

## Otimização do método de extração de alcanos em amostras de sedimento do Rio Paraibuna, Juiz de Fora - MG

Fausto M. Araujo<sup>1</sup> (PG)\*, Mellina D. H. Santos<sup>1</sup> (PG), Renato C. Matos<sup>1</sup> (PQ), Marcone A. L. Oliveira<sup>2</sup> (PQ), Maria A. C. Matos<sup>1</sup> (PQ)

\*E-mail: [fausto.moreira.araujo@gmail.com](mailto:fausto.moreira.araujo@gmail.com)

<sup>1</sup> NUPIS – Núcleo de Pesquisa em Instrumentação e Separações Analíticas, Departamento de Química, Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, MG, Brasil

<sup>2</sup> GQAQ – Grupo de Química Analítica e Quimiometria, Departamento de Química, Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, MG, Brasil

Palavras Chave: sedimento, biomarcadores, petróleo

### Introdução

Os n-alcenos são uma classe de hidrocarbonetos saturados e alicíclicos, que possuem caráter hidrofóbico e apresentam resistência a degradação química e física. Estes compostos são usados para estudos da impressão digital de fontes de petróleo, para o monitoramento do intemperismo e como biomarcadores do petróleo<sup>1,2</sup>. Este trabalho tem como objetivo a otimização do método de extração por ultrassom dos n-alcenos e isoprenóides em amostras de sedimento do rio Paraibuna com planejamento Box-Behnken 3<sup>3</sup>.

### Resultados e Discussão

Foi otimizado método de análise para os compostos em um cromatografo à gás acoplado a espectrômetro de massas (CG/MS), marca SHIMADZU (GCMS-QP2010 plus), empregando coluna capilar Rtx-5MS (30 m x 0,25 mm d.i. x 0,25 µm). A programação de aquecimento do forno otimizada está apresentada na figura 1, utilizando como gás de arraste hélio, fluxo de 1 mL min<sup>-1</sup>, temperatura do injetor a 280°C e do detector a 295°C com fonte de íons a 70eV, operando no modo SCAN.

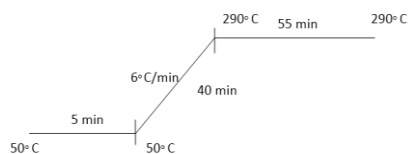


Figura 1. Esquema de programação do forno.

A otimização da extração dos compostos por ultrassom foi realizado por planejamento Box-Behnken 3<sup>3</sup>, no qual foram otimizados o tempo de extração, a percentagem da mistura do solvente (n-hexano/acetona) e o volume da mistura de solventes. Para tanto, 10 g de sedimento seco foram extraídas 3 vezes em banho ultrassônico, em seguida o extrato foi concentrado em rotavapor e purificado em coluna recheada com sílica e alumina. A fração recolhida foi concentrada em rotavapor para 1 mL e 1 µL desta foi injetado no CG/MS. As superfícies de resposta obtidas com o planejamento

37ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

através das médias de recuperação dos compostos nos experimentos, estão representadas na figura 2. A superfície A mostra a recuperação em função das variáveis tempo de extração e percentagem de n-hexano no solvente, a superfície B mostra as recuperações em função das variáveis tempo de extração e volume de solvente utilizado na extração.

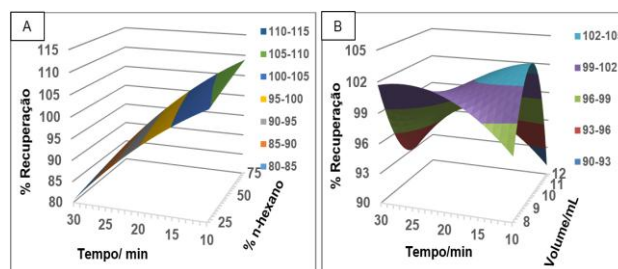


Figura 2. Superfícies de respostas obtidas com o aplicação do planejamento.

Todas as condições de extração propostas pelo modelo possuem bons valores de média de recuperação para os compostos de 80 a 115%. Na superfície A, quanto menor o tempo de extração maiores valores de recuperação foram obtidos. Para cada tempo de extração a percentagem de n-hexano não apresentou variação significativa nas recuperações. No entanto, ao analisar a superfície B, nota-se que no tempo de 10 minutos de extração a recuperação é máxima para um volume de solvente de 10 mL.

### Conclusões

O método de análise otimizado no CG/MS mostrou-se eficiente na identificação e quantificação dos compostos. A melhor condição de extração proposta pelo modelo indica uma proporção (75:25) de n-hexano/acetona, tempo de 10 minutos para extração e volume de solvente de 10 mL.

### Agradecimentos

CAPES, FAPEMIG, CNPQ, UFJF

<sup>1</sup> Carreira, R. S; Ribeiro, P. V; Silva, C. E.M e Farias, C. O. *Química Nova*. **2009**, *38*, 1805-1811.

<sup>2</sup> Sojinu, S. O; Sonibare, O. O; Ekundayo, O; Zeng, E. Y. *Science of the Total Environment*. **2012**, *441*, 89-96.