



Evento	Salão UFRGS 2014: SIC - XXVI SALÃO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA UFRGS
Ano	2014
Local	Porto Alegre
Título	Análise de compostos nitrogenados em diesel por GC/BID
Autor	ALINE NUNES SILVA
Orientador	ELINA BASTOS CARAMAO

Resumo

Compostos nitrogenados ocorrem naturalmente em amostras de petróleo e produtos de refino. No diesel, os compostos nitrogenados podem ser separados em compostos básicos e neutros. Piridinas, quinolinas, certos pirróis substituídos e benzoquinolinas particularmente alquiladas têm sido reconhecidos como as principais classes de contaminantes básicos, enquanto indóis e carbazóis são considerados contaminantes neutros. Essas substâncias contribuem para a contaminação do meio ambiente e seu controle é necessário porque a maioria deles são potencialmente cancerígenos e mutagênicos. Além disso, eles são os precursores de óxidos de nitrogênio (NO_x) que são liberados após a combustão do diesel e responsáveis pela chuva ácida. Embora vários métodos de análise de compostos de nitrogênio em diesel sejam conhecidos, as demandas por maior sensibilidade e análise em nível de traço tem aumentado nos últimos anos. No entanto, o isolamento dos compostos nitrogenados do petróleo e produtos derivados é uma etapa crítica e essencial para a correta caracterização destes compostos, devido, especialmente, à complexidade destas matrizes. Na literatura, vários métodos de fracionamento com base nas diferentes classes químicas de nitrogenados têm sido propostos. Devido à complexidade do diesel, um fracionamento preliminar de acordo com a classe química geralmente precede a identificação dos componentes individuais.

Por essas razões, neste trabalho foi sintetizada uma fase contendo sílica funcionalizada com cloreto de cobre visando a separação dos compostos com núcleos indólicos e quinolínicos, pertencentes à classe dos Hidrocarbonetos Policíclicos Aromáticos Nitrogenados (HPAN) dos Hidrocarbonetos Policíclicos Aromáticos (HPA) presentes em diesel. Para isso, os padrões: indol (I); metil indol (MI), metil quinolina (MQ); isoquinolina (IQ); acridina (AC); carbazol (CA); Acenafteno D10 (AN); Antraceno D10 (AD10); fluoreno (F), fenantreno (FN) e pireno (P) foram analisados por fracionamento com coluna aberta, utilizando a fase sintetizada como fase estacionária. As colunas foram eluídas com 8 mL de hexano/tolueno (1:1) denominada fração 1 (F1) e 35 mL de hexano/diclorometano (6:4) denominada fração 2 (F2) e 50 mL de diclorometano com 10% de dietilamina denominada fração 3 (F3). As frações F1, F2 e F3 foram analisadas por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (GC/MS) e coluna capilar DB-5, com programação de temperatura de: 70°C (2min), 3°C/min até 200 °C, 5°C/min, 280°C, 3min. A fração eluída com hexano/diclorometano (F1) apresenta os

HPAs e a fração 2 (F2) contém os compostos nitrogenados neutros com núcleo indólico (I, MI, CA). Permanecendo os compostos com núcleo quinolínicos na coluna que são eluídos na F3. Os resultados dos testes de recuperação mostraram uma boa recuperação para os hidrocarbonetos, e uma recuperação razoável para o carbazol. No entanto, para os compostos nitrogenados de núcleo quinolínico esta recuperação não foi expressiva e os compostos indol e metil indol ficaram retidos na sílica, provavelmente pela forte atração desses compostos com o cobre.

Pelos resultados aqui apresentados podemos sugerir que a fase estacionária sintetizada poderá ser eficiente para o pré-fracionamento e a análise dos nitrogenados em diesel. Havendo no entanto, a necessidade de estudos posteriores para a descoberta de solventes que sejam capazes de aumentar a recuperação dos nitrogenados, uma vez que com o fracionamento proposto os compostos com núcleos quinolínicos não eluem na mesma fração dos compostos com núcleos indólicos, havendo uma separação prévia destes compostos. Houve também uma boa separação dos Hidrocarbonetos Policíclicos Aromáticos (HPAs) dos compostos nitrogenados com núcleos indólicos, etapa considerada difícil quando reportada na literatura.

Outra opção...BID

Compostos nitrogenados ocorrem naturalmente em amostras de petróleo e produtos de refino. No diesel, os compostos nitrogenados podem ser separados em compostos básicos e neutros. Piridinas, quinolinas, certos pirróis substituídos e benzoquinolinas particularmente alquiladas têm sido reconhecidos como as principais classes de contaminantes básicos, enquanto indóis e carbazóis são considerados contaminantes neutros. Essas substâncias contribuem para a contaminação do meio ambiente e seu controle é necessário porque a maioria deles são potencialmentecancerígenos e mutagênicos. Além disso, eles são os precursores de óxidos de nitrogênio(NOx) que são liberados após a combustão e responsáveis pela chuva ácida. Embora vários métodos de análise de compostos de nitrogênio em diesel são conhecidos, as demandas por maior sensibilidade e análise em nível de traço têm aumentado nos últimos anos. Por estas razões um método rápido e sensível foi desenvolvido e validado para a quantificação dos compostos nitrogenados, utilizando um novo sistema, o Tracera, um cromatógrafo

gasoso de alta sensibilidade equipado com detector de ionização de plasma (PID) um novo detector capaz de alta detecção e sensibilidade dos compostos orgânicos. Neste trabalho, foi proposto um método para a determinação e quantificação de compostos nitrogenados em uma amostra de óleo diesel sem tratamento prévio. A metodologia analítica mostrou uma alta especificidade e sensibilidade e uma precisão e exatidão adequadas com um limite de quantificação de 0,04 a 1,3 mg L⁻¹. A área dos picos cromatográficos mostrou uma relação linear com a concentração dentro do intervalo estudado.