

Tasso E. Pinto (IC)¹, Liliane D. A. Gruber (PG)¹, Ana M. Geller (PQ)¹, Flaviana C. Damasceno (PG)¹, Regina C. L. Guimarães (PQ)², Alexandre O. Gomes (PQ)², Claudia A. Zini (PQ)¹, Elina B. Caramão (PQ)¹ liliane.gruber@gmail.com

¹Universidade Federal do Rio Grande do Sul – Instituto de Química, Av. Bento Gonçalves 9500, Porto Alegre, RS, Brasil
²CENPES, Rua Horácio Macedo, 950, 21941-915 Rio de Janeiro, RJ, Brasil

Introdução

Os ácidos naftênicos (AN, $C_nH_{2n+2}O_2$) estão presentes na maioria dos óleos nacionais, podendo ser encontrados em águas residuais dos processos de craqueamento na torre de destilação. Contudo, os derivados dos AN podem ser altamente tóxicos para as espécies aquáticas¹. Devido à complexidade das misturas de AN, não existe um método de rotina para identificá-los ou isolá-los². O objetivo deste trabalho é utilizar a extração líquido-líquido para a remoção dos AN de águas residuais e usar como método de análise a cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC/qMS).

Resultados e discussão

Dentre as 3 amostras avaliadas, a A-04 apresentou maior número de picos para ambos os solventes extratores utilizados (Figura 1). Também foram identificados, via biblioteca de espectros, vários compostos fenólicos com tempos de retenção inferiores aos dos AN.

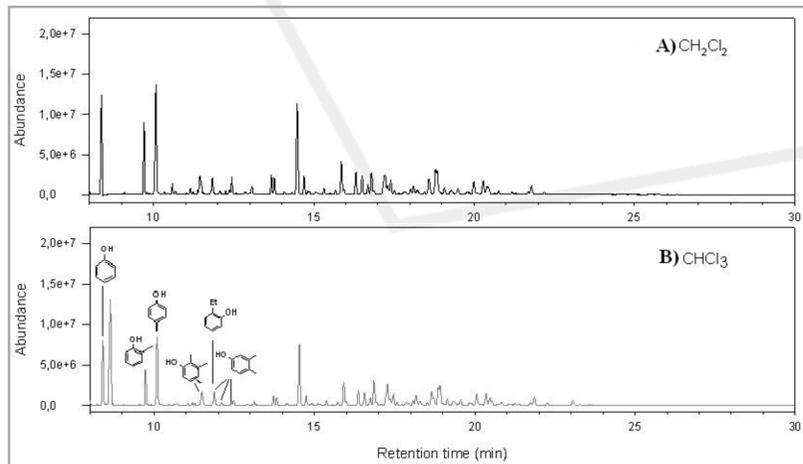


Figura 1: Cromatogramas obtidos por GC/qMS (SCAN) da amostra A-04 para ambos os solventes extratores: (A) CH_2Cl_2 e (B) $CHCl_3$.

O espectro de ¹HRMN da amostra A-04 apontou a presença de compostos fenólicos, devido aos sinais na região de aromáticos. A análise via IR indicou a presença de AN através das vibrações características de compostos alifáticos ramificados de ácidos carboxílicos, localizadas na região de 2900 cm^{-1} .

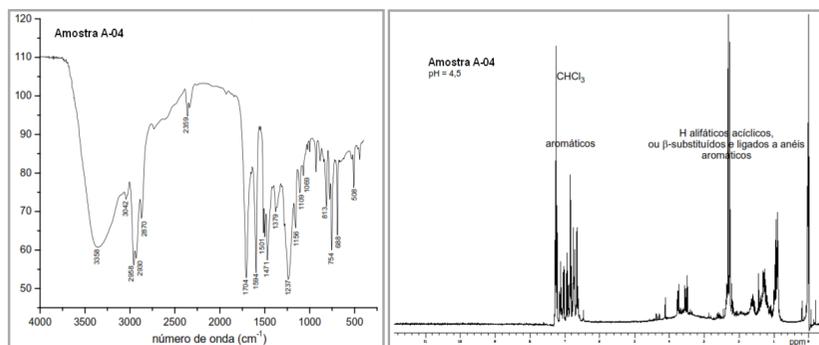
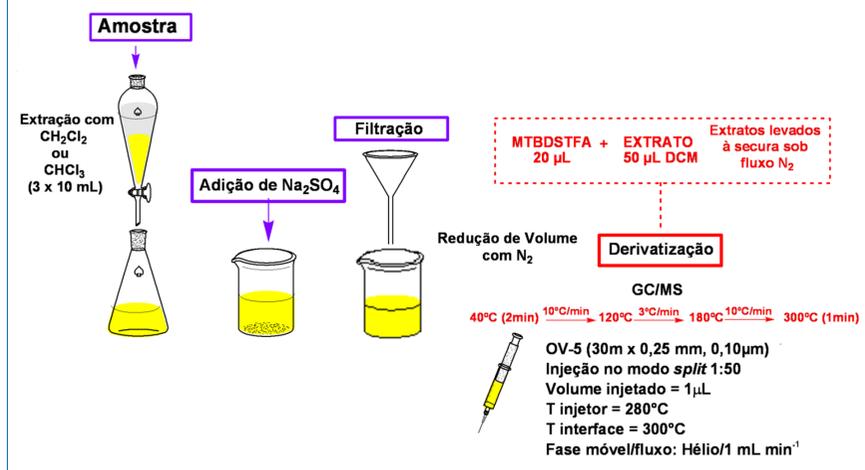


Figura 3: Espectros de ¹HRMN e IR da amostra A-04.

Experimental



As intensidades dos íons referentes aos AN derivatizados foram organizadas de forma percentual. A intensidade do íon molecular de cada composto ácido identificado foi relacionada à intensidade total dos AN presentes na amostra (Figura 2).

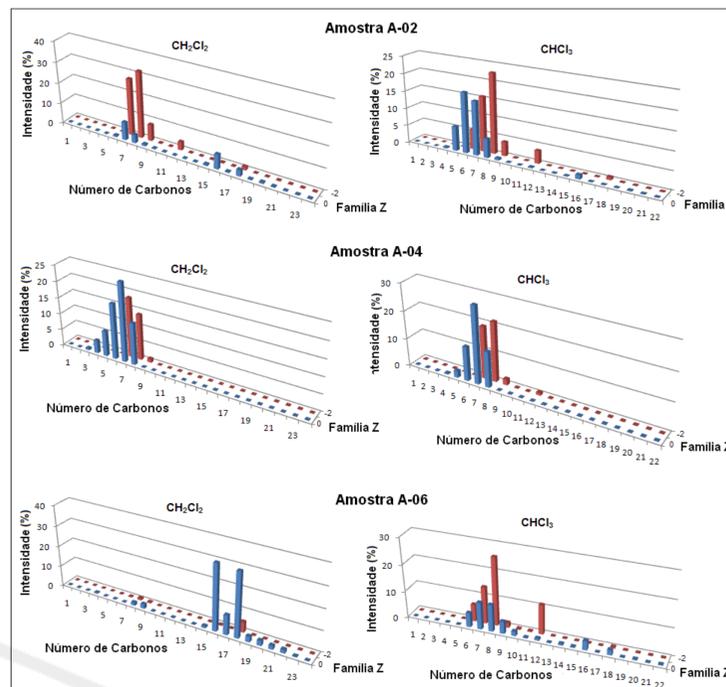


Figura 2: Distribuição percentual considerando as intensidades dos AN derivatizados presentes nas amostras, pelo número de carbonos e família Z para os solventes extratores CH_2Cl_2 e $CHCl_3$.

A quantificação foi realizada com adição de estearato de metila (padrão interno, PI) em soluções de concentração conhecida de uma mistura comercial de AN. Calculou-se as concentrações das amostras aplicando a razão das áreas obtidas nos cromatogramas para os AN e o PI na equação linear da reta (Tabela 1).

Tabela 1: Amostra aquosa, razão entre a área dos AN totais pela área do PI e concentração.

Amostra aquosa	Área AN / Área PI	Concentração (mg L ⁻¹)	Massa de ácido em 50 mL (mg)
A-02	3.90	4490	0,224
A-04	11.51	12144	0,606
A-06	0.92	1491	0,074

Conclusões

- A comparação entre os solventes extratores mostrou que $CHCl_3$ é mais eficiente para a extração de ácidos acíclicos (Z= 0) com mais de 7 átomos de carbono, enquanto que CH_2Cl_2 apresentou melhor poder extrator para compostos de maior peso molecular e monocíclicos (Z= -2), independente do tamanho da cadeia.
- As análises realizadas provaram uma distinção entre as amostras estudadas, com relação ao número de carbonos e de anéis dos ácidos, os quais possuem quantidades e estruturas diferentes nas três amostras. A amostra A-04 apresentou a maior quantidade de AN, com cadeias menores além da presença de compostos fenólicos em sua composição.

Referências

- Holowenko, F. M. et al. *Water Res.* 2002, 36, 2843
- Merlin, M. et al. *J. Chromatogr. A.* 2007, 1140, 225

Agradecimentos