

## Utilização da Técnica de Extrografia na Análise de Óleos Pesados de Petróleo

Maria Helena Gonçalves Pereira (PQ)\*, Alexandre Taschetto de Castro (PQ) [phelena@ctex.eb.br](mailto: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: extrografia, aromáticos, cromatografia.

### Introdução

Os resíduos aromáticos resultantes do craqueamento catalítico do petróleo (óleo decantado) atualmente são utilizados como matéria-prima no processo de fabricação de materiais de alto valor agregado como as fibras de carbono. A caracterização química destes materiais é importante para se identificar quais propriedades determinam a qualidade e desempenho dos produtos acabados. Porém, por consistirem de materiais extremamente complexos torna-se necessário um pré-fracionamento das amostras. Existem várias técnicas disponíveis utilizando-se separação em coluna aberta<sup>1</sup>, que envolve a adsorção dos componentes nos centros ativos da fase estacionária seguida de uma dessorção gradual por eluição seqüencial com solventes de polaridades crescentes. Como estes resíduos são materiais extremamente viscosos, a introdução da amostra pode ser feita por pré-adsorção num suporte inerte ou na própria fase estacionária. A eluição dos componentes deste suporte é chamada de extrografia e tem se tornado uma boa alternativa, pois se propõe ao fracionamento das amostras em classes distintas de compostos<sup>2</sup>.

### 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 seguinte seqüência de solventes foi utilizada: 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. Os espectros de massa foram registrados num intervalo de massa de 30-500 u.m.a.

A identificação dos grupos funcionais presentes nas frações foi realizada por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e os espectros de IV obtidos indicaram a eficiência da separação.

A cromatografia gasosa confirma os resultados obtidos por FTIR. A fração 1 é composta exclusivamente de alifáticos, de C14 a C30 sendo os compostos de C23 a C26 mais abundantes (figura 1). Na fração 2, os compostos identificados por CG-EM são hidrocarbonetos poliaromáticos que vão do naftaleno ao criseno, além dos compostos alquilados, hidrogenados, naftênicos e bifenilas.

A fração 3 contém uma pequena variedade de compostos, todos nitrogenados, sendo a maioria composta de carbazóis com 2 a 4 anéis benzênicos e ramificações. A fração 4 é composta de substâncias polares como fenóis, tiofenos, xantenos, entre outros.

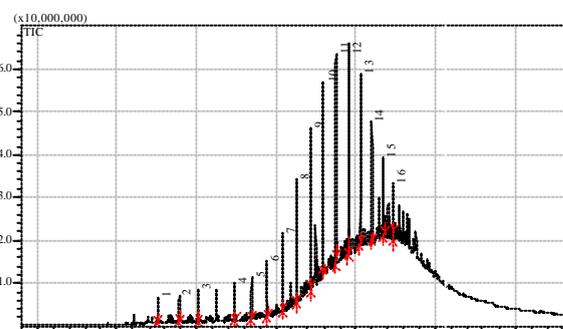


Figura 1. Cromatograma de íons totais típico da fração 1.

### Conclusões

A extrografia é uma técnica robusta e eficaz como pré-fracionamento de materiais complexos de petróleo em classes de compostos de acordo com a sua funcionalidade. Os resultados das análises cromatográficas e espectroscópicas mostram a seletividade da separação em hidrocarbonetos alifáticos, aromáticos, nitrogenados e polares.

### Agradecimentos

PETROBRAS, FINEP.

<sup>1</sup> Barman, B. N. et. al. *Crit. Rev. In Anal. Chem.* **2000**, 30, 75

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

<sup>2</sup>Granda, M.; Bermejo, J. e Menedez, R. *Fuel* **1990**, 69, 702.