

Um método rápido de análise de conversão de biodiesel por CLAE-UV.

Andreza Cruz Barreto^{1,2} (PG), Sergio Massayoshi Nunomura² (PQ)*
*E-mail: smnunomu@inpa.gov.br

1 – Curso de Pós-graduação em Química -Universidade Federal do Amazonas

2 - Coordenação de Pesquisas em Produtos Naturais – Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia

Palavras Chave: cromatografia, fase normal, teor de ésteres.

Introdução

O biodiesel é um combustível renovável que pode substituir o diesel de petróleo com várias vantagens ambientais. Contudo sem garantir a qualidade desse combustível não será possível garantir a sua aceitação no mercado. Portanto os métodos de controle de qualidade têm um papel fundamental na consolidação desse combustível no país. Nesse trabalho, procuramos desenvolver um método de análise simples por CLAE em fase normal, utilizando detector de UV para verificar a conversão em ésteres metílicos/etílicos (biodiesel).

Existem várias técnicas analíticas para avaliar a qualidade do biodiesel inclusive metodologias cromatográficas como CCD, CG e CLAE¹. A cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) é aquela que vem sendo menos empregada, apesar do seu potencial de aplicação. No presente trabalho, é descrito um método rápido por CLAE em fase normal para análise de conversão em ésteres metílicos/etílicos.

Resultados e Discussão

Os padrões de tripalmitina (TG), dipalmitina (DG), 1-monopalmitoíla-rac-glicerol (MG), ácido palmítico (FFA) todos Supelco e de éster metílico do ácido palmítico (FAME) Sigma foram preparados na concentração de 5,0 mg/mL. Foram analisadas as amostras dos padrões e diversas amostras de biodiesel preparadas em mistura de Hexano:i-PrOH na proporção de 8:2.

As análises foram realizadas num cromatógrafo líquido SHIMADZU Prominence LC-20A, equipado com um injetor automático SIL-20A, detector UV-Vis-DAD SPD-M20A, bomba quaternária LC-10AT Vp e software LC Solutions. No desenvolvimento do método aqui proposto, foram testadas diferentes colunas de fase normal (Si 60 e CN), diferentes solventes, tanto para a fase móvel como para a preparação das amostras. Anteriormente Foglia *et al*¹ desenvolveram um método de análise por CLAE em fase normal, porém com detector de espalhamento de luz (ELSD). Alternativamente testamos um detector do tipo UV/Vis, por causa da maior disponibilidade, apesar da sua maior limitação de detecção. Para isso foi fundamental, a alteração da composição da fase móvel e do solvente de preparação de amostra. O gradiente de separação

desenvolvido é composto de: 100 % de hexano por 5 min, alterando-se linearmente para 20 % de hexano e 80 % de i-PrOH até 10 min (período de análise), retornando a 100 % de hexano em 5 min (pós-análise) e permanecendo mais 5 min (pré-análise). A tabela 1 mostra os tempos de retenção dos padrões analisados em triplicata.

Tabela 01. Tempos de retenção médios dos padrões.

Padrões	FAME	TG	DG	MG	FFA
t _R (min)	3,15	4,31	8,78	10,58	-

A figura 1 apresenta um cromatograma do biodiesel de ucuúba (*Virola surinamensis*), obtido pela transesterificação pela via etílica, usando 2% de NaOH como catalisador a 60 °C.

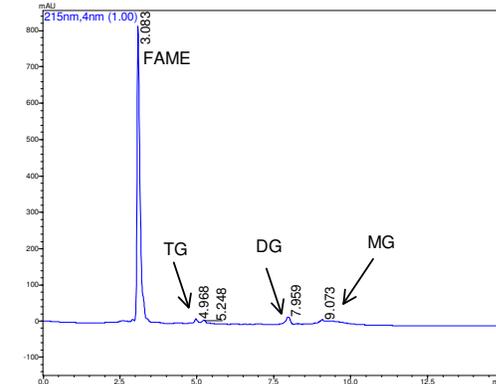


Figura 01. Cromatograma de análise de amostra de biodiesel de ucuúba por CLAE em fase normal a 215 nm.

Foi possível identificar os componentes, com boa resolução, detectabilidade, linearidade e rapidez de análise.

Conclusões

Na próxima etapa, pretende-se validar o método para a quantificação dos componentes presentes no biodiesel. O método apresentado mostrou-se rápido e eficiente para análise de biodiesel.

Agradecimentos

Ao CNPq, FAPEAM/CAPES e FINEP pelas bolsas e auxílios financeiros.

¹Foglia, T. A. *et al.*; *Chromatographia*. 2004, 60, 305.