

Análise de Ácidos Naftênicos em Petróleo Brasileiro utilizando SPE e Cromatografia Gasosa (mono e bidimensional)

Maria S. A. Moraes¹(PG), Liliane D. A. Gruber^{1*}(PG), Maria E. Machado¹(PG), Ana M. Geller¹(PQ), Janaína H. Bortoluzzi¹(PQ), Alexandre O. Gomes²(PQ), Regina C. L. Guimarães²(PQ), Claudia A. Zini¹(PQ) e Elina B. Caramão¹(PQ) * silvana_aranda@yahoo.com.br

¹ Instituto de Química, UFRGS, Av. Bento Gonçalves, 9500, 91501-970 Porto Alegre, RS, Brasil

² CENPES, Rua Horácio Macedo, 950, 21941-915 Rio de Janeiro, RJ, Brasil

Palavras Chave: ácidos naftênicos, SPE, GC/MS, GCxGC

Introdução

Alguns petróleos nacionais são conhecidos por apresentarem altos índices de acidez decorrentes da presença de constituintes ácidos, destacando-se os ácidos naftênicos (AN).

A extração em fase sólida (SPE) com trocador de ânions forte (trimetil-propil-amônio-sílica – SAX) vem sendo mencionada na literatura como uma ótima fase para a obtenção de extratos ricos em compostos ácidos.

A eficiência da análise cromatográfica nas amostras petroquímicas está diretamente relacionada às etapas de fracionamento. A cromatografia monodimensional com detector de massas (GC/MS) é a técnica de análise mais utilizada. Entretanto, em função de maior resolução, capacidade de picos e sensibilidade, recentemente, a cromatografia gasosa bidimensional abrangente (GCxGC) se tornou uma técnica alternativa.

Assim, este trabalho tem como objetivo testar a eficiência da SPE na identificação de ácidos naftênicos em frações de petróleo brasileiro, usando cromatografia gasosa mono e bidimensional.

As frações ácidas de duas amostras de derivados de petróleo brasileiro (A1 e A2) foram obtidas através de percolação sobre o cartucho SAX com a mistura MTBE:ácido fórmico (98:2 v/v). Os extratos foram derivatizados com N-terc-butildimetilsilil-N-metil-trifluoroacetamida (MTBDSTFA) e analisados por GC/MS e GCxGC-FID.

Resultados e Discussão

A presença dos padrões de ácidos (ciclopentacarboxílico, ciclo-hexanocarboxílico, ciclo-heptanocarboxílico, trans-4-pentil-ciclo-hexano-carboxílico e siringico) foi verificada por GC/MS (Fig. 1) e confirmada através de análise via GCxGC-FID (Fig. 2).

Vários outros compostos ácidos foram identificados nos cromatogramas, cujas estruturas ainda não foram propostas na literatura.

É preciso salientar a ausência do padrão ácido 1-metil-ciclo-hexano e, o sinal de baixa intensidade do padrão ácido trans-4-pentil ciclo-hexanocarboxílico em ambas as técnicas cromatográficas. Aparentemente tem-se um mecanismo diferenciado de interação com a fase estacionária.

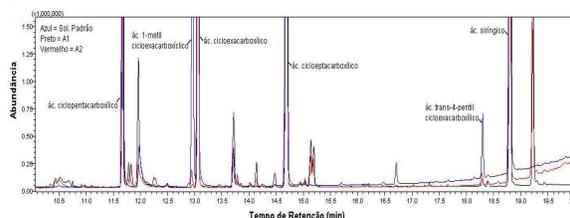


Figura 1. Cromatogramas obtidos por GC/MS das amostras A1 e A2 em comparação com a solução padrão de ácidos (240 mg/L em DCM).

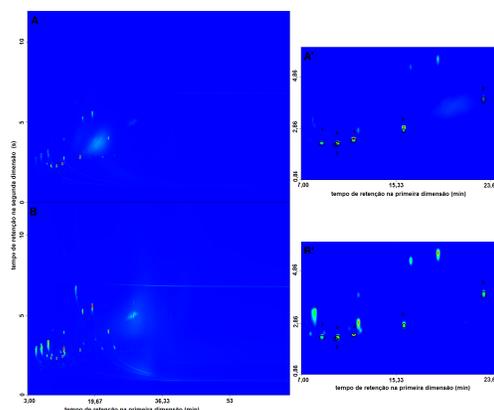


Figura 2. Diagrama de cores das amostras A1 e A2. Em A' e B' estão representadas as ampliações da região característica dos padrões de ácidos naftênicos.

Conclusões

A fase SAX se mostrou eficiente para a análise de compostos ácidos de frações pesadas de petróleo, visto que houve a eliminação dos tradicionais interferentes (hidrocarbonetos saturados e aromáticos) e possibilitou a pré-concentração destes analitos para a análise cromatográfica.

Agradecimentos

PETROBRAS, CNPq e FINEP.

¹ Jones, D.M.; Watson, J. S.; Meredith, W.; Chen, M.; Bennett, B., *Anal. Chem.* **2001**, *73*, 703.

² St. John, W. P.; Rughani, J.; Green, S. A.; McGinnis, G. D., *J. Chromatogr. A* **1998**, *807*, 241.