

* **Hemilly M. G. Nascimento**¹, **Rosângela Assis Jacques**¹

¹ Instituto de Química, UFRGS, Porto Alegre, RS, Brasil

*Email: hemillymonteiro@hotmail.fr

Introdução

O alcatrão é uma mistura complexa de centenas de compostos obtida pelo processo de pirólise do carvão mineral. Apresenta em sua composição hidrocarbonetos alifáticos, cíclicos, aromáticos e moléculas contendo enxofre, nitrogênio e oxigênio, além de alguns metais. Do ponto de vista industrial, é uma importante fonte de matéria-prima de compostos sulfurados e nitrogenados que são amplamente utilizados nas indústrias de medicamentos, corantes, inseticidas e plásticos. Por outro lado, do ponto de vista analítico, a caracterização desses compostos é de difícil realização devido a sua elevada complexidade química.

Objetivo

Tendo em vista a complexidade do alcatrão, esta pesquisa teve como objetivo avaliar a separação e identificação de compostos sulfurados (CS) e compostos nitrogenados (CN) em alcatrão de carvão, empregando GC/qMS e GC×GC/TOFMS juntamente ao uso de Índices de Retenção (IR) a fim de reduzir o número de etapas de preparo de amostra.

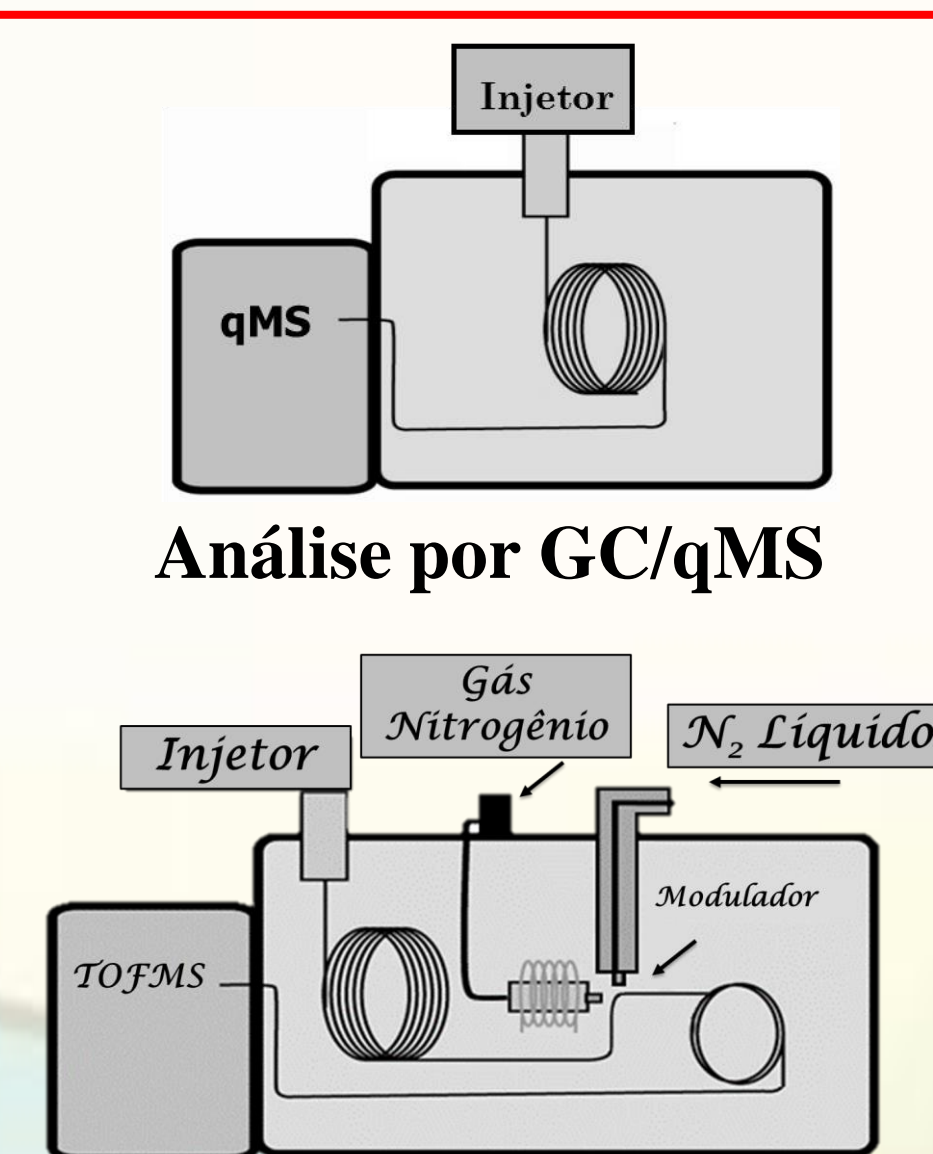
Experimental



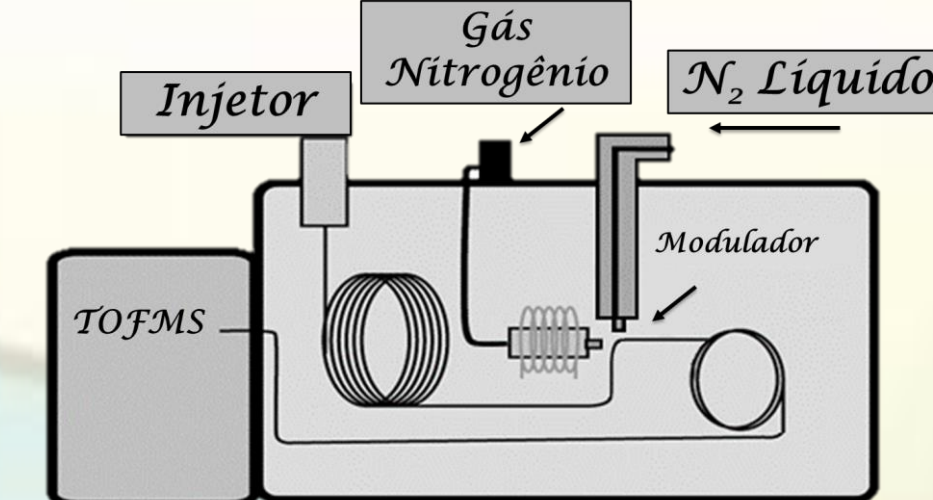
Preparação do alcatrão de carvão



Preparação das amostras de alcatrão (1000 mg L⁻¹) e 17 soluções de padrões de CS e CN



Análise por GC/qMS



Análise por GC×GC/TOFMS

Resultados e Discussão

- Através da análise realizada por GC/qMS, observou-se que melhores resultados foram obtidos empregando a coluna DB-5, onde na amostra de alcatrão, **79** compostos foram identificados.
- O emprego da GC×GC/TOFMS, permitiu a separação e identificação de **todos** os compostos presentes na solução padrão (**Figura 1**) e, para a amostra de alcatrão (**Figura 2**), foram identificados **864** compostos.

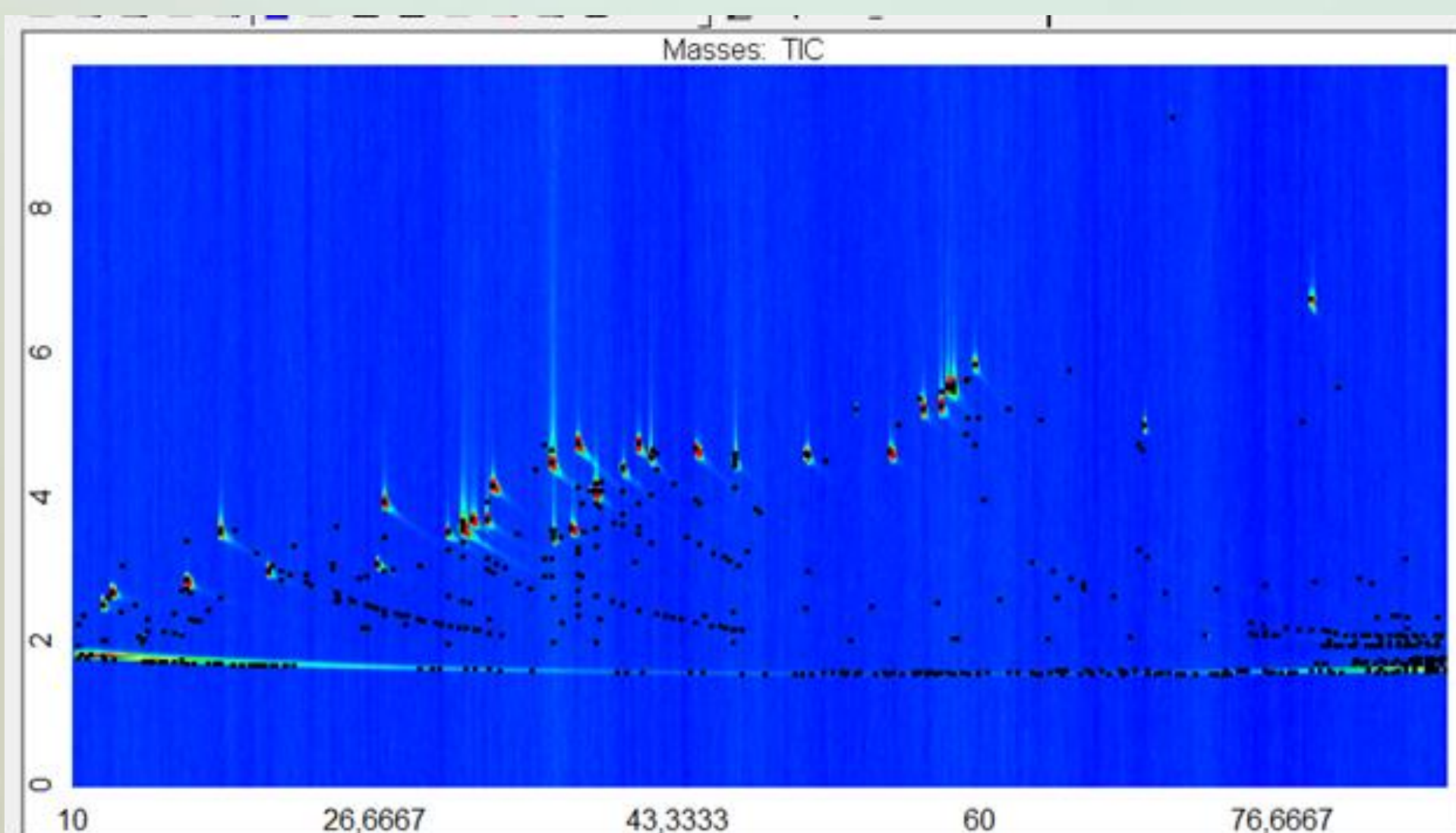


Figura 1: Solução de 17 padrões: 7 CS e 10 CN

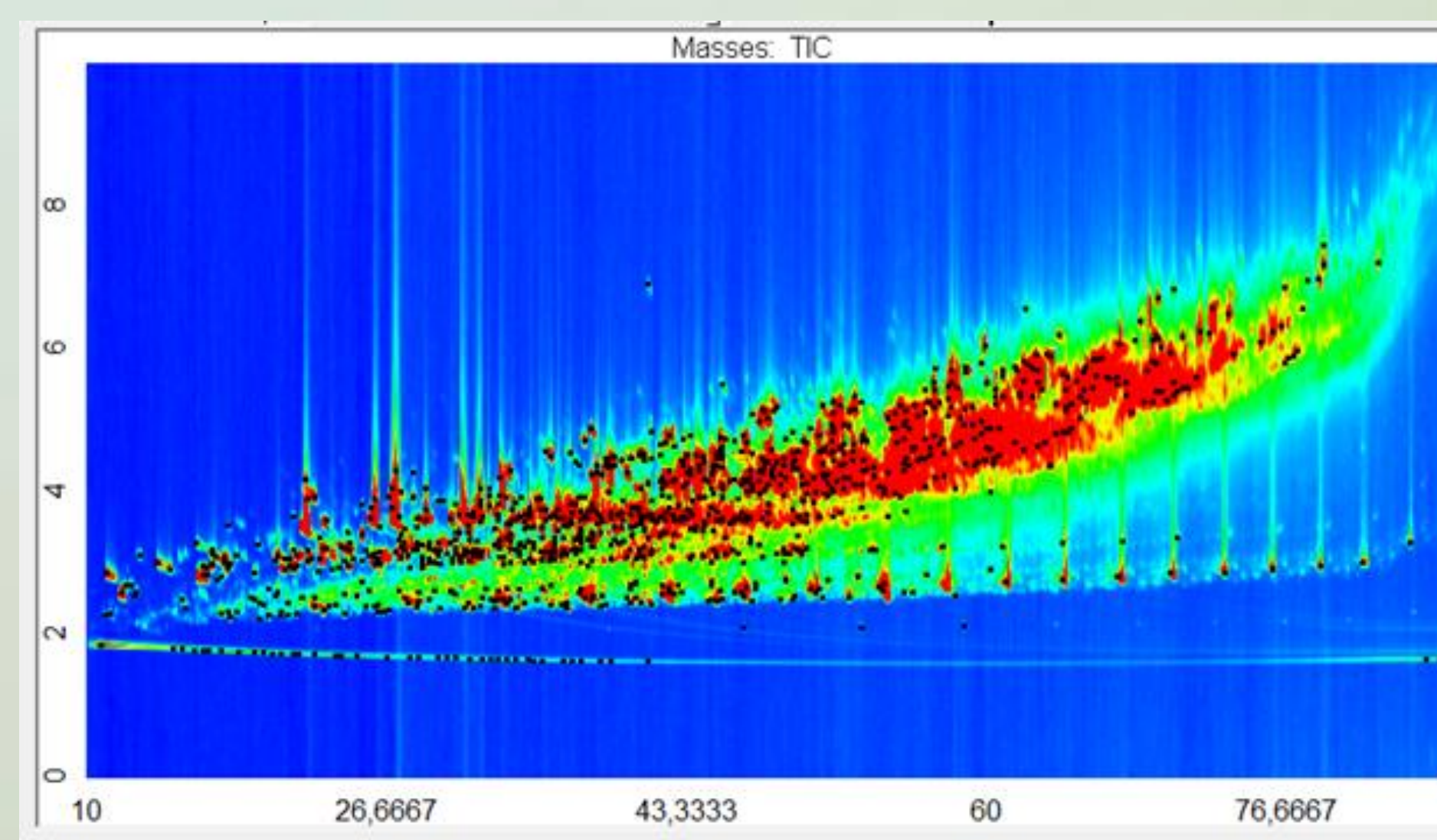


Figura 2: Solução do alcatrão: concentração de 1000 mg L⁻¹ em DCM.

864 compostos identificados

Identificação de compostos:	Solução de 17 padrões dos CS e CN			Solução de alcatrão					
				IR ou TR dos padrões			Espectro de Massa (MS)		
	GC/qMS		GCxGC/TOFMS	GC/qMS		GCxGC/TOFMS	GC/qMS		GCxGC/TOFMS
Equipamento:	DB-5		DB-17	DB-5	DB-WAX	DB-17	DB-5	DB-WAX	DB-17
Colunas:	DB-5	DB-WAX	DB-17	DB-5	DB-WAX	DB-17	DB-5	DB-WAX	DB-17
Sulfurados (CS)	5	3	7	1	1	10	7	1	50
Nitrogenados (CN)	9	9	10	2	1	35	9	1	68
total	14	12	17	3	2	45	16	2	118

Conclusão

A capacidade analítica da GC×GC/TOFMS foi mais eficiente no que diz respeito à resolução e sensibilidade alcançadas, com a separação de **todos** os CS e CN presentes na solução padrão. No que se refere a amostra de alcatrão, a capacidade de separação foi **10 vezes maior** quando comparada a GC/qMS. A alta capacidade de separação das 229 co-eluições que ocorreram na amostra possibilitou a identificação de um grande número de compostos, **sem necessidade de etapas de fracionamento**.

Referências

- Mössner, S. G.; Alda, M. J. L.; Sandera, L. C.; Leeb, M. L.; Wisea, S. A.; *Journal of Chromatography A*, 841 (1999) **208-210**
Mühlen, C. V.; Zini, C. A.; Caramão, E. B.; Marriott, P. J.; *Quim. Nova* (2006), Vol. 29, No. 4, **765-775**

Agradecimentos