

Identificação de Compostos em Óleos Pesados de Petróleo por Cromatografia Gasosa Acoplada a Espectrometria de Massas (CG-EM)

Maria Helena Gonçalves Pereira (PQ) phelena@ctex.eb.br

Centro Tecnológico do Exército – Seção de Tecnologia de Materiais de Carbono - Av. das Américas, 28705, CEP 23020-470, Guaratiba, RJ.

Palavras Chave: aromáticos, cromatografia, massas.

Introdução

Os resíduos aromáticos resultantes do craqueamento catalítico do petróleo (óleos decantados) constituem materiais extremamente complexos. Desta forma, a sua caracterização química é determinada por grupos de substâncias. Neste trabalho, amostras de óleos decantados oriundos de diferentes refinarias foram fracionados por extrografia¹ e analisados por cromatografia gasosa. Foram estudadas as características estruturais através da análise cromatográfica acoplada a espectrometria de massas², assim como o mecanismo de retenção da fase estacionária escolhida.

Resultados e Discussão

As amostras de óleo decantado foram pesadas, solubilizadas em diclorometano e adsorvidas em sílica pré-ativada em uma razão de amostra:adsorvente de 1:13. Após a completa remoção do solvente e secagem do material, este foi colocado em coluna de vidro. No fundo da coluna foi colocada sílica ativada não carregada numa razão de 2:1 para a sílica impregnada com amostra para se evitar sobreposição das frações. A sequência de solventes utilizada foi a seguinte: n-hexano (100mL); 64% n-hexano/36% Tolueno (200mL); clorofórmio (200mL) e 90% clorofórmio/10% éter etílico (200mL).

As frações foram analisadas por cromatografia gasosa utilizando-se como detector um espectrômetro de massas com ionização por impacto eletrônico e uma coluna capilar Equity-5 (5%difenil 95% dimetilsiloxano). A vazão de gás utilizada foi de 1mL/min e a temperatura programada em 80°C-325°C a 10°C/min. O volume de injeção foi de 1µL com razão de split de 20:1. Os espectros de massa foram registrados num intervalo de massa de 30-500 u.m.a.

As análises foram conduzidas nas frações 2 e 3. Foram feitos estudos sobre a retenção da fase de polimetilsiloxano com padrões de hidrocarbonetos aromáticos de 2 a 7 anéis e conclusões sugerem que a eluição ocorre de acordo com o número de anéis, como mostra a figura 1. O pico 1 é referente ao naftaleno, com 9,308min enquanto que o pico 16 refere-se ao coroneno, com 33,275 min. Os picos dos

isômeros foram determinados com injeções individuais.

Para as amostras de óleo decantado, as análises das frações 2 e 3 corroboraram os resultados obtidos com os padrões de poliaromáticos. Na fração 2 foram identificados compostos contendo de 1 a 4 núcleos aromáticos e suas respectivas famílias de isômeros alquilados agrupadas por tempo de retenção (figura 2). Na fração 3, foram identificados pela espectrometria de massas compostos nitrogenados como carbazóis e isômeros alquilados.

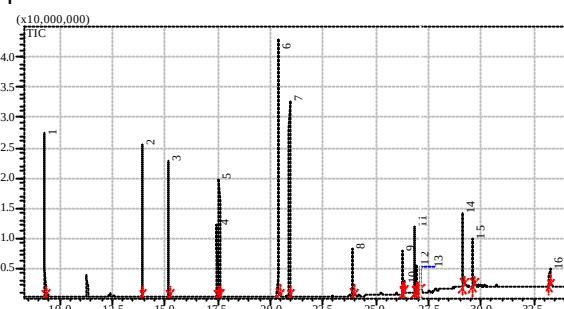


Figura 1. Cromatograma de íons totais dos padrões de poliaromáticos.

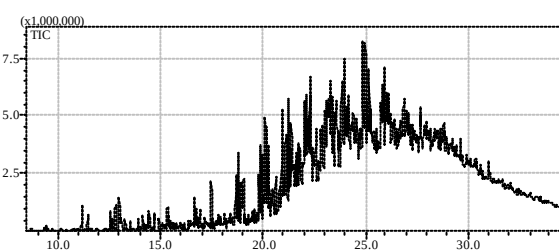


Figura 2. Cromatograma da fração 2 do óleo decantado

Conclusões

A metodologia de CG-MS utilizada apresentou-se satisfatória para a análise de misturas de poliaromáticos, o que possibilitou a identificação dos principais componentes dos óleos decantados.

Agradecimentos

PETROBRAS, FINEP.

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

¹ Cerny, J.; Pavlikova, H.; Machovic, V. *Fuel*. **1990**, 69, 966.

² Machnikowski, J.; Bermejo, J. *J. of Chrom A*. **1997**, 778, 403.