

Estudo visando à separação de azaarenos por eletroforese capilar.

Renata K. S. Martins (IC)*¹, Cabrini F. de Souza (PG)¹, Elaine R. da Luz (PQ)^{1,2}, Ricardo Q. Aucélio (PQ)¹.

¹Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro – PUC – Rio, ²Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro – IFRJ.

Palavras Chave: Azaarenos, combustíveis fósseis, Eletroforese Capilar por Zona (CZE).

Introdução

Os azaarenos pertencem à classe dos compostos policíclicos aromáticos e que possuem nitrogênio heterocíclico. Estes podem estar presentes no petróleo afetando o processo de refino, a qualidade de seus derivados, além de contribuírem para emissões gases NOx. As fuligens contendo CPAN são carcinogênicas¹. O desenvolvimento de métodos analíticos capazes de determinar essas substâncias em combustíveis fósseis é de extrema importância. Neste trabalho foi realizado um estudo em eletroforese capilar para encontrar as condições necessárias a separação de seis azaarenos básicos (acridinas), são eles: 7,8-Benzoquinolina (78BQ), 7,9-Dimetilbenzo[c]acridine (79DMBA), 9-Amino-1,2,3,4-tetrahydroacridina (9ATHA), 9-Metilacridina (9MA), Acridina (A), e Dibenzo[a,j]acridina (DBA).

Resultados e Discussão

Os estudos foram realizados em um equipamento de eletroforese capilar Hewlett-Packard (HP) CE – Agilent, com um capilar de sílica fundida de 56 cm e 50 μm d.i., o potencial aplicado foi de +25 kV e temperatura de 25 °C. O tempo de injeção das soluções em modo hidrodinâmico foi de 10 s com pressão de 50 mbar. Os eletroferogramas foram obtidos com detecção fotométrica em comprimentos de onda variados (de 230 a 300 nm). O eletrólito de trabalho contendo tampão fosfato foi preparado com ajuste de pH com NaOH 1 mol L⁻¹. As soluções de trabalho dos azaarenos foram obtidas através da diluição de soluções estoque de 200 mg L⁻¹ previamente preparadas em etanol. CZE foi o modo de separação utilizado no estudo, pois os azaarenos apresentam carga positiva em solução ácida.

Para otimizar a separação eletroforética foi feito um estudo das propriedades do eletrólito de trabalho e também das condições de preparo da solução dos analitos. Testes foram realizados com as soluções padrões preparadas em diferentes solventes com eletrólito contendo 10 mmol L⁻¹ de H₃PO₄ em pH 2,0, o resultado mostrou que as soluções padrões devem estar em meio contendo H₃PO₄. Um estudo da concentração de H₃PO₄ no eletrólito mostrou que a melhor resolução dos picos é obtida com 50 mmol L⁻¹, após a adição de modificador orgânico. Para evitar o alargamento dos picos, testes foram

realizados com adições de diferentes porcentagens v/v de metanol (MeOH) e acetonitrila (ACN) no eletrólito. O mesmo teor de solvente orgânico adicionado ao eletrólito foi adicionado à solução padrão (15 e 20% de MeOH; 15 e 20% de ACN). Com a utilização de 20% de ACN no eletrólito e na solução dos analitos foi observado, além de uma melhor resolução para os seis analitos uma maior intensidade dos dois últimos picos (79DMBA e DBA), indicando que a ACN foi mais eficiente em solubilizar estes analitos, diminuindo a adsorção dos mesmos à parede do capilar. Um estudo do efeito da variação do pH (2,0 a 2,65) do eletrólito mostrou uma grande variação no tempo de análise e resolução dos picos (Figura 1). O eletrólito contendo 50 mmol L⁻¹ de H₃PO₄, 20% de ACN e pH 2,65 foi selecionado como ideal para a separação dos azaarenos por CZE.

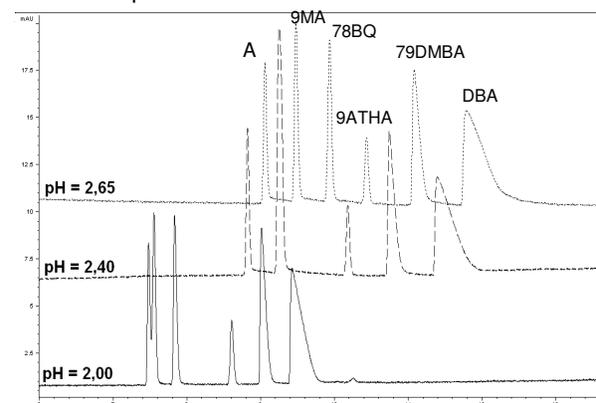


Figura 1. Eletroferogramas de uma solução padrão dos azaarenos em 20% ACN e 1 mmol L⁻¹ H₃PO₄ (250nm). Eletrólito: 50 mmol L⁻¹ de H₃PO₄ e 20% de ACN.

Conclusões

Condições experimentais foram estabelecidas para a separação dos seis azaarenos básicos em eletroforese capilar por zona com um tempo total de análise de 13 min. Após a otimizado do método este será aplicado à determinação de azaarenos em combustíveis fósseis.

Agradecimentos

CNPq, FAPERJ, CAPES, FINEP-MCT

¹Speight, J. G. and Handbook of Petroleum Analysis. New York: John Wiley and Sons, 2001.