

Caracterização de uma carga sintética – ênfase em compostos nitrogenados.

Alessandra Smaniotto¹(IC), Lindiane Bieseki¹(IC), Rogério Dallago^{1,*}(PQ), Carmen Lucia Tavares da Silva²(PQ), Ana Carlota Belizario dos Santos²(PQ), Bauer Ferrera²(PQ). *dallago@uri.com.br

¹ Depto. de Química/URI – Campus de Erechim, Av. Sete de Setembro, 1621, Erechim - RS, Brasil, CEP 99700-000.

² PETROBRAS/CENPES, Ilha do Fundão, Quadra 7, Rio de Janeiro – RJ, Brasil, CEP 21949-900.

Palavras Chave: compostos nitrogenados, carga sintética, caracterização

Introdução

A remoção de compostos nitrogenados presentes em correntes de petróleo é importante para a indústria do refino, uma vez que esses são venenos de catalisadores ácidos e metálicos, além de, quando submetidos à combustão, promoverem poluição atmosférica (NO_x). O caráter e teor desses compostos são importantes para a escolha de condições e catalisadores apropriados para o refino. As principais dificuldades na análise devem-se à sua concentração em frações mais pesadas; à susceptibilidade a alterações e perdas no manuseio; à distribuição em ampla faixa de polaridade e/ou pK_a; à baixa concentração dos componentes, individualmente, nas amostras e à falta de padrões comerciais. Um fracionamento prévio utilizando troca iônica pode auxiliar nos processos de identificação destes compostos. O objetivo deste trabalho foi o desenvolvimento de uma metodologia de caracterização de compostos nitrogenados, em uma carga sintética, empregando Troca Iônica e cromatografia gasosa. Foi utilizado um GC/MSD e em um cromatógrafo contendo dois detectores específicos (TSD e PFPD)

Resultados e Discussão

Para comparar os diferentes sistemas cromatográficos em relação ao tempo de retenção dos compostos, foi efetuada a análise de uma mistura de piridina e anilina nos sistemas GC/MS, GC/TSD e GC/PFPD, utilizando-se duas colunas cromatográficas (CP-8 e CP-5). As condições de corrida foram otimizadas de modo a minimizar a diferença entre os tempos de retenção de um mesmo composto no GC/MS e nos outros dois sistemas. Verificou-se que a diferença média entre os tempos de retenção foi de aproximadamente 1 min. Na Figura 1, pode-se observar diferenças nos tempos de retenção obtidos para cada uma das colunas, bem como na sensibilidade dos detectores específicos. A carga sintética também foi analisada nas duas colunas para todos os detectores. Esta foi submetida a um fracionamento (Troca Iônica) utilizando-se as resinas Amberlite IRA-410 (básica) e Amberlite IRA-120 (ácida), e os eluentes isopropilamina em hexano (10%), ácido fórmico em éter etílico (10%) e hexano, distribuindo a carga em

frações ácida, básica e neutra. As frações obtidas foram analisadas no GC/MSD, GC/TSD e GC/PFPD com a coluna CP-8 de acordo com as condições otimizadas. Os cromatogramas da fração básica nos sistemas GC/MS e GC/TSD são mostrados na Figura 2.

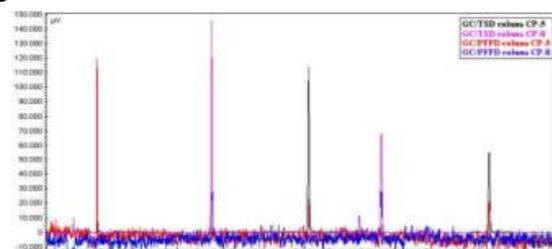


Figura 1. Sobreposição dos cromatogramas da amostra padrão no GC/PFPD e GC/TSD (colunas CP-5 e CP-8).

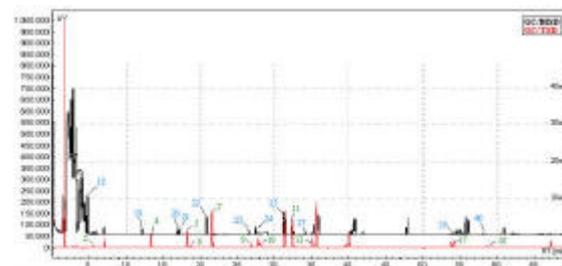


Figura 2. Cromatogramas sobrepostos da fração básica nos sistemas GC/TSD e GC/MSD.

Conclusões

A partir dos resultados obtidos, pode-se concluir que a coluna CP-8 mostrou-se mais eficiente que a CP-5 para a separação dos compostos. Dentre os detectores seletivos, o TSD apresenta maior sensibilidade para compostos nitrogenados que o PFPD. O fracionamento mostrou-se eficiente para a separação dos compostos.

Agradecimentos

À URI-Campus de Erechim e à Petrobras.

¹ J.-M. Schmitter, H. Colin, J.L. Excoffler, P. Arpino e G. Gulochon. *Anal. Chem.*, **1982**, *54*, 769.

² I. Merdrignac, F. Behar, P. Albrecht, P. Briot e M. Vandembroucke. *Energy Fuels*, **1998**, *12*, 1342.

³ L.R. Snyder. *Anal. Chem.*, **1970**, *3*, 290.

⁴ F. F. Shue e T.F. Yan. *Anal. Chem.*, **1981**, *53*, 2081.

⁵ M. Li, S.R. Larter e D. Stoddart. *Anal. Chem.*, **1992**, *64*, 1337.