



## IV-787 - DESAFIOS ANALÍTICOS NA DETECÇÃO DE MICROPLÁSTICOS EM AMOSTRAS DE ÁGUA: UMA ABORDAGEM INTEGRADA DE MICROSCOPIA DE FLUORESCÊNCIA E ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO

### **Daniele Maia Bila<sup>(1)</sup>**

Engenheira Química pela UFRRJ. Mestre e doutora em Engenharia Química pela COPPE/UFRRJ. Professor Associado do Departamento de Engenharia Sanitária e do Meio Ambiente da Universidade do Estado do Rio de Janeiro (DESMA/UERJ).

### **Stella Melgaço<sup>(1)</sup>**

Doutoranda em Dinâmica dos Oceanos e da Terra na Universidade Federal Fluminense. Mestre em Engenharia Ambiental e bacharel em Oceanografia pela UERJ. Bolsista de Apoio Técnico no Laboratório de Engenharia Sanitária (LES/UERJ).

### **Maria Clara Bila**

Discente do Curso de Medicina da Universidade Federal Fluminense. Realiza estágio na Universidade do Estado do Rio de Janeiro.

### **Kaillany Linhares Smith<sup>(1)</sup>**

Discente do Curso de Engenharia Ambiental na Universidade do Estado do Rio de Janeiro (DESMA/UERJ).

### **Barbara Rodrigues Geraldino<sup>(1)</sup>**

Bióloga pela Universidade Gama Filho. Mestre pela Escola Nacional de Saúde Pública ENSP/FIOCRUZ. Doutora em Processos Químicos e Bioquímicos pela Escola de Química EQ/UFRRJ. Pós-doutoranda do Departamento de Engenharia Sanitária e do Meio Ambiente da Universidade do Estado do Rio de Janeiro (DESMA/UERJ).

**Endereço<sup>(1)</sup>:** Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Faculdade de Engenharia, Departamento de Engenharia Sanitária e do Meio Ambiente. Rua São Francisco Xavier, 524, Sala 5029, Bloco F- Rio de Janeiro - RJ - CEP: 20550-013 - Brasil - e-mail: [danielebila@eng.uerj.br](mailto:danielebila@eng.uerj.br)

## **RESUMO**

O presente estudo explora os problemas associados à identificação e quantificação de microplásticos em ambientes aquáticos. Dada a heterogeneidade e a complexidade dos microplásticos, que incluem variedades de polímeros e aditivos, fica clara a necessidade de métodos analíticos precisos e específicos. O estudo utilizou microscopia de fluorescência para analisar a distribuição dos microplásticos e a espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) para a caracterização polimérica. A pesquisa revelou a presença diversificada de microplásticos tanto em água de concessionária quanto em água de garrafas PET, com o polímero PVA sendo um dos mais prevalentes. O estudo ressalta a importância de aprimorar técnicas analíticas para enfrentar a contaminação difusa de microplásticos, que é evidente em várias matrizes ambientais e tem implicações significativas para a saúde pública e a integridade ambiental.

**PALAVRAS-CHAVE:** Microplástico, Microscopia de Fluorescência, Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR).

## **INTRODUÇÃO**

Os microplásticos (MPs) têm sido identificados como uma ameaça ambiental de grande relevância devido à sua ampla distribuição global e têm sido alvo de muitos estudos, inclusive no Brasil (Gerolin, et al., 2020; Drabinski et al. 2023; Nogueira et al., 2024). Os plásticos mais comuns encontrados em diversas aplicações incluem o polietileno (PE), polipropileno (PP), policloreto de vinila (PVC), poliestireno (PS), tereftalato de polietileno (PET), poliuretano (PU), poliamida (nylon) e acrílico (PMMA). Cada um desses



polímeros possui propriedades únicas que os tornam adequados para usos específicos (Ali et al., 2021). Embora os impactos dos macropolásticos sejam amplamente conhecidos, a questão emergente dos MPs representa uma nova e crescente preocupação. Isso se deve ao fato de que, além dos efeitos adversos na biota, surgem evidências de efeitos subagudos e crônicos, os quais colocam em risco também a saúde humana (Bucci et al., 2020). A ausência de consenso internacional sobre suas definições, incluindo tamanho e materiais constituintes, gera desafios na regulamentação e monitoramento.

Além da variação no tamanho das partículas, os plásticos incluem uma diversidade de polímeros e aditivos, os quais podem diferir significativamente em termos de estrutura química, toxicidade, solubilidade e degradação (Wang et al., 2021). Ademais, a investigação da ecotoxicidade dos MPs apresenta desafios analíticos consideráveis. As propriedades físico-químicas desses materiais afetam os processos de adsorção e agregação, facilitando a formação de agregados em diversos compartimentos ambientais, tais como sedimentos, biofilmes ou camadas microsúperfciais (Gaylarde et al., 2023). Tais processos influenciam a distribuição espacial dos microplásticos e contribuem para a heterogeneidade dessas partículas nas suspensões.

Considerando o impacto ambiental, os efeitos adversos dos MPs não são determinados por um único atributo. Ao contrário, dependem de uma série de fatores como tamanho, forma, tipo de polímero, estado de degradação ou oxidação, bem como da presença de aditivos e substâncias absorvidas, os quais são todos elementos interconectados que influenciam a toxicidade. Portanto, métodos de avaliação de toxicidade e detecção que são específicos para um tipo de plástico podem não ser aplicáveis diretamente a outros (Pelegri et al., 2023). Adicionalmente, a complexidade da matriz ambiental onde os MPs interagem representa um desafio significativo, visto que as condições ambientais podem afetar a degradação, fragmentação e interações dos MPs (Romano et al., 2023).

O processo geral de extração, identificação e quantificação de microplásticos em amostras que contém matéria orgânica é composto por três etapas principais. Inicialmente, o pré-processamento prepara a amostra, por meio de técnicas de digestão da matéria orgânica, condicionando o material para facilitar a separação subsequente dos MPs. A segunda etapa envolve a separação efetiva dos microplásticos das matrizes ambientais, onde diversas técnicas, incluindo diferentes soluções para a separação por densidade, são empregadas para otimizar este processo, como evidenciado por Rani et al. (2023). A fase final é a identificação e quantificação dos microplásticos concentrados. Avanços significativos têm sido realizados para melhorar a identificação automatizada de polímeros, aumentando assim a eficiência e precisão desta etapa. Esforços contínuos são dedicados à melhoria das metodologias em cada etapa, visando aprimorar a análise de microplásticos em ambientes complexos (Meyers et al., 2022).

Para a implementação eficaz de métodos automatizados baseados em fluorescência no estudo de microplásticos, é fundamental que as partículas analisadas sejam intrinsecamente fluorescentes ou marcadas com um agente fluorescente, como o corante Vermelho do Nilo. Esta técnica não apenas aumenta a precisão e a rapidez na identificação dos MPs, mas também minimiza a subjetividade humana e reduz o tempo de análise em comparação com os métodos tradicionais. Métodos de triagem de alto rendimento, econômicos e de fácil execução são essenciais para superar os desafios comumente encontrados em metodologias laboratoriais (Shruti et al., 2022; Meyers et al., 2022; Gao et al., 2022).

Os objetivos deste estudo incluem: (a) utilizar amostras de água para avaliar MPs, configurando o aparelho de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) para realizar a caracterização polimérica dos microplásticos presentes; e (b) avaliar a eficácia da inspeção automatizada por microscopia de fluorescência na análise da distribuição e dispersão dos microplásticos em uma suspensão aquosa.

## MATERIAIS E MÉTODOS

### Caracterização polimérica

Para as análises espectroscópicas, utilizou-se um espectrômetro de infravermelho  $\mu$ FTIR modelo AIM 9000 (Shimadzu®). O  $\mu$ -FTIR pode ser usado para a identificação de partículas maiores que 10  $\mu$ m. Os espectros foram adquiridos no modo de reflexão, abrangendo um intervalo de número de ondas de 400 a 4.000  $\text{cm}^{-1}$ , com um total de 45 varreduras por execução e uma resolução espectral de 4  $\text{cm}^{-1}$ . O controle do instrumento, assim como a aquisição e o processamento dos dados, foram realizados por meio dos softwares *AIMsolution Measurement e Analysis*. Em seguida, conduziu-se uma análise espectral, aplicando a técnica de diferenciação da primeira derivada para cada conjunto de dados, seguida pelo ajuste da curva completa e pela comparação do fator diferencial em cada ponto.



A validação da metodologia foi efetuada pela comparação entre o espectro dos resíduos que permaneceram na membrana e a pontuação de correspondência obtida na biblioteca espectral, que dispõem de uma vasta gama de espectros de referência de grande variedade de polímeros, cada um com características de absorção únicas no espectro infravermelho (Prusty et al., 2023).

### **Processamento das amostras de água**

No contexto deste estudo, procedeu-se à coleta de 2 litros de água diretamente da torneira no Laboratório, que recebe o fornecimento da Concessionária Estadual de Saneamento do Rio de Janeiro. Esta coleta foi realizada seguindo as diretrizes conforme Brasil (2013), na qual antes da coleta, a torneira foi limpa com algodão embebido em álcool 70%. Em seguida, a torneira permaneceu aberta por 1 minuto para garantir a limpeza do sistema. Após este procedimento, a amostra de água foi coletada. Paralelamente, para efeitos comparativos, foram adquiridos 2 litros de água mineral comercial de uma determinada marca.

No processo de filtração, cada litro de água foi percolado por uma membrana de polivinilideno fluoreto (PVDF) com porosidade de 0,45  $\mu\text{m}$ , escolhida por sua resistência química e eficiência na retenção de partículas finas. Após a filtração, a membrana contendo os resíduos foi cuidadosamente colocada sobre uma placa de Petri de vidro. Para a oxidação da matéria orgânica residual, aplicou-se 1 mL de peróxido de hidrogênio ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) a 30% sobre os resíduos presentes na membrana, e as amostras foram colocadas na estufa a uma temperatura controlada de 60°C por 1 hora (Liew et al., 2023).

### **Avaliação da capacidade de leitura automatizada PE utilizando microscopia de fluorescência**

Microplásticos de PE são amplamente encontrados em ambientes aquáticos e sedimentares, sendo frequentemente utilizados como representantes desses contaminantes em estudos (Wang et al., 2021). Para avaliar a eficácia da leitura automatizada de microplásticos (MPs), foram utilizadas microesferas de polietileno fluorescente, selecionadas em duas cores e tamanhos: amarelas (63-75  $\mu\text{m}$ ) e verdes (150-180  $\mu\text{m}$ ), adquiridas da Cospheric®.

Uma solução estoque de 1 mg/mL foi preparada, a partir da qual foram realizadas diluições seriadas da suspensão inicial com a adição de surfactantes. Devido a sua natureza hidrofóbica, partículas de PE quando dispersas em água tendem a se agrupar, reduzindo a área de superfície em contato com a água e, conseqüentemente, a energia livre do sistema. Os surfactantes, conhecidos por sua capacidade de reduzir a tensão superficial de líquidos, facilitam a mistura de substâncias que normalmente não se dispersam adequadamente. Experimentos foram conduzidos com diversos surfactantes relatados na literatura, incluindo Extran® (5%), etilenoglicol (1%), Tween 20 (0,1%), Triton™ X-100 (0,1%) (Renzi et al., 2019). Soluções de MPs foram preparadas nas concentrações de 1; 0,5; 0,25; 0,125 e 0,062 mg/mL em água destilada, cada uma contendo diferentes proporções dos surfactantes. Adicionalmente, um controle negativo sem adição de partículas foi estabelecido para avaliar possíveis contaminações ambientais ou associadas aos procedimentos analíticos. Estas suspensões foram analisadas no microscópio para determinar a eficácia dos surfactantes em prevenir a agregação das partículas e a estabilidade das soluções diluídas.

Após o preparo, as suspensões foram distribuídas em microplacas de 48 poços, em triplicata, com 100  $\mu\text{L}$  por poço. A dispersão das microesferas na fase foi verificada utilizando o microscópio invertido automatizado para aquisição de imagem modelo EVOS M7000 (Thermo Fisher Scientific®). Este sistema é integrado para fluorescência de quatro cores, luz transmitida e captura de imagens coloridas. Além disso, o EVOS é equipado com um sistema avançado que permite a contagem automatizada das partículas. Este sistema é configurável e pode considerar variável como a intensidade de emissão de luz e o tamanho das partículas no momento da leitura, facilitando uma análise quantitativa precisa, automatizada e eficiente dos polímeros dispersos.

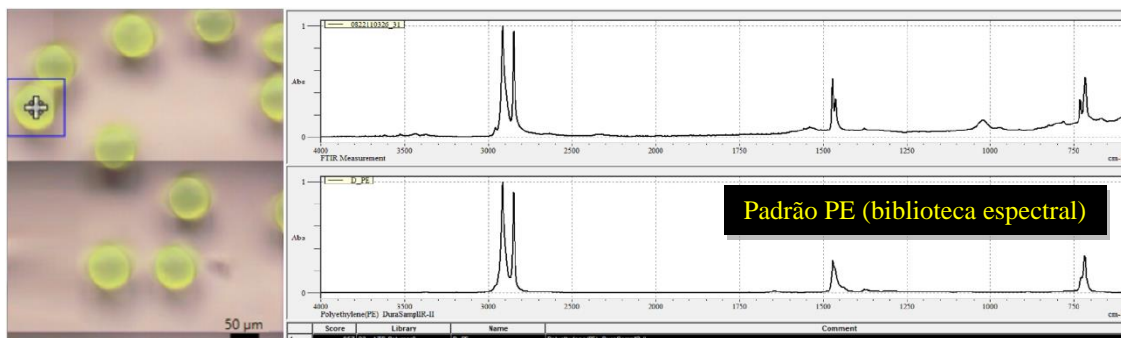
## **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

### ***Calibração e ajuste de parâmetros para avaliar a sensibilidade do FTIR***

Após a inspeção visual dos potenciais microplásticos, eles foram analisados pelo FTIR para a confirmação química. Foram utilizadas microesferas padronizadas de PP para verificar a sensibilidade do método no FTIR com o objetivo de garantir a precisão e a confiabilidade das análises espectroscópicas. Essas microesferas possuem propriedades químicas e físicas bem definidas, permitindo a calibração do equipamento e a avaliação de sua capacidade de detectar e identificar corretamente dos polímeros presentes nas amostras.



Os espectros gerados pelo FTIR apresentam um perfil espectral relativamente simples, caracterizado por bandas de absorvância distintas sobre uma linha de base uniforme. A Figura 1 exibe as amostras de microplásticos e os respectivos espectros de FTIR que foram adquiridos. Embora as amostras tenham sido analisadas em triplicata, apenas um espectro representativo para cada tamanho de partícula está incluído na Figura 1, correspondendo à média da contagem do número de microplásticos. A imagem à esquerda foi capturada durante a análise, enquanto o espectro de FTIR à direita ilustra as bandas de absorção características do polietileno (PE). A pesquisa espectral realizada na biblioteca de polímeros, fornecida pelo software do microscópio, revelou uma correspondência de  $\geq 95\%$  para as amostras analisadas.



**Figura 1:** Padrão de microesferas de PE amarela (esquerda) e espectro obtido no  $\mu$ FTIR (acima) e a comparação com o padrão da biblioteca de polímeros (abaixo).

No uso da espectroscopia FTIR, diversas técnicas podem ser aplicadas, cada uma com suas peculiaridades e aplicações específicas. O modo Reflexão Total Atenuada (ATR) é frequentemente preferido por sua praticidade e eficiência. No ATR, a amostra é pressionada contra um cristal de alta refração, como o diamante ou germânio, permitindo que a luz infravermelha penetre apenas alguns micrômetros na superfície. Esta técnica é altamente vantajosa para MPs, pois não requer preparações complexas da amostra, como dissolução, minimizando o risco de contaminação ou perda da amostra durante o processo (Meyvisch et al., 2022).

Por outro lado, o modo de transmissão da FTIR, embora ofereça uma análise detalhada das propriedades ópticas intrínsecas dos materiais, apresenta desafios significativos para MPs. Requer que a amostra seja suficientemente fina ou transparente para permitir que a luz infravermelha a atravesse completamente. Esta necessidade de preparação minuciosa pode ser impraticável para muitos tipos de microplásticos, que geralmente não possuem uniformidade em sua composição ou forma (Willans et al., 2023).

O modo de refletância, outra técnica utilizada, é menos frequente para MPs devido às suas limitações com amostras que não são planas ou uniformes. Esta técnica depende da reflexão da luz infravermelha de volta do material, e irregularidades na superfície da amostra podem resultar em leituras espectrais inconsistentes. Embora útil em certos contextos, os desafios associados à refletância podem limitar sua aplicabilidade. Cada uma dessas técnicas de FTIR tem suas vantagens e limitações (Meyvisch et al., 2022; Kumar, 2023).

No presente estudo, a análise por espectroscopia FTIR em modo de ATR revelou um espectro com um grau de semelhança maior em relação ao padrão obtido pela biblioteca de referência de polímeros do que aquele obtido pelo  $\mu$ FTIR. Essa discrepância pode ser atribuída à resolução espacial limitada do  $\mu$ FTIR ou a outras limitações técnicas associadas a essa técnica de análise. Esses resultados destacam a complexidade dos processos de degradação dos MPs e a necessidade contínua de aprimoramento das técnicas de análise para uma melhor compreensão desses materiais no ambiente.

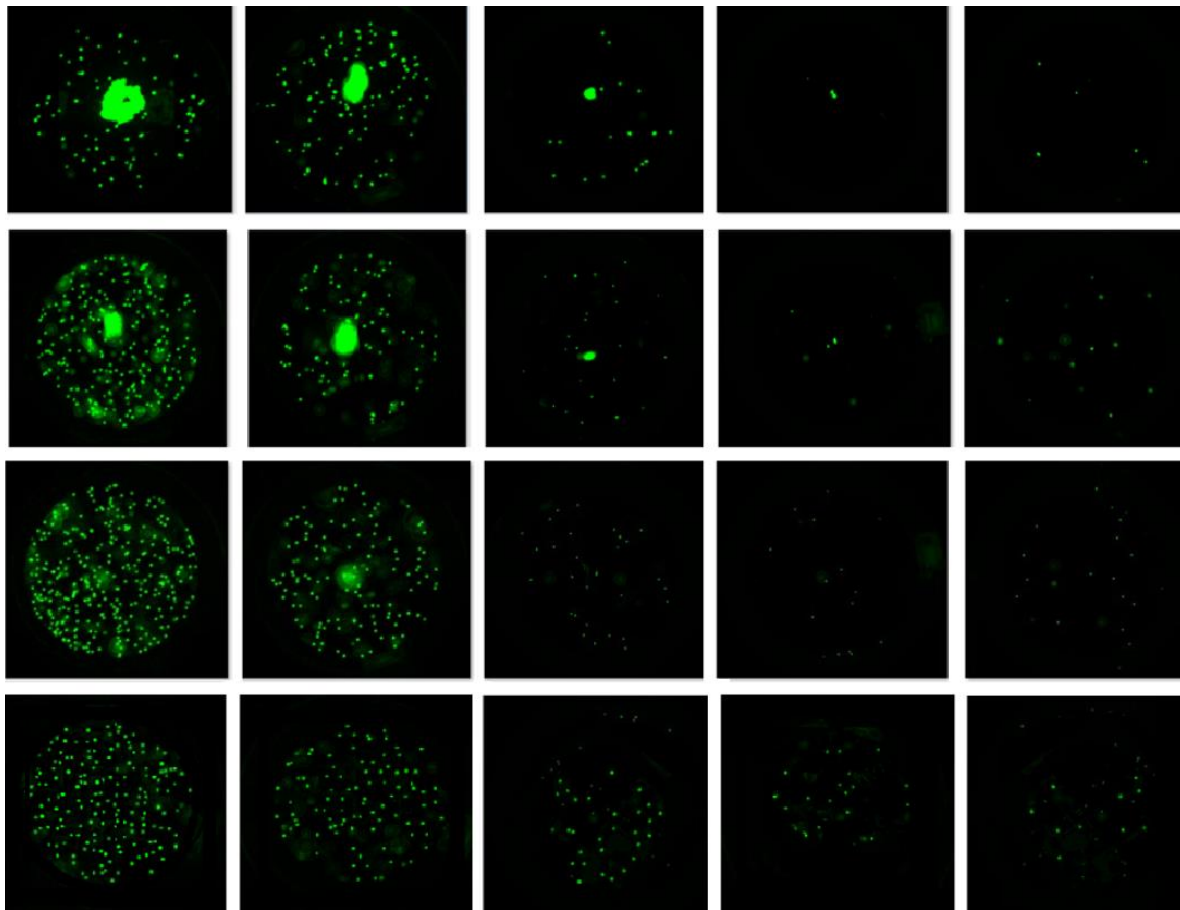
De acordo com Sandt e colaboradores (2021), as discrepâncias observadas nas evoluções das bandas de carbonila podem ser atribuídas à oxidação dos polímeros. Esta atribuição é justificável ao considerar a complexidade intrínseca dos processos de degradação do material e a ampla diversidade de condições ambientais a que está exposto. Tais variações nas bandas espectrais são indicativas das alterações químicas que ocorrem no material polimérico ao longo do tempo e sob diferentes influências ambientais.

### Inspecção visual automatizada de partículas fluorescentes de PE

O método descrito para a verificação do diâmetro das microesferas e a eficácia da diluição na fase líquida utilizando o sistema de imagem EVOS M7000 de forma semiautomática demonstrou ser eficaz e preciso. Optou-se por mostrar os resultados visuais das esferas verdes uma vez que são maiores para visualização, conforme mostrado na Figura 2. A capacidade do sistema em fornecer imagens nítidas e de alta qualidade contribuiu significativamente para a obtenção de dados confiáveis, garantindo assim a validação e a adequação do método proposto para verificar a precisão da dispersão dos MPs na fase líquida.

Os experimentos revelaram que todos os surfactantes testados foram apenas parcialmente eficazes na manutenção da suspensão das partículas de polietileno (PE) em solução aquosa. Entre os surfactantes, Extran®, etilenoglicol e Tween 20 permitiram uma suspensão inicial das partículas, que começaram a se aglomerar novamente em menos de 30 segundos, reagregando-se. Mesmo sem apresentar desempenho excelente, o surfactante Extran®, alcançou um  $R^2$  superior a 0,9, conforme ilustrado na Figura 3.

A análise das curvas de concentração de microplásticos (MPs) pelo sistema de imagem EVOS M7000 revelou que o surfactante Triton™ X-100, na concentração de 0,1% v/v, proporcionou o melhor resultado, com um  $R^2$  inicial de 0,96. Após uma calibração fina no programa de análise e ajuste manual, conforme ilustrado na Figura 4, o  $R^2$  aumentou para 0,99. O programa permitiu a configuração da calibração para integração da contagem semiautomatizada de partículas, tanto por tamanho quanto por intensidade.



**Figura 2:** Imagens obtidas da análise visual das suspensões de microesferas de PE verde (150-180  $\mu\text{m}$ ) no sistema EVOS M7000, utilizando diluição seriada apenas em água ultrapura Extran® (5% v/v), etilenoglicol (1%), Tween 20 (12,5% v/v %), Triton™ X-100 (0,1%) nas concentrações 1; 0,5; 0,25; 0,125 e 0,062 mg/mL.

O avanço das técnicas automatizadas e semiautomatizadas na análise de MP tem apresentado eficiências notáveis e precisão aprimorada nos estudos. Essas técnicas minimizam a contaminação e o erro



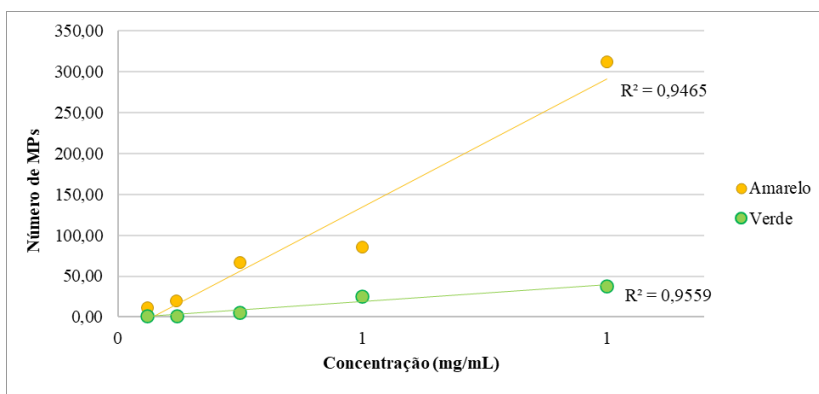


SIMPÓSIO LUSO-BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL

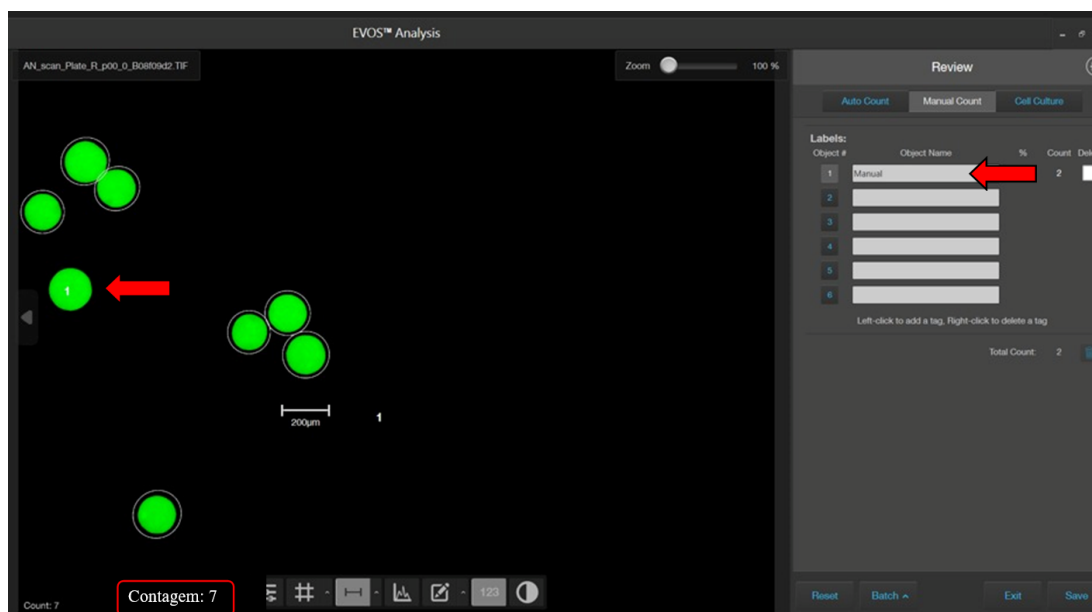


humano, elementos críticos dado o tamanho minúsculo e a complexidade das amostras de microplásticos. Ao integrar análises multidimensionais, como tamanho, cor, forma e composição química, os métodos automatizados garantem dados consistentes e reprodutíveis, essenciais para avaliações comparativas e longitudinais de tendências ambientais. Além disso, a automação permite uma manipulação mais eficaz e econômica de grandes volumes de amostras, superando um dos principais obstáculos em estudos por MP, que é a exigência de processamento extenso e meticuloso de amostras para resultados confiáveis (Mossoti et al., 2023).

O estudo de Meyers et al. (2022) investiga a eficácia dos modelos de aprendizado de máquina na detecção e identificação de microplásticos. Utilizando dados RGB de microplásticos corados, foram desenvolvidos dois modelos: um para detectar a origem das partículas e outro para identificar os tipos de polímeros. A aplicabilidade prática desses modelos foi confirmada através da detecção (92,7%) e identificação (80%) bem-sucedidas de partículas plásticas em amostras ambientais reais que passaram por processamento laboratorial.



**Figura 3:** Curva analítica entre concentração de MPs e número de MPs contidos em cada diluição de MPs em água destilada (Extran® (5% v/v) nas concentrações 1; 0,5; 0,25; 0,125 e 0,062 mg/mL



**Figura 4:** Contagem automática (n=8), com uma das esferas não incluída automaticamente, mas adicionada manualmente.



### ***Ocorrência de MP em amostras de água***

A contagem de microplásticos foi realizada de forma independente por dois pesquisadores, garantindo a confiabilidade dos dados e reduzindo a chance de subjetividade na leitura da amostra. Na água fornecida pela Concessionária, foi detectada uma variedade de microplásticos, incluindo Acrilonitrila Butadieno Estireno (ABS), Polietileno de Baixa Densidade (PEBD), PVA, polioximetileno e PP, com cores variadas como azul, marrom, vermelho e preto, o que sugere diversas fontes de contaminação. O tamanho das partículas variou de 50 a 700  $\mu\text{m}$ . O PVA foi o mais prevalente, encontrado em quatro ocorrências, seguido por ABS, polioximetileno e PP, cada um identificado duas vezes, enquanto celulose ou fibras têxteis naturais foram identificadas apenas uma vez. Na água de garrafas PET, embora menos microplásticos tenham sido identificados, foram encontrados tipos como PVA, PVDF-TrFE, EVA, polioximetileno e poliéster. O PVA e poliéster foram os mais frequentes, detectados duas vezes cada, com variações de cores e tamanhos entre 50 e 400  $\mu\text{m}$ .

Foram identificados visualmente 8 unidades de MPs por litro de água da Concessionária, enquanto na água mineral esse número foi menor, com aproximadamente 3,5 unidades por litro. O PVA foi identificado como um dos mais prevalentes tanto na água da Concessionária quanto na água de engarrafada. O PVA é amplamente utilizado em diversas indústrias, desde embalagens de alimentos até produtos farmacêuticos, e encontrado em produtos de construção, eletrônicos, têxteis e cosméticos. Sua presença frequente nessas amostras destaca sua significativa contribuição para a contaminação difusa do ambiente aquático (Rolsky et al., 2021). O ABS é um termoplástico amorfo conhecido por sua rigidez, boa resistência ao impacto, e excelente resistência térmica e química. Amplamente utilizado em componentes de automóveis, carcaças de eletrodomésticos, brinquedos (peças de LEGO), e equipamentos de escritório (Turner, 2020).

O estudo realizado por Tse e colaboradores (2022) investigou a presença de MPs em água engarrafada e de torneira em Hong Kong, empregando técnicas de microscopia de fluorescência e citometria de fluxo para quantificar MPs de diferentes tamanhos. Os resultados revelaram que a abundância de MPs maiores ( $\geq 50 \mu\text{m}$ ) em água engarrafada variou entre 8 e 50 partículas por litro. Por outro lado, MPs menores ( $< 50 \mu\text{m}$ ) foram encontrados em quantidades substancialmente maiores, variando de 1.570 a 17.817 partículas por litro. Este estudo destaca a diferença significativa na quantidade de MPs dependendo do seu tamanho e do tipo de água analisada.

Mason e colaboradores avaliaram a ocorrência de microplásticos em onze marcas de água engarrafada de origem mundialmente comercializadas, adquiridas em 19 locais de nove países diferentes. Para testar a contaminação por microplásticos, foi utilizada a técnica de marcação com Vermelho no Nilo. Das 259 garrafas processadas, 93% apresentaram sinais de contaminação por microplásticos. Foi encontrada uma média de 10,4 partículas de MPs com tamanho superior a 100  $\mu\text{m}$  por litro de água engarrafada. Observou-se uma variação significativa mesmo entre garrafas da mesma marca e lote, sugerindo influências da amostragem ambiental e indicativo das complexidades associadas às fontes de microplásticos, aos processos de fabricação e à dinâmica entre partículas e fluidos, entre outros fatores.

Em muitos casos, partículas menores que 100  $\mu\text{m}$  não podem ser definitivamente confirmadas como poliméricas através de análises espectroscópicas, tais como FTIR, devido às limitações técnicas desses métodos para detectar partículas de pequeno tamanho. Contudo, o corante Vermelho no Nilo surge como uma alternativa promissora. Estudos anteriores (Vitali et al., 2017; Meyers et al., 2022; Prata et al., 2020; Mason et al., 2018) demonstraram que este corante é extremamente seletivo e eficaz na marcação rápida de microplásticos em amostras ambientais. No entanto, no presente estudo, não utilizamos nenhum tipo de marcação e a contagem foi realizada visualmente, com confirmação por FTIR. Portanto, é provável que o número de partículas detectadas tenha sido subestimado.

### **CONCLUSÕES**

O avanço das técnicas automatizadas e semiautomatizadas na análise de microplásticos, com o uso de microscopia de fluorescência na inspeção visual, tem demonstrado eficiências notáveis e se mostrou uma boa alternativa no presente estudo. O FTIR, conhecido por sua eficácia na caracterização polimérica, também evidenciou ser uma técnica precisa e adequada para a caracterização de polímeros.

Além disso, o presente estudo revelou que a água fornecida pela concessionária apresentou uma maior concentração de microplásticos em comparação com a água mineral. A presença de uma variedade de polímeros, especialmente o PVA, sugere múltiplas fontes de contaminação. Embora menos microplásticos tenham sido encontrados na água de garrafa PET, a diversidade de polímeros ainda é evidente, destacando a persistência desses materiais no ambiente aquático.



As suspensões de microplásticos, mesmo quando inicialmente aparentam estabilidade, são suscetíveis a processos de agregação ao longo do tempo. Isso pode distorcer a avaliação da distribuição espacial dos microplásticos e implica considerações práticas essenciais para estudos experimentais. Compreender esses processos é fundamental para o desenvolvimento de abordagens eficazes para monitorar a contaminação por microplásticos em ambientes aquáticos.

A observação dos resultados obtidos neste estudo fornece uma compreensão inicial sobre a complexidade associada à presença de microplásticos em ambientes aquáticos, incluindo aqueles provenientes da embalagem e do processo de engarramento. Esses resultados ressaltam a importância de compreender a dinâmica complexa dos microplásticos e suas implicações práticas, sublinhando a necessidade de estratégias de mitigação para enfrentar esse desafio ambiental em constante evolução.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Ali I, Cheng Q, Ding T, Yiguang Q, Yuechao Z, Sun H, et al. Micro- and nanoplastics in the environment: Occurrence, detection, characterization and toxicity – A critical review. *Journal of Cleaner Production*, v. 313, p. 127863, 2021.
2. Brasil. Fundação Nacional de Saúde. Manual prático de análise de água / Fundação Nacional de Saúde, Brasília: Funasa, 2013, 150 p.
3. Bucci K, Tulio M, Rochman CM. What is known and unknown about the effects of plastic pollution: A meta-analysis and systematic review. *Ecological Applications*, v. 30, p. e02044, 2020.
4. Drabinski TL, et al. Microplastics in freshwater river in Rio de Janeiro and its role as a source of microplastic pollution in Guanabara Bay, SE Brazil. *Micro*, v. 3, n.1, p. 208-223, 2023.
5. Gao Z, Wontor K, Cizdziel JV. Labeling Microplastics with Fluorescent Dyes for Detection, Recovery, and Degradation Experiments. *Molecules*, v. 27, n. 21, p.7415, 2022.
6. Gaylarde CC, De Almeida MP, Neves CV, Neto JAB, Da Fonseca EM. The Importance of Biofilms on Microplastic Particles in Their Sinking Behavior and the Transfer of Invasive Organisms between Ecosystems. *Micro*, v. 3, n. 1, p.320–337, 2023.
7. Gerolin, CR et al. Microplastics in sediments from Amazon rivers, Brazil. *Science of the Tot Environ*, v. 749, p. 141604, 20 dez. 2020.
8. Kumar, P. Senthil. Detection and monitoring of marine pollution. In: *Modern Treatment Strategies for Marine Pollution*. Elsevier, p. 29–51, 2021.
9. Liew WL, Hee YY, Mohd Nazri NA, Muda K, Zaidi NS. Preliminary study on the occurrence of microplastics in a local sewage treatment plant. *IOP Conf Ser: Earth Environ Sci* v. 1144, p. 012007, 2023
10. Mason SA, Welch VG, Neratko J. Synthetic Polymer Contamination in Bottled Water. *Front Chem*, v. 6, 2018.
11. Meyers, Nelle; Catarino, Ana I.; Declercq, Annelies M.; et al. Microplastic detection and identification by Nile red staining: Towards a semi-automated, cost- and time-effective technique. *Science of The Total Environment*, v. 823, p. 153441, 2022.
12. Meyvisch et al. Attenuated Total Reflection (ATR) Micro-Fourier Transform Infrared (Micro-FT-IR) Spectroscopy to Enhance Repeatability and Reproducibility of Spectra Derived from Single Specimen Organic-Walled Dinoflagellate Cysts. *Applied Spectroscopy*, v. 76, n. 2, p. 235–254, 8 set. 2021.
13. Mossotti, Raffaella; Dalla Fontana, Giulia; Anceschi, Anastasia; et al. Round Robin Test on Microplastic Counting and Identification Method. In: SALAMA, El-Sayed (Org.). *Environmental Sciences*. IntechOpen, v. 8, 2023.
14. Nogueira, E. J; Fernandes, E.; Nogueira, M; et al. Microplastics contamination in fish, water, and sediment surrounding Ubatuba beaches, Southeastern Brazil. *Neotropical Ichthyology*, 22(2), e230092, 2024.
15. Pelegrini K, Pereira TCB, Maraschin TG, Teodoro LS, Basso NRS, De Galland GLB, Ligabue RA, Bogo MR. Micro- and nanoplastic toxicity: A review on size, type, source, and test-organism implications. *Sci Total Environ*, v. 878, p. 162954, 2023.
16. Prata, Joana C.; Alves, Jorge R.; Da Costa, João P.; et al. Major factors influencing the quantification of Nile Red stained microplastics and improved automatic quantification (MP-VAT 2.0). *Science of The Total Environment*, v. 719, p. 137498, 2020.
17. Prusty K, Rabari V, Patel K, Ali D, Alarifi S, Yadav VK, et al. An Assessment of Microplastic Contamination in a Commercially Important Marine Fish, *Harpodon nehereus* (Hamilton, 1822). *Fishes*, v. 8, p. 432, 2023.





18. Rani M, Ducoli S, Depero LE, Prica M, Tubić A, Ademovic Z, Morrison L, Federici S. A Complete Guide to Extraction Methods of Microplastics from Complex Environmental Matrices. *Molecules*, v. 28, p. 5710, 2023.
19. Renzi M, Grazioli E, Blašković A. Effects of Different Microplastic Types and Surfactant-Microplastic Mixtures Under Fasting and Feeding Conditions: A Case Study on *Daphnia magna*. *Bull Environ Contam Toxicol*, v. 103, n. 3, p.367-373, 2019.
20. Rolsky C, Kelkar V. Degradation of Polyvinyl Alcohol in US Wastewater Treatment Plants and Subsequent Nationwide Emission Estimate. *Int J Environ Res Public Health*, v.18, n. 11, p. 6027, 2021.
21. Romano E, Bergamin L, Di Bella L, Bainsi M, Berto D, D'Ambrosi A, et al. First record of microplastic in the environmental matrices of a Mediterranean marine cave (Bue Marino, Sardinia, Italy). *Marine Pollution Bulletin*, v.186, p. 114452, 2023.
22. Sandt C, Waeytens J, Deniset-Besseau A, Nielsen-Leroux C, Réjasse A. Use and misuse of FTIR spectroscopy for studying the bio-oxidation of plastics. *Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc*, p. 258, p. 119841, 2021.
23. Shruti, V. C. et al. First evidence of microplastic contamination in ready-to-use packaged food ice cubes. *Environmental Pollution*, v. 318, p. 120905, fev. 2023.
24. Tse YT, Chan SM, Sze ET. Quantitative Assessment of Full Size Microplastics in Bottled and Tap Water Samples in Hong Kong. *Int J Environ Res Public Health*, v. 19, n. 2, p.13432, 2022.
25. Turner, Andrew; Arnold, Rob; Williams, Tracey. Weathering and persistence of plastic in the marine environment: Lessons from LEGO. *Environmental Pollution*, v. 262, p. 114299, 2020.
26. Vitali, Clementina; Peters, Ruud J.B.; Janssen, Hans-Gerd; *et al.* Quantitative image analysis of microplastics in bottled water using artificial intelligence. *Talanta*, v. 266, p. 124965, 2024.
27. Wang X, Bolan N, Tsang DCW, Sarkar B, Bradney L, Li Y. A review of microplastics aggregation in aquatic environment: Influence factors, analytical methods, and environmental implications. *Journal of Hazardous Materials*, v. 402, p. 123496, 2021.
28. Willans, Meg; Szczecinski, Elkia; Roocke, Claire; et al. Development of a rapid detection protocol for microplastics using reflectance-FTIR spectroscopic imaging and multivariate classification. *Environmental Science: Advances*, v. 2, n. 4, p. 663–674, 2023.