

Desenvolvimento e otimização de metodologia cromatográfica para controle de qualidade de óleo diesel comercial brasileiro.

Bruno César Diniz Brito dos Santos (PG)*, Danilo L. Flumignan (PG), Fabrício de Oliveira Ferreira (PG), José Eduardo de Oliveira (PQ)

CEMPEQC – Centro de Monitoramento e Pesquisa da Qualidade de Combustíveis, Petróleo e Derivados; Instituto de Química – UNESP; Rua Francisco Degni, s/n, Araraquara – SP, 14800 – 900; * curumim@iq.unesp.br

Palavras Chave: Óleo diesel, planejamento fatorial, GC-FID.

Introdução

O óleo diesel é composto de hidrocarbonetos com variadas estruturas químicas e grupos funcionais, contendo baixas concentrações de oxigênio, nitrogênio e enxofre¹. O controle da qualidade do óleo diesel é monitorado pela Agência Nacional do Petróleo (ANP) através da Resolução nº15², que utilizam como referência normas da American Society for Testing and Materials (ASTM) para análise de diversos parâmetros físico-químicos do óleo diesel.

O objetivo deste trabalho foi desenvolver e otimizar um método cromatográfico por CG-DIC para promover a caracterização dos constituintes presentes nas amostras brasileiras de óleo diesel tipo B.

Resultados e Discussão

Foram coletadas 110 amostras de óleo diesel tipo B de diversos postos da região centro-oeste do estado de São Paulo. Todas foram analisadas através das normas² vigentes coletando-se dados de 7 variáveis: massa específica, destilação 10%, 50%, 85%, ponto de fulgor, teor de enxofre e índice de cetano. Por HCA foram selecionadas 15 amostras representativas de todos os agrupamentos. A partir das análises cromatográficas em sistema CG-DIC – coluna DBPetro 50m – 0,20mm di e 0,50µm FE, com $t_{análise}$ de 140 min³, selecionou-se a amostra mais complexa (maior número de picos).

O cromatograma obtido apresentou tempo e resolução global (2,64) altos, sendo necessária a otimização da metodologia, de acordo com as etapas: 01. Ajuste do Fluxo; 02. Resoluções Parciais; 03. Otimização das Resoluções Parciais 04. Ajuste das Rampas Otimizadas e 05. Otimização do volume de injeção e razão de split, num total de 23 experimentos (Figura 1). Foram obtidas as resoluções globais e parciais dos cromatogramas e a seguir, foram analisados no software Statistica 5.0 (StatSoft Co.), onde foram geradas as superfícies de resposta para posterior otimização da metodologia.

Ao final, foram obtidos uma resolução global de 1,78 e tempo de análise de 108,33 min (Tabela 1). Comparando-se com a metodologia descrita na literatura³, observa-se uma redução no tempo de análise de aproximadamente 23%.

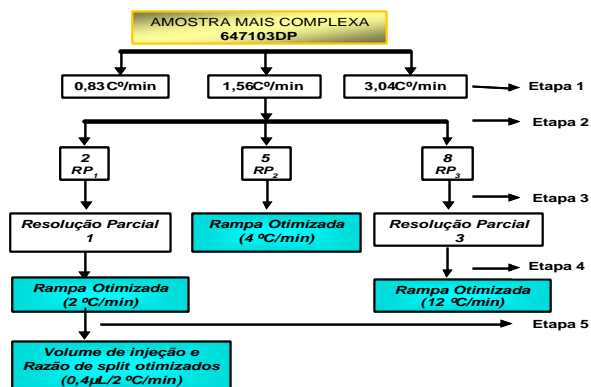


Figura 1: Planejamento experimental

Tabela 1: Condições Cromatográficas Otimizadas

Injetor			
Temperatura (°C)	300		
Lavagem da Amostra	3		
Volume de Injeção (µL)	0,4		
Forno da coluna			
Gás de arraste	He		
Pressão (kPa)	300		
Razão do split (mL/min)	1:100		
Temperatura da coluna			
Temperatura (°C)	Taxa (°C/min)	Permanência (min)	Total (min)
50	2,0	-	55
160	4,0	-	70
220	12,0	-	78,3
320	-	30	108,3
Detector			
Temperatura (°C)	300		

Conclusões

A metodologia desenvolvida poderá ser utilizada na análise de óleo diesel com diferentes composições uma vez que se mostrou robusta e reprodutível. O tempo de análise foi reduzido cerca de 23% e não foi necessária a utilização de coluna de 100m para as análises, como descrito na literatura.

Agradecimentos



¹PETROBRAS Distribuidora S.A. Atua na comercialização e distribuição de derivados do petróleo para todo o Brasil. Disponível em

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

http://www.br.com.br/portalbr/calandra.nsf#http://www.br.com.br/portalbr/calandra.nsf/CVview_postospetro/05?OpenDocument.

Acesso em: 27 de junho de 2007.

² Agência Nacional de Petróleo, **Resolução nº 15, D.O.U. 2006**

³ S.V. Cherepitsa, S.M. Bychkov, A.N. Kovalenko *et al.*

Determination of inspection parameters of diesel fuels,
Chemistry and Technology of Fuels and Oils, Vol. 39, nº6, **2003.**