

Comparação entre procedimentos de extração para determinação de acridinas em querosene de aviação.

Thiago F. M. Gonsalves¹ (IC), Elaine Rocha da Luz^{1,2*} (PG) e Ricardo Q. Aucélio¹ (PQ)

¹ Departamento de Química, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro

² CEFET Química de Nilópolis - RJ

*elaine1@cefeteq.br

Palavras Chave: Acridinas, extração líquido-líquido, extração em fase sólida, querosene.

Introdução

As acridinas são compostos policíclicos aromáticos nitrogenados de caráter básico contendo um anel de piridina¹. Neste trabalho estudou-se a eficiência de dois diferentes métodos de extração: a extração líquido-líquido em meio ácido, e a extração em fase sólida (EFS) utilizando uma coluna trocadora de cátions para os seguintes compostos, Acridina (A), 7,9-Dimetilacridina (79DMBA), 7,8-Benzoquinolina (78BQ), Dibenzo[a,j]acridina (DBA), 9-Metilacridina (9MA), 9-Amino-1,2,3,4-tetrahydroacridina (9ATHA) em querosene de aviação (QAV). Estudos já foram realizados para eliminar ou diminuir o sinal interferente fluorescente, haja vista o grande número de isômeros de carbazóis e acridinas, e de HPA neutros estarem em muito maior quantidade neste tipo de amostra. Por isso a separação das frações ácida e básica em matrizes complexas, como é o caso de combustíveis fósseis, é de grande importância.

Resultados e Discussão

Para testar a eficiência da extração líquido-líquido foram utilizados 10 mL de soluções-padrão de 79DMBA, A e DBA, nas concentrações de 10^{-6} mol L⁻¹ em isoctano (Merck). Foram feitas três extrações com 2 mL de HCl 5%, e a solução resultante foi chamada de extrato final (EF). Os valores de recuperação (Tabela 1) foram calculados comparando-se a intensidade fluorescente dos EF com a de soluções-padrão da cada acridina (10^{-6} mol L⁻¹ em água). Os espectros de fluorescência foram medidos em um espectrômetro LS45 da Perkin Elmer.

Tabela 1: Valores de recuperação e repetitividade do procedimento de extração líquido-líquido (n = 3).

	Recuperação (%)	Repetitividade (CV%)
DBA	53	47
79DMBA	24	27
A	48	100

Já para testar a EFS foi utilizada uma solução 0,25 mg L⁻¹ em DCM dos compostos em estudo. 10 mL dessa solução foram aplicados ao cartucho de troca

iónica pré-condicionado com 4 mL de DCM. Os compostos neutros foram eluídos com 4 mL de DCM e as acridinas foram eluídas com 2 mL de Metanol:NH₃ (9:1) para um balão de 5 mL após a secagem do cartucho com um fluxo de N₂. A solução resultante chamada de extrato controle foi utilizada em análise cromatográfica com detecção por fluorescência (CLAE-DF). Uma solução padrão contendo as seis acridinas, carbazol e três HPA foram utilizadas para a verificação da eficiência da extração através da comparação com o extrato controle, e os valores de recuperação foram de 84 a 104%, mostrando-se bastante superiores aos da extração líquido-líquido.

O mesmo procedimento foi testado com QAV fortificado com 6,0 µg L⁻¹ de cada acridina e os valores de recuperação obtidos estão apresentados na tabela 2.

Tabela 2: Valores de recuperação e precisão do procedimento EFS em QAV.

	Recuperação ^a	Repetitividade ^a	Precisão Intermediária ^a	Precisão analista ^a
	%	%CV	%CV	%CV
9ATHA	68	13	40	39
78BQ	97	4,8	5,6	3,5
A	107	4,4	11	11
9MA	92	6,5	14	12
DBA	96	2,7	5,5	7,9
79DMBA	105	4,7	6	14

^a Cada valor é a média de 7 ensaios independentes.

Conclusões

Os resultados até o momento mostraram que o procedimento de EFS, quando comparado à extração líquido-líquido, é o mais indicado para a separação de acridinas e sua posterior determinação em matrizes como o QAV. Além de apresentar melhores resultados de recuperação e precisão, é mais simples e gera uma menor quantidade de resíduo orgânico.

Agradecimentos

Petrobrás, FINEP, CNPq.

¹ Wilhelm, M. et al, Journal of Chromatography A, 878 (2000) 171.