

Otimização de um método para quantificação de carboidratos em cana-de-açúcar utilizando HPLC-ELSD e planejamentos experimentais

Cecília B. Rosado¹ (PG), Jussara V. Roque¹ (PG), Telma F. N. Queiroz¹ (TC), Márcio H. P. Barbosa¹ (PQ), Reinaldo F. Teófilo¹ *(PQ).

¹Universidade Federal de Viçosa

*E-mail: rteofilo@gmail.com

Palavras Chave: Carboidratos, Planejamento experimental, quimiometria

Introdução

A iminente escassez das reservas de petróleo e a preocupação com a preservação do meio ambiente tem incentivado estudos que visam a produção de biocombustíveis a partir do material lignocelulósicos¹. Dentre eles, o mais utilizado e abundante no Brasil é o bagaço da cana-de-açúcar. Os biocombustíveis provenientes dessa biomassa podem ser obtidos por hidrólise ou rotas termoquímicas. Embora a produção por hidrólise possua um custo maior a biomassa pode ser processada seletivamente produzindo lignina e carboidratos que podem ser utilizados como matérias-primas para outros produtos². Métodos de separação têm sido desenvolvidos para separar os carboidratos e quantificá-los. A cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC) é a técnica de separação mais empregada atualmente nesta análise.

Neste trabalho foi desenvolvido um método empregando planejamentos experimentais para a determinação de carboidratos presentes na biomassa da cana-de-açúcar, utilizando HPLC acoplada ao detector evaporativo com espalhamento de luz (ELSD). A coluna Biorad Aminex HPX-87P, 300x7.8 mm foi empregada na separação.

As variáveis estudadas foram: fluxo (mL/min); temperatura do forno (°C); filtro do ELSD e temperatura do ELSD (°C). As respostas investigadas foram: tempo entre o primeiro e o último pico cromatográfico, média das larguras a meia altura dos picos, a soma das áreas e altura do vale entre os dois últimos picos.

Primeiramente uma triagem através de um planejamento fatorial 2⁴ foi executada. Depois foi construído um modelo empregado a metodologia de superfície através do planejamento composto central (CCD). Finalmente a função de desejabilidade foi aplicada para otimizar as múltiplas respostas.

Resultados e Discussão

Na triagem constatou-se que as variáveis fluxo e temperatura do forno deveriam ser estudadas em uma segunda etapa. Para as demais variáveis foram adotados os níveis ótimos da temperatura do ELSD de 50 °C e filtro 3.

Após fazer o CCD, a função de desejabilidade indicou com exatidão o fluxo de 0,85 mL/min e temperatura do forno de 85 °C como níveis ótimos das variáveis (Figura 1).

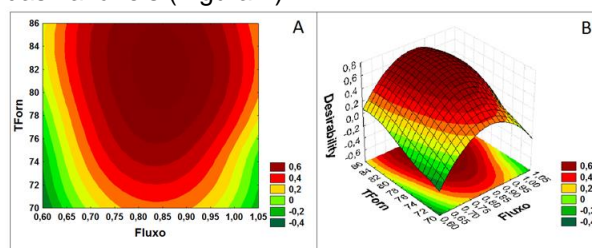


Figura 1. Superfície de desejabilidade em que A: 2D e B: 3D

As condições ótimas para a separação usando o sistema HPLC-ELSD foram: fluxo 0,85 mL/min; temperatura do forno 85 °C; filtro do ELSD 3 e temperatura do ELSD 50 °C.

A Figura 2 mostra o cromatograma empregando os níveis otimizados.

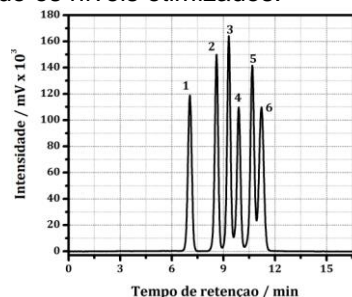


Figura 2. Cromatograma obtido utilizando os níveis otimizados das variáveis estudadas na separação HPLC-ELSD. 1. celobiose, 2. glicose, 3. xilose, 4. galactose, 5. arabinose, 6. manose.

Conclusões

O método desenvolvido a partir destes modelos satisfaz as condições desejadas obtendo cromatogramas com um menor tempo de corrida, boa seletividade e resolução. Modelos de calibração foram construídos e validados para todos os carboidratos.

Agradecimentos

À FUNAPE, CNPq, FAPEMIG, CAPES e PETROBRAS

¹Santos, A. D. C.; Queiróz, J. H.; Colodete, J. L.; Fernandes, S. A.; Guimarães, V. M.; Rezende, S. T. *Quim. Nova*. **2012**, 35, 05.

²Alonso, D. M.; Bond, J. Q. Dumeceic, J. A. *Green Chem.* **2010**, 12.