

ANÁLISE DO PROCESSO DE FLUORETAÇÃO DA MERCAPTANA VIA CROMATOGRAFIA GASOSA ACOPLADA A ESPECTROMETRIA DE MASSA (GC/MS)

Ana Claudia M. Sobral, José Oscar W. Vega Bustillos
Divisão de Caracterização Química – MEQ

OBJETIVO

O objetivo deste trabalho é caracterizar o processo de fluoretação da molécula de mercaptana, por meio da técnica da Cromatografia a gás acoplada a Espectrometria de massa - GC/MS, e também o desenvolvimento de metodologia para a análise de outros pesticidas.

METODOLOGIA

A mercaptana é utilizada como via de síntese para a produção do perfluoralquil sulfônico, onde pretende-se a substituição dos átomos de hidrogênios da cadeia carbônica por átomos de flúor. O perfluoralquil sulfônico é um formicida, desenvolvido especialmente para as saúvas, e é um tóxico por ingestão.¹

Na técnica de CG/MS, a cromatografia faz a separação dos compostos e a espectrometria de massa realiza a determinação destes compostos atuando como detector do GC.²

O equipamento utilizado foi um cromatógrafo a gás equipado com uma coluna capilar DB-5 de 30 metros de comprimento, injetor do tipo "split-splitless", os parâmetros cromatográficos utilizados são mostrados na Tabela 1. O espectrômetro de massa utiliza um detector do tipo Ion Trap, os parâmetros de espectrometria estão na tabela 2.

Tabela 1: Parâmetros cromatográficos utilizados.

| Temp. Inicial (°C) | Temp. Final (°C) | Razão (°C/min.) |
|--------------------|------------------|-----------------|
| 60 | 60 | 0.0 |
| 60 | 210 | 8.9 |
| 210 | 260 | 5.4 |
| 260 | 260 | 0.0 |

Tabela 2: Parâmetros de espectrometria de massa.

| Nomenclatura | Massas Baixas | Massas Altas |
|--------------|----------------|-----------------|
| Mercap 1 | 40 massa/carga | 350 massa/carga |
| Mercap 3 | 80 massa/carga | 530 massa/carga |

* Mercap 1 e Mercap 3 são programas com parâmetros diferentes

As amostras são diluídas na proporção de 10µL para 10mL de solvente. O solvente utilizado foi o ciclorometano grau cromatográfico, e o gás de arraste utilizados foi o hélio (UP).

Para o espectrômetro de massa foi utilizado a técnica de impacto de elétrons, que consiste em bombardear a molécula com

elétrons de alta energia (70 eV), provenientes de uma fonte de íons, como um filamento aquecido.

As análises das amostras são baseadas na comparação entre as análises da n-octil mercaptana e do perfluoralquil sulfônico.

RESULTADOS

Os parâmetros analíticos da cromatografia e espectrometria de massa foram ajustados a fim de caracterizar o processo de fluretação da molécula de mercaptana.

Com a metodologia utilizada não foi verificado a produção do perfluoralquil sulfônico nas amostras analisadas.

A metodologia utilizada apresentou resultados satisfatórios. Por este motivo está sendo desenvolvida para outros tipos de pesticidas.

CONCLUSÕES

A metodologia utilizada é eficiente para as amostras de mercaptana. Mas não foi possível afirmar se houve ou não a síntese do perfluoralquil sulfônico devido a interferentes durante o processo de fluretação, falha na metodologia em desenvolvimento, e grande presença de contaminantes na amostra do perfluoralquil sulfônico utilizado como padrão.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] SOLOMONS, T.W.G., Organic Chemistry, Wiley, U.S.A., p676 e 677, 1988.
- [2] BUSTILLOS, J.O.W.V, Procedimentos analíticos provenientes da combustão de metanol por automóvel., São Paulo, 1996, Tese de Doutorado – Instituto de Pesquisa Energética Nucleares.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

Programa Institucional de Bolsas de Iniciação Científica – PIBIC.