

## Avaliação do perfil de compostos polares em petróleo por Espectrometria de Massas com Mobilidade Iônica (TWIM-MS)

Maíra Fasciotti (PG)<sup>1\*</sup>, Priscila M. Lalli (PG)<sup>1</sup>, Yuri E. Corilo (PG)<sup>1</sup>, Clécio F. Klitzke (PG)<sup>1</sup>, Marcos N. Eberlin (PQ)<sup>1</sup>

\*mairafpl@yahoo.com.br

1. Laboratório ThoMSon de Espectrometria de Massas – Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP, Campinas, Brasil.

Palavras Chave: Petróleo, Espectrometria de Massas com Mobilidade Iônica, TWIM-MS

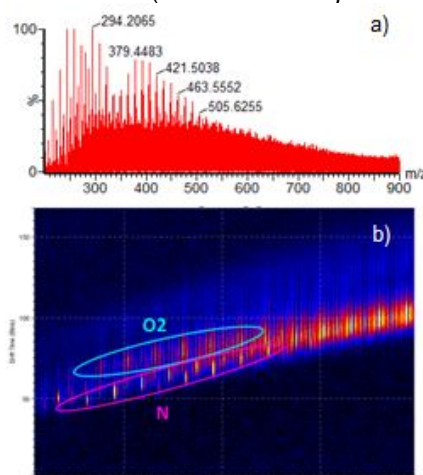
### Introdução

O petróleo é uma mistura complexa, constituída de milhares de compostos e sua caracterização é fundamental em diversos processos. Uma classe importante de componentes do petróleo são compostos polares, como fenóis, ácidos naftênicos e carbazóis que, apesar de constituírem em média 5% da composição total, podem indicar várias características do óleo bruto, tais como evolução térmica, origem, biodegradação e os processos de refino nos quais devem ser submetidos visando, por exemplo, obter derivados menos poluentes (menores emissões de NO<sub>x</sub> e SO<sub>x</sub>, por exemplo). Neste contexto, a técnica de *Travelling Wave Ion Mobility Mass Spectrometry* (TWIM-MS) com fonte de ionização por ESI (*Electrospray*) torna-se uma ferramenta analítica poderosa para a caracterização e separação de amostras complexas<sup>1</sup>. Enquanto a MS mede primariamente a razão massa carga ( $m/z$ ) dos íons, a TWIM adiciona uma nova dimensão aos dados conferindo para cada valor de  $m/z$  um espectro de *drift time*, separando os íons pelas suas seções de choque. O objetivo deste trabalho é caracterizar diferentes classes de compostos polares em petróleos por TWIM-MS.

### Resultados e Discussão

As amostras de petróleo foram diluídas em MeOH:tolueno 2:1 com hidróxido de amônio em concentrações que variaram de 0,1 a 5%, dependendo da amostra e de acordo com a eficiência de ionização. As análises foram realizadas em um espectrômetro de massas com mobilidade iônica Synapt HDMS (Waters Corp.) com uma fonte de ionização do tipo ESI(-) e um analisador de massas do tipo TOF (*time of flight*). Devido a sua maior polarizabilidade e peso molecular, CO<sub>2</sub> foi utilizado como gás de mobilidade (*drift gas*) à pressão de 1,05 mbar, o que resultou em um maior poder de resolução. Os espectros foram adquiridos de  $m/z$  200-900. Devido à ampla faixa de massa, o método foi otimizado utilizado um gradiente de velocidade de onda que variou de 280-200 m·s<sup>-1</sup> a cada ciclo, com altura de onda mantida em 25 V. Várias amostras de petróleo foram analisadas e diferentes perfis de espectros de

mobilidade foram obtidos. Classes distintas de compostos puderam ser identificadas através dos espectros de massas obtidos para as diferentes faixas de *drift time* que foram nitidamente identificadas no espectro de mobilidade. Como exemplo, tem-se a **Figura 1a** onde é apresentado o espectro de massas de uma amostra de petróleo, que apresenta uma grande complexidade. **A Figura 1b** mostra o espectro de *drift time* X  $m/z$  para esta amostra em que se observa a separação de duas faixas, que através de seus espectros de massas, foram identificadas como classe N e O2. Diferentes tendências também foram observadas para outras amostras. Dentro de cada classe também se observou uma tendência de *drift times* menores com o aumento da DBE (*Double Bond Equivalent*).



**Figura 1. a)** Espectro de massas de uma amostra de petróleo e **b)** espectro de *drift time* X  $m/z$  indicando a separação das classes N e O2.

### Conclusões

O método por TWIM-MS mostrou-se capaz de diferenciar diferentes classes de compostos polares em petróleo, podendo ser aplicado para este fim.

### Agradecimentos

CNPq, CAPES, PETROBRAS e ANP

<sup>1</sup> Fernandes-Lima, F. A. *et al. Anal. Chem.* **2009**, *81*, 9941