

Validação de metodologia analítica usando cromatografia gasosa com coluna curta para análise de biodiesel

Filipe. L. Silva (PG)¹, Lucas N. Melo (IC)¹, Simoni. M. P. Meneghetti (PQ)¹, *Janaína H. Bortoluzzi (PQ)¹.

¹Grupo de Catálise e Reatividade Química (GCaR), IQB-UFAL Campus A. C. Simões, – Maceió, - AL CEP.: 57072-970

Palavras Chave: Ésteres metílicos, Biodiesel, Cromatografia gasosa.

Introdução

As principais metodologias analíticas utilizadas para a determinação de ésteres metílicos presentes no biodiesel são baseadas em cromatografia em fase gasosa (GC) e em fase líquida (HPLC).¹ No Brasil, o biodiesel é fiscalizado pela Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP) que, em 2012, estabeleceu a Resolução de Nº14, na qual está especificada a norma EN14103 para determinação do teor de ésteres metílicos (FAMES).² O presente trabalho visa validar uma metodologia analítica baseada em GC com coluna curta. A validação é o processo contínuo que começa no planejamento da estratégia analítica e continua ao longo de todo o seu desenvolvimento e transferência para garantir que um novo método analítico gere informações confiáveis e interpretáveis sobre a amostra.³

Resultados e Discussão

Inicialmente foi validado o método analítico proposto, baseado em GC com detector de ionização em chama, com padrão de biodiesel de soja metílico (B100). Nesta metodologia foi utilizado o gás de arraste H₂ com fluxo 1,6 mL/min e uma coluna curta apolar de 2 metros.

O método apresentou ótima linearidade ($r = 0,9979$) e sensibilidade na faixa de concentração entre 0,03 – 0,15 g/mL, limites de detecção e quantificação, 0,0034 e 0,0102g/mL respectivamente. Quanto a precisão, a metodologia demonstrou desvio padrão de 0,62 para o teste de repetitividade e desvio padrão relativo de 7,30 no estudo da precisão intermediária. Além disto, o método foi seletivo e robusto (variação do solvente usado na preparação da amostra).

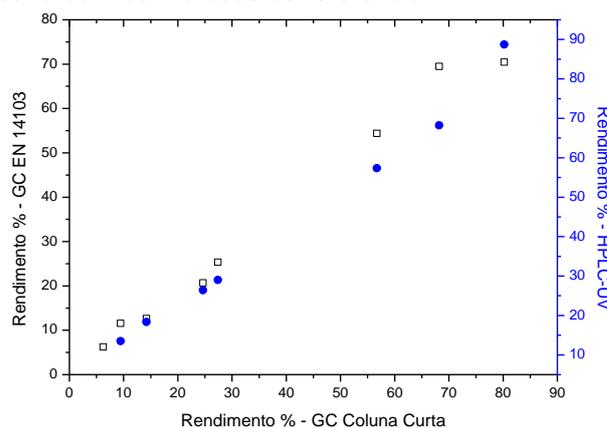
A exatidão da metodologia foi realizada com amostras de biodiesel metílico de soja, com diferentes conversões, avaliadas comparativamente por diversas metodologias. Os resultados obtidos com o método novo (validado) foram comparados com a norma EN 14103 (ANP) e metodologia recente de HPLC-UV⁴, conforme apresentado na Tabela 1 e Figura 1.

38ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Tabela 1: Comparação dos métodos quanto a determinação do teor de ésteres (Exatidão).

| Amostra | Rendimento (%) | | |
|---------|-----------------|----------|-------|
| | GC Coluna curta | EN 14103 | HPLC |
| 1 | 9,43 | 11,57 | 13,50 |
| 2 | 14,20 | 12,63 | 18,33 |
| 3 | 56,73 | 54,40 | 57,36 |
| 4 | 80,20 | 70,43 | 88,70 |
| 5 | 24,65 | 20,67 | 26,40 |
| 6 | 27,40 | 25,35 | 29,00 |
| 7 | 68,20 | 69,50 | 68,21 |

Figura 1: Comparação da metodologia de coluna curta com os métodos de referência.



De acordo com os dados apresentados na Fig.1 obtiveram-se as correlações entre o método da coluna curta versus EN 14103 e HPLC de 0,99311 e 0,9949, respectivamente.

Conclusões

Baseado nos dados relatados pode-se concluir que a metodologia analítica validada empregando GC-FID com coluna curta permite a detecção e quantificação dos ésteres metílicos presentes no biodiesel.

Agradecimentos

CAPES e CNPq.

¹ Chattopadhyay, S.; Das, S.; Sem, R. *Applied Energy* **2011**, *88*, 5188.

² ANP. Resolução ANP Nº 14 De 11.5.2012 - Dou 18.5.2012.

³ Ribani, R.. *et al. Quim. Nova* **2004**, *27*, 771.

⁴ Carvalho, M. S. e al. *J. Braz. Chem. Soc.* **2012**, *23*, 763.