

Produção de padrões de classes de constituintes para a análise de biodiesel por CLAE, através de métodos matemáticos

Débora França de Andrade^{1*} (PG), José Luiz Mazzei² (PQ), Luiz Antonio d'Avila¹ (PQ)
*debora.franca.andrade@gmail.com

¹ Departamento de Processos Orgânicos, Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro

² Departamento de Biofísica e Biometria, Instituto de Biologia Roberto Alcântara Gomes, Universidade Estadual do Rio de Janeiro

Palavras Chave: biodiesel, materiais de referência, CLAE, simulação por modelos.

Introdução

A padronização e a validação de um método de quantificação para a análise de biodiesel por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) seria importante para seu controle de qualidade, uma vez que determina o teor de ésteres de ácidos graxos (EsAG), monoacilgliceróis (MAG), diacilgliceróis (DAG) e triacilgliceróis (TAG)¹. Para tanto, a seleção ou produção de padrões de classes e/ou constituintes de biodiesel são etapas de grande importância, não tendo sucedido na literatura.

Desta forma, o principal objetivo do presente estudo foi a produção de padrões das principais classes de substâncias constituintes do biodiesel, ou seja, de EsAG, MAG, DAG e TAG. Para o planejamento da produção, foi aplicada uma metodologia partindo: (1) da análise por CLAE de óleos vegetais (OV) e de seus produtos de transesterificação (PTOV) a diversos graus de conversão; (2) de um ajuste da composição dos padrões, a partir destes OV e PTOV, pelo método de quadrados mínimos; e (3) de modelos matemáticos representativos da CLAE para a simulação dos cromatogramas.

Os modelos matemáticos, de momentos estatísticos, representativos da CLAE não possuem sucedido para este propósito, mas sua aplicação tem sido satisfatoriamente demonstrada em processos cromatográficos de isolamento de produtos naturais, como no isolamento por CLAE preparativa de carotenóides, taxanos, ginsenosídeos, vitaminas, esteviosídeo² e alcalóides³.

Resultados e Discussão

As análises cromatográficas foram realizadas a partir do método de Holcapek *et al.*¹, em coluna de 250x4,6 mm, com fase Microsorb RP18 (5 µm) à temperatura ambiente, com vazão de 1 mL/min e gradiente ternário com os solventes metanol e 2-propanol:hexano (50:40). A detecção foi acompanhada a 205 nm.

Os padrões foram preparados a partir das composições planejadas pela metodologia adotada. A Figura 1 representa o cromatograma simulado (a) e experimental (b) do padrão de EsAG, da mistura

dos PTOV (90 min de refluxo; razão molar óleo:metanol 1:9) de soja, milho e canola (20:10:70).

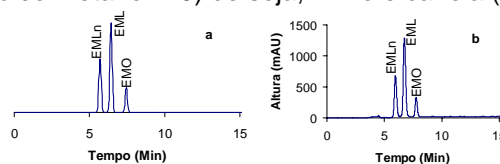


Figura 1. Cromatograma simulado (a) e experimental (b) do padrão de EsAG. Ésteres metílicos dos ácidos oleico (EMO), linoleico (EML) e linolênico (EMLn) com intensidades na razão 2:4:1.

A Figura 2 representa o cromatograma simulado (a) e experimental (b) do padrão de DAG, da mistura dos PTOV (5 min de refluxo; razão molar óleo:metanol 1:3) de soja, milho e canola (20:60:20).

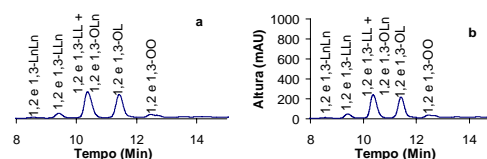


Figura 2. Cromatograma simulado (a) e experimental (b) do padrão de DAG. Intensidades na razão 1:4:20:20:2.

De mesma forma também foram produzidos padrões de MAG e TAG, obtendo-se resultados satisfatórios.

Conclusões

Ao compararmos os cromatogramas simulados com os experimentais verifica-se que a metodologia adotada, envolvendo análise, ajuste e simulações, foi eficiente no planejamento e produção de padrões para a análise de biodiesel por CLAE, podendo contribuir para o desenvolvimento de um método de análise quantitativa do biodiesel.

Agradecimentos

Ao Programa de Formação de Recursos Humanos da Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP) pela concessão da bolsa e pelo apoio financeiro.

¹HOLCAPEK, M.; JANDERA, P.; FISCHER J.; PROKES, B. *Journal of Chromatography A*, v.858, p.13-31, **1999**.

²MAZZEI, J.L.; D'AVILA, L.A. *Journal of Liquid Chromatography and Related Technologies*, v. 26, n. 2, p.177-193, **2003**.

³MAZZEI, J.L *et al. Revista de Fitoterapia*, v. 2, p. 289, **2002**.