli
Gerente da qualidade:	Cristiane Cassales Pibernat

Relatório Final: BQ-15170/06-OCT – Método dos frascos  
Título: Coeficiente de partição n-octanol / água – N-Parafina Hidrogenada C13+  
Página 1 de 8

## COEFICIENTE DE PARTIÇÃO N-OCTANOL/ÁGUA PELO MÉTODO DOS FRASCOS N-PARAFINA HIDROGENADA C13+

### 1. INTRODUÇÃO

O coeficiente de partição n-octanol/água ( $P_{ow}$ ) é um descritor molecular relacionado com a afinidade lipídica e com a hidrofobicidade. É um parâmetro chave na avaliação do destino ambiental das substâncias químicas que apresenta relação altamente significativa com a bioacumulação em organismos aquáticos, adsorção ao solo e sedimento e com uma ampla gama de efeitos biológicos.

O presente relatório descreve os procedimentos e apresenta os resultados do estudo executado segundo o método OECD 107 - "Partition Coefficient (n-Octanol/Water): Shake Flask Method"

#### 1.1. Dados do estudo

Plano de estudo : 11/09/06  
Início do ensaio : 03/10/06  
Término do ensaio : 30/10/06  
Término do estudo : 31/10/06

### 2. MATERIAL E MÉTODOS

#### 2.1. Substância teste (amostra)

Nome da substância teste : N-Parafina Hidrogenada C13+  
Código Petrobrás : LET 3105  
Número da amostra : 15170

#### 2.2. Substâncias de referência

Por tratar-se de uma mistura complexa e frente a impossibilidade de obter-se uma substância padrão de referência, utilizou-se a própria amostra teste como padrão para a quantificação da concentração nas fases orgânica e aquosa do experimento.

Nome da substância teste : N-Parafina Hidrogenada C13+  
Código Petrobrás : LET 3105

#### 2.3. Metodologia

OECD 107 - "Partition Coefficient (n-Octanol/Water): Shake Flask Method"

##### 2.3.1 Princípio do método:

O método estima o log de  $P_{ow}$  a partir da partição observada na dispersão da substância teste entre cada uma das fases do sistema: água e n-octanol. A concentração da substância teste é determinada analiticamente e o coeficiente de partição é determinado pela razão entre a concentração no n-octanol e a concentração na água.

$$P_{ow} = \frac{C_{n-octanol}}{C_{água}}$$

### 2.3.2. Limitações do método

O método se aplica a substâncias puras, pois a existência de vários solutos na fase ao mesmo tempo pode afetar os resultados.

O método é aplicável a substâncias com log de Pow de -2 até 4 e, em alguns casos, até 5. Para log de Pow entre 0 a 6 o método OECD 117 por HPLC é recomendado. Quando apropriado o coeficiente de partição pode ser determinado a partir da razão entre as solubilidades da substância nos solventes puros.

### 2.3.3 Metodologia de execução

Três sistemas foram preparados e mantidos em equilíbrio na temperatura de 20°C.

Sistema 1 : n-octanol : água - 1:3 (v:v).

Sistema 2 : n-octanol : água - 1:1 (v:v).

Sistema 3 : n-octanol : água - 3:1 (v:v).

Após adicionou-se aproximadamente 10 mg de substância teste, pesada com precisão de 0,01 mg e agitou-se manualmente. As fases foram separadas por centrifugação e recolhidas para análise da concentração da substância teste por cromatografia gasosa (GC-MS).

### 2.3.4. Análise química da concentração

#### Condição da análise

Equipamento	: Cromatógrafo gasoso Shimadzu – GC-17A
Detector	: Massas Shimadzu – QP5050A
Coluna	: OV-5 (30m x 0,25mm x 0,25µm)
Temperatura injeção	: 200 °C
Temperatura coluna	: 40 °C (3 min); 12 °C/min até 275 °C; 275 °C (12 min)
Temperatura detector	: 290 °C
Modo de análise	: Scan
Split	: 1:20
Fluxo	: 1,5 ml/min

## 3. RESULTADOS

Observou-se que 100% da n-parafina adicionada ficou dissolvida no n-octanol. Não detectou-se n-parafina na água. Para efetuar o cálculo do coeficiente de partição, dividiu-se a concentração encontrada no n-octanol pelo limite de quantificação na água. Os resultados obtidos desta forma não determinam o coeficiente de partição, mas indicam que este é superior a 18 788 ou seja:  $\log Pow > 4,3$ .

15170 – N-Parafina Hidrogenada C13+				
n-Octanol : água	Concentração (ppm)		Pow	log Pow
	n-Octanol	Água*		
1:3	1127,3	< 0,06	18788	> 4,3
1:1	362,5	< 0,1	3625	> 3,6
3:1	430,5	< 0,2	2153	> 3,3

\*Limites de quantificação: LQ<sub>7,5 mL</sub> = 0,2 ppm; LQ<sub>15 mL</sub> = 0,1 ppm; LQ<sub>22,5 mL</sub> = 0,06 ppm)  
Limite de detecção do equipamento = 1,5 ppm.



O método OECD 107 se aplica a log Pow de -2 a 4 (excepcionalmente 5) enquanto que o método OECD 117 se aplica a log Pow de 0 a 6. Ambos métodos não se mostraram conclusivos.

Desta forma, seguindo indicação do método OECD 107, o coeficiente de partição foi determinado a partir da razão entre as solubilidades da substância teste nos solventes puros.

a) Solubilidade da n-parafina hidrogrnada no n-octanol

Substância teste	= 0,3617 g
n-octanol	= 0,0653 g
Solubilidade	> $5,5 \times 10^6$ ppm (solúvel em todas as proporções)

b) Solubilidade da n-parafina hidrogrnada na água

Substância teste	= 0,01053 g
n-octanol	= 22,5 mL
Solubilidade	= Não detectado (LD = 1,5 ppm; LQ <sub>22,5 mL</sub> = 0,06 ppm)

**Pow >  $9,2 \times 10^7$  ; Log Pow > 8,0**

#### 4. DISCUSSÃO E CONCLUSÃO

A determinação do coeficiente de partição n-octanol/água da substância teste n-parafina hidrogenada C13+ pelo método do equilíbrio entre fases (método do frasco – OECD 107) resultou num valor indicativo de log Pow > 4,3.

O emprego do método OECD 117, indicado para substâncias com log Pow entre 0 e 6, já havia sido tentado sem sucesso devido a inadequação da técnica do HPLC na determinação de compostos do tipo da n-parafina.

Restou aplicar a última alternativa descrita no método OECD 107, ou seja: determinar o coeficiente de partição a partir da razão entre as solubilidades da substância teste nos solventes puros. Assim:

**Coeficiente de partição n-octanol/água da N-Parafina Hidrogenada C13+ :**

**Pow >  $9,2 \times 10^7$**

**Log Pow > 8,0**




## 5. ARQUIVAMENTO

Os dados brutos e o relatório final serão arquivados sob número BQ-15170/06-OCT107 nas dependências da Bioensaios Análises e Consultoria Ambiental Ltda por um período de cinco anos.

## 6. Referências Bibliográficas

(1) OECD – Guideline for Testing of Chemicals. Method 107 “Partition Coefficient (n-ctanol/Water): Shake Flask Method” (Adopted: 27.06.95).

Viamão 31 de outubro de 2006



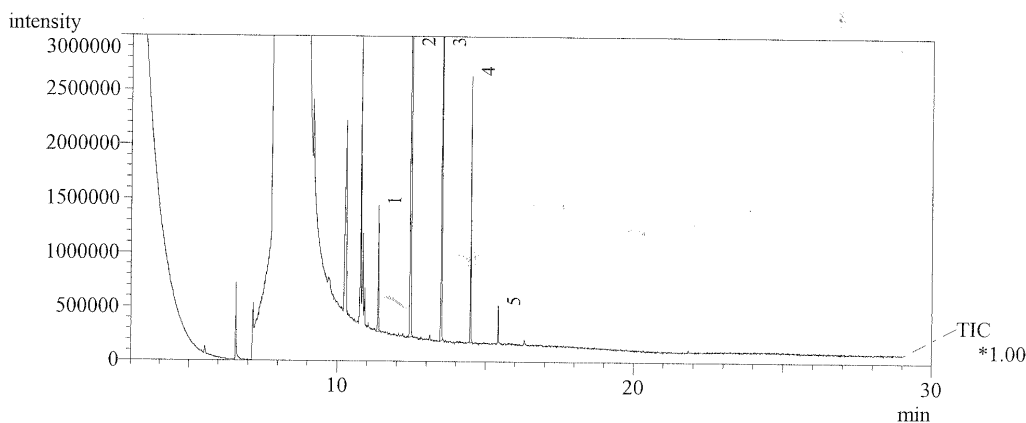
Alexandre Brandelli  
Diretor do Estudo



**Figura 01: Cromatograma típico da análise do padrão de n-parafina hidrogenada C13+.**

Data Acquired by : Admin  
Acquisition Date : 27/10/06  
Sample Name : 15170  
Sample ID : diluido  
Injection Volume : 1.000  
Data File : C:\GCMSsolution\Data\15170\_72\271006\15170diluido.qgd  
Method File : C:\GCMSsolution\Data\Project1\Metodos\TphDro\_scanSabrina.qgr  
Tuning File : C:\GCMSsolution\System\Tune1\261006.qgt

Equipamento: GC-17A, GC/MS-QP5050A Shimadzu  
Detector: Espectrometria de Massas  
Coluna: OV-5 (30mX0,25mmX0,25um)  
Rampa de Aquecimento: 40°C(3min) 12°C/min 275°C (12min)  
Tem.Inj: 200°C Temp. Det: 290°C  
Análise modo: Scan  
Split: 1:20 Fluxo: 1,5 ml/min

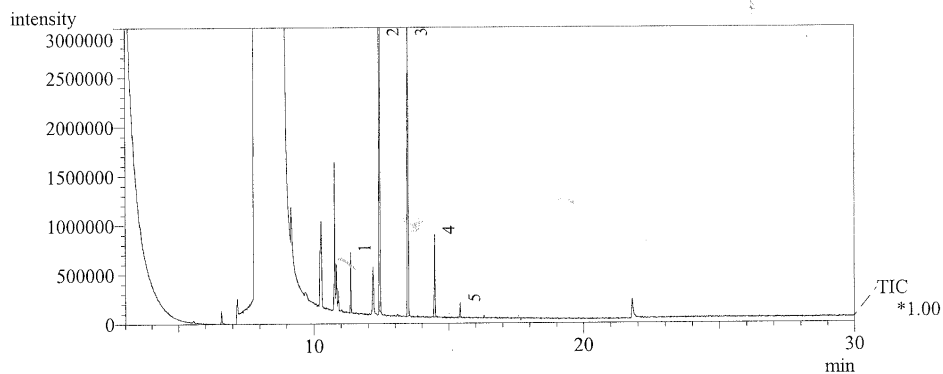


Pico	TR	Area	Nome
1	11.367	1572992	
2	12.456	34768156	
3	13.499	15280816	
4	14.485	3307873	
5	15.417	469947	
		55399784	

**Figura 02: Cromatograma típico da análise da substância teste na fase de n-Octanol.**

Data Acquired by : Admin  
Acquisition Date : 25/10/06  
Sample Name : 15170\_1\_1  
Sample ID : OCT  
Injection Volume : 1.000  
Data File : C:\GCMSsolution\Data\15170\_72\231006\_inj2\15170\_1\_1.qgd  
Method File : C:\GCMSsolution\Data\Project1\Metodos\TphDro\_scan.qgm  
Tuning File : C:\GCMSsolution\System\Tune1\161006.qgt

Equipamento: GC-17A, GC/MS-QP5050A Shimadzu  
Detector: Espectrometria de Massas  
Coluna: OV-5 (30mX0,25mmX0,25um)  
Rampa de Aquecimento: 40°C(3min) 12°C/min 275°C (12min)  
Tem.Inj: 200°C Temp. Det: 290°C  
Análise modo: Scan  
Split: 1:20 Fluxo: 1,5 ml/min

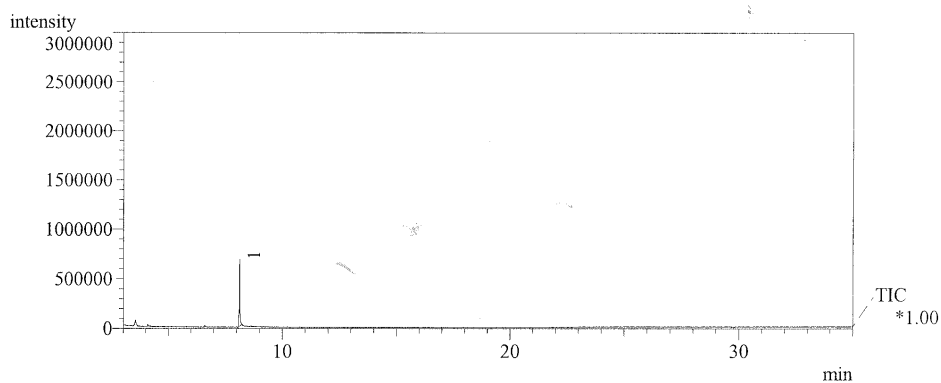


Pico	TR	Area	Nome
1	11.358	838651	
2	12.442	19904495	
3	13.486	8390467	
4	14.476	1763843	
5	15.417	250152	
		31147608	

**Figura 03: Cromatograma típico da análise da substância teste na fase da água.**

Data Acquired by : Admin  
Acquisition Date : 04/10/06  
Sample Name : 15170 acn  
Sample ID : 1:1  
Injection Volume : 1.000  
Data File : C:\GCMSsolution\Data\15170\_72\dro\_031006\15170acn\_1.1.qgd  
Method File : C:\GCMSsolution\Data\Project1\Metodos\TphDro\_scan.qgm  
Tuning File : C:\GCMSsolution\System\Tune1\300806.qgt

Equipamento: GC-17A, GC/MS-QP5050A Shimadzu  
Detector: Espectrometria de Massas  
Coluna: OV-5 (30mX0,25mmX0,25um)  
Rampa de Aquecimento: 40°C(3min) 12°C/min 275°C (12min)  
Tem.Inj: 200°C Temp. Det: 290°C  
Análise modo: Scan  
Split: 1:20 Fluxo: 1,5 ml/min



Pico	TR	Area	Nome
1	8.142	1259354	
		1259354	