2ª MOSTRA DE TALENTOS DA GRADUAÇÃO

PUC CAMPINAS – PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA

Centro de Ciências Exatas, Ambientais e de Tecnologias (CEATEC)

OTIMIZAÇÃO DE METODOLOGIA PARA ANÁLISE DE FORMALDEÍDO ATRAVÉS DA CROMATOGRAFIA GASOSA ACOPLADA À ESPECTROMETRIA DE MASSAS (CG/EM)

Autor: Tamires Mangetti e Silva (tamiresmangetti@gmail.com)

Orientador: Prof. Dr. Rafael Di Lazaro Gaspar / Co-orientador: Jonatas Lino Rodrigues

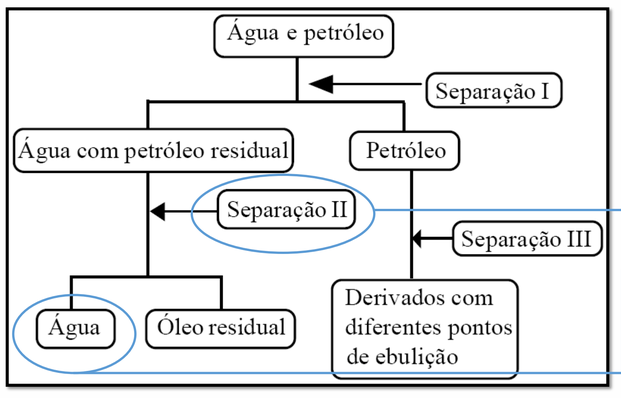
Instituição vinculada: Rhodia Solvay Group

Faculdade de Química – PUC Campinas

INTRODUÇÃO

O formaldeído dentre suas diversas aplicações é utilizado como intermediário químico na síntese de produtos conhecidos como clarificantes de água produzidas.

A água produzida é definida como a água que se encontra aprisionada nas formações subterrâneas juntamente com o petróleo e gás durante os processos de produção desses fluidos. Portanto, tanto a água deve ser removida dos hidrocarbonetos, como os hidrocarbonetos também devem ser removidos da água produzida (MOTTA *et al.*, 2013).



Etapa onde é necessária a utilização de clarificantes de água produzida.

A realização deste trabalho se justifica pelo fato de que é necessária a determinação da quantidade residual de formaldeído presente na formulação destes clarificantes, decorrente tanto da não-polimerização como da degradação do polímero, visto que segundo o regulamento interno da Rhodia Solvay Group, a quantidade residual desta substância deve ser menor que 0,10% para que se cumpram requisitos de saúde, segurança e meio ambiente, devido à elevada toxicidade deste produto.

OBJETIVOS

Desenvolver uma metodologia analítica alternativa utilizando a técnica de cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG/EM) para identificação e quantificação de formaldeído residual, na forma do acetal dietoximetano, em formulações de clarificantes de água produzida.

MATERIAL E MÉTODOS

- Equipamentos

Cromatógrafo gasoso Agilent HP 6890, Espectrômetro de massas Agilent MSD 5973N, Amostrador *Headspace* Agilent 7694E e Balança analítica Metler PM250.

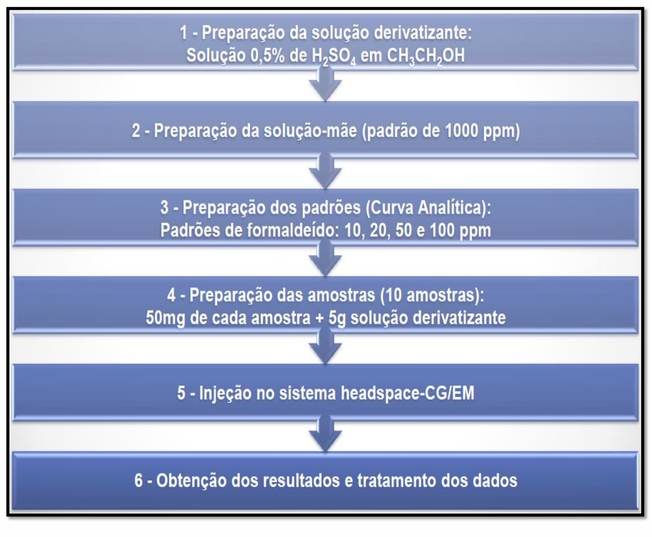
- Reagentes

Água deionizada, Ácido Sulfúrico P.A 95-97% (Merck), Álcool etílico P.A (Merck) e Solução de formaldeído mín. 37% (Merck)

- Metodologia

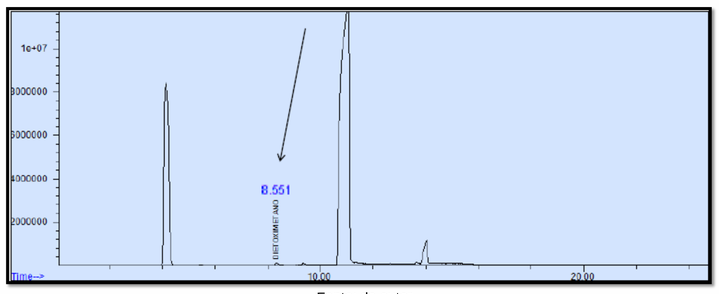
Adaptada do artigo de *Barrio et al., 2006*, que consiste na derivatização da solução de formaldeído, para obtenção do seu acetal dimetoxietano que pode ser quantificado e caacterizado através da técnica de CG/EM.

Desenvolvida no Lab. de Caracterização Estrutural – Rhodia Solvay Group.



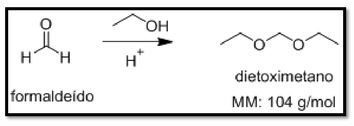
RESULTADOS E DISCUSSÃO

Identificação do pico referente ao analito de interesse, com base em seu espectro de massas.

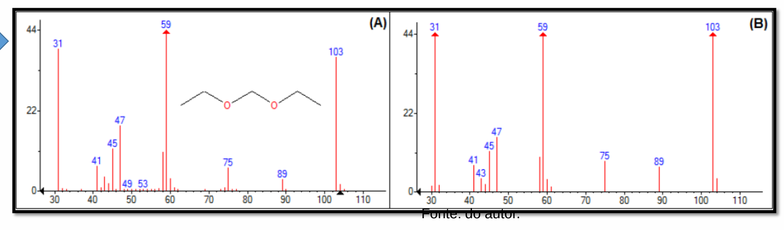


Fonte: do autor.

Reação de derivatização do formaldeído para obtenção do dietoximetano

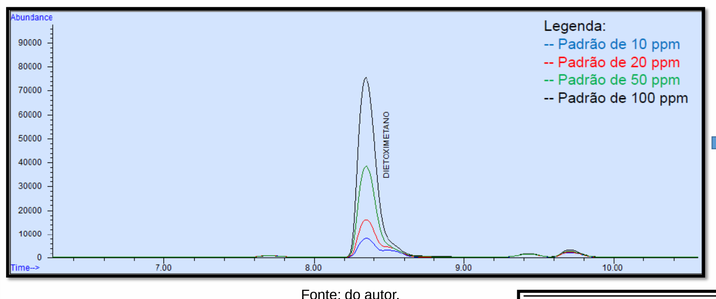


Fonte: adaptado de BARRIO et al., 2006.

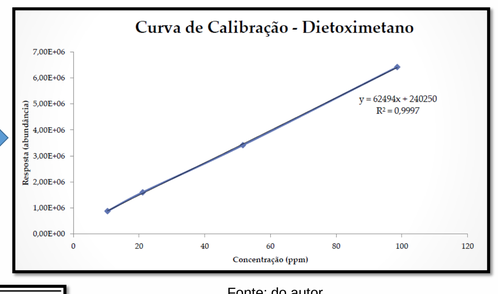


Fonte: do autor.

Construção da curva de calibração



Fonte: do autor.



Fonte: do autor.

Quantificação das amostras

- 10 amostras analisadas
- Limite de concentração: 0,010%

Amostras	Formaldeído residual (%)
17_TMS_0001	0,016
17_TMS_0002	0,484
17_TMS_0003	0,164
17_TMS_0004	0,679
17_TMS_0005	0,485
17_TMS_0006	0,385
17_TMS_0007	0,317
17_TMS_0008	0,199
17_TMS_0009	0,230
17_TMS_0010	0,144

Fonte: do autor.

CONCLUSÃO

A CG/EM mostrou-se uma técnica altamente sensível e seletiva para quantificação do formaldeído. Ao obter informações estruturais, foi possível realizar as determinações nas amostras investigadas, através do monitoramento dos íons específicos do seu acetal correspondente.

Os resultados finais demonstraram que apenas a amostra "17_TMS_0001", dentre todas as amostras analisadas apresentou resultados próximos ao limite preconizado pela empresa. Modificações no desenvolvimento e formulação das amostras devem ser realizadas, visando atingir os percentuais adequados.

Este desenvolvimento garantiu um apoio analítico adequado, além de proporcionar a implementação de uma nova metodologia de análise para o escopo do Laboratório de Caracterização Estrutural.

REFERÊNCIAS

BARRIO, M-A del.; HU, J.; ZHOU, P.; CAUCHON, N.; Simultaneous determination of formic acid and formaldehyde in pharmaceutical excipients using headspace GC/MS. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, USA, v.41, n3, p.738-743, 2006.

MOTTA, A.R.S.; BORGES, C.P.; KIPERSTOCK, A.; ESQUERRE, K.P.; ARAUJO, P.M.; BRANCO, L.P.N. Tratamento de água produzida de petróleo para remoção de óleo por processos de separação por membranas: revisão. **Eng. Sanit. Amibental,** v.18, n.1, 2013