

DESENVOLVIMENTO DE SISTEMAS MINIATURIZADOS E MICROFLUÍDICOS PARA FRACIONAMENTO DE PETRÓLEO BRUTO E CARACTERIZAÇÃO POR ESPECTROMETRIA DE MASSAS

Orientador: Dr. Leandro Wang Hantao

Unidade: Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano/CNPEM)

Instituição Colaboradora: Instituto de Química, Unicamp

Contato: leandro.hantao@lnnano.cnpem.br / 019 3512-3566

Palavras-chave: automação, cromatografia gasosa, espectrometria de massas, microfabricação, microfluídica, petroquímica.

1. INTRODUÇÃO

O processamento de petróleo bruto não é uma tarefa trivial em virtude de sua elevada quantidade de constituintes e sua ampla diversidade de propriedades físico-químicas. Frequentemente, o óleo cru é extraído e obtido na forma indesejável de emulsões. Além disso, outro agravante é presença de partículas sólidas que dificulta o seu processamento e limita a sua compatibilidade com inúmeras técnicas de análise instrumental (*e.g.* técnicas cromatográficas e espectrometria de massas). Dentre as possíveis abordagens, destaca-se o uso de sistemas macroscópicos de filtragem e centrifugação e/ou uso de agentes tensoativos visando a separação das fases água e óleo. Entretanto, estes métodos requerem (i) a introdução de compostos originalmente ausentes nas amostras de óleo bruto, (ii) demandam elevado tempo de processamento e (iii) em alguns casos, ao final do processo, a amostra encontra-se apenas parcialmente fracionada. Uma alternativa bastante interessante é o desenvolvimento de sistemas microfluídicos que permitem a redução do tempo de processamento, consumo de insumos químicos (*e.g.* solventes e reagentes) e quantidade de amostra requerida. Logo, o presente projeto propõe o desenvolvimento e avaliação de plataformas miniaturizadas e microfluídicas para o fracionamento de petróleo bruto. Dentre as inúmeras vertentes que serão exploradas, destacam-se o uso de sistemas cromatográficos em escala preparativa e/ou uso da extração em fase sólida. Em adição, as frações de petróleo serão caracterizadas pela cromatografia gasosa hifenada à espectrometria de massas e pela espectrometria de massas de ressonância ciclotrônica de íons.

2. OBJETIVOS

Este projeto tem como objetivo desenvolver sistemas miniaturizados e microfluídicos para o fracionamento de petróleo bruto. Para isso, (i) serão fabricados e avaliados protótipos macroscópicos para definição do princípio de fracionamento, (ii) serão feitas as caracterizações das frações de petróleo por técnicas instrumentais – tais como a espectroscopia de absorção na região do ultravioleta-visível, cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC/MS) e espectrometria de massas de ressonância ciclôtrica de íons (FT-ICR MS) – e, por fim, (iii) será feito o projeto, fabricação e avaliação do microdispositivo de fracionamento de petróleo bruto.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Materiais

Para avaliar a aplicabilidade e o desempenho analítico dos métodos e dispositivos desenvolvidos neste projeto serão avaliadas amostras sintéticas e não sintéticas. As amostras sintéticas serão preparadas a partir da mistura de petróleo processado com (i) água ou (ii) dispersão aquosa de partículas sólidas. As amostras não sintéticas consistirão de petróleo bruto. Ambos grupos de amostras serão fornecidos pela Petrobras. Além disso será utilizada uma mistura padrão de hidrocarbonetos para realização da destilação simulada.

Cabe ressaltar que todas etapas de avaliação e microfabricação serão realizadas nas instalações do Laboratório de Microfabricação (LMF). O desenho das microestruturas e canais serão feitos em software de projetos, CAD por exemplo. As máscaras, que serão utilizadas nos processos de fotolitografia, serão geradas no equipamento Heidelberg μ pg 101. Nas etapas de transferência de padrões e de microfabricação serão empregadas uma estação de *spin-coating*, chapas de aquecimento e fotoalinhadora Karl Suss MJB3. Para caracterização das estruturas serão utilizados microscópios ópticos e um perfilômetro Dektak-150. Ainda, as análises de destilação simulada serão realizadas no cromatógrafo a gás com detecção por ionização em chama (GC-FID) TRACE 1310.

As análises por GC/MS e FT-ICR MS serão feitas nos laboratórios dos professores Fabio Augusto e Marcos Eberlin (Instituto de Química, Unicamp), respectivamente. A medida por GC/MS permitirá a caracterização da fração apolar de petróleo, tais como hidrocarbonetos alifáticos e mono- e di-aromáticos. As análises por FT-ICR MS permitirão a caracterização da fração polar, tais como resinas e asfaltenos.

3.2. Métodos

Os estudos iniciais serão feitos em sistemas macroscópicos. Dentre os possíveis experimentos, destacam-se a cromatografia líquida clássica em fase normal e/ou a extração em fase sólida. Logo, deverão ser avaliados diferentes suportes cromatográficos, fases estacionárias e composições de fase móvel. Idealmente, serão escolhidos sistemas cromatográficos que facilitem o escoamento de solventes orgânicos no leito cromatográfico, pois isto será imprescindível para a operação do sistema microfluídico. Ainda, suportes altamente hidrofílicos serão avaliados para a retenção seletiva de água, durante o processamento do petróleo bruto. Em adição, a quantidade e natureza de inúmeros solventes orgânicos serão avaliados na eluição das diferentes frações do petróleo (*e.g.*, fração saturada, resinas e asfaltenos).

Uma vez definida e otimizada a abordagem macroscópica, as frações obtidas de petróleo serão comparadas com o método padrão da Petrobras. Para isso, serão utilizadas técnicas de análise instrumental em estudos semi-quantitativos e qualitativos. Cita-se como exemplo a destilação simulada por GC-FID como ensaio semi-quantitativo para caracterização da fração volátil e semi-volátil de petróleo. Já nos estudos qualitativos, os hidrocarbonetos alifáticos e mono- e di-aromáticos serão analisados por GC/MS; enquanto a fração das resinas e asfaltenos será caracterizada por FT-ICR MS. A análise por GC/MS determinará a presença de classes de compostos importantes, tais como hopanos e esteranos – principais marcadores de origem e de qualidade em óleo cru. Já a análise por FT-ICR MS fornecerá medidas de massa exata que poderão ser utilizadas na identificação dos analitos.

Nas etapas de microfabricação do dispositivo, serão avaliados os substratos do microchip, geometria dos canais, formas de selagem e método de empacotamento do leito cromatográfico. A composição do microchip deverá exibir alta inércia química e resistência à solventes orgânicos. A geometria dos canais deverá permitir o escoamento do petróleo bruto no microdispositivo e evitar sua incrustação com partículas sólidas. Além disso, o método de empacotamento deverá permitir a fabricação de sistemas de fracionamento reprodutíveis. Por fim, deverão ser analisadas as frações de petróleo obtidas no dispositivo microfluídico e seus resultados devem ser comparados com o método padrão da Petrobras.

4. APOIO

