

## Detecção de acilgliceróis por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência acoplada a um detector eletroquímico.

Daniela Ballottin (PG)<sup>1\*</sup>, Nelson Ramos Stradiotto (PQ).

\* dani\_pott@hotmail.com

Palavras Chave: acilgliceróis, mono, di e triglicerídeos, CLAE-ED indireta.

### Introdução

O biodiesel é um combustível biodegradável e renovável, que pode ser obtido por diferentes processos, sendo a transesterificação o mais utilizado<sup>1</sup>. Dentre os vários contaminantes existentes neste biocombustível, estão os mono, di e triglicerídeos remanescentes da matéria prima para a produção do biodiesel. A alta concentração destes compostos aumenta a viscosidade do biocombustível, provocando depósitos nos cilindros e nas válvulas de injeção diminuindo assim a vida útil do motor. Assim, tendo em vista a importância da utilização do biodiesel e a necessidade de desenvolver métodos de análise que assegurem uma melhor qualidade do combustível utilizado, este trabalho tem por objetivo desenvolver um método alternativo para a detecção de acilgliceróis em biodiesel através da técnica de Cromatografia Líquida indireta.

### Resultados e Discussão

No desenvolvimento do método proposto foi utilizada a técnica CLAE-ED indireta, que consiste na adição de uma substância eletroativa à fase móvel cromatográfica a fim de se detectar analitos eletroativos<sup>3</sup>. A coluna utilizada foi uma C18 fase reversa e o detector foi um detector amperométrico, com potencial constante conectado a uma célula eletroquímica contendo os eletrodos de trabalho (carbono vítreo com  $d = 4$  mm), referência (Ag/AgCl) e platina como auxiliar. O aditivo utilizado foi o ácido ascórbico, cujo comportamento redox é bem conhecido (em +0,28 V o ácido ascórbico se oxida à ácido deidroascórbico). Quando uma solução de trilinoleato de glicerina  $1,0 \times 10^{-6}$  mol L<sup>-1</sup> foi injetada, sem o aditivo presente na fase móvel (tampão fosfato pH 3,0 e metanol (60:40 v/v)), nenhuma resposta foi observada no detector eletroquímico. Porém, quando o ácido ascórbico estava presente, tanto o mono, como o di e o trilinoleato de glicerina apresentaram resposta cromatográfica. Na tabela 1, estão os valores de alguns parâmetros importantes obtidos a partir dos cromatogramas.

**Tabela 1.** Principais parâmetros cromatográficos calculados para o mono, di e trilinoleato de glicerina  $1,0 \times 10^{-6}$  mol L<sup>-1</sup>

	$t_R$ / min	K	N	H / mm
<b>Mono</b>	8,25	2,05	900	0,27
<b>Di</b>	8,32	2,03	916	0,27
<b>Tri</b>	8,35	2,15	921	0,27

Como observado, os tempos de retenção foram muito próximos. Sendo assim, a detecção destes compostos foi alcançada, mas a separação não. Desta forma, torna-se necessário uma otimização nas condições do sistema cromatográfico. Alguns parâmetros importantes também foram calculados, como fator de capacidade (k), com valores obtidos dentro dos ideais, mostrando boa interação do soluto com a fase estacionária. Os valores de pratos teóricos não foram tão elevados, mostrando uma eficiência razoável da coluna na separação destes compostos eletroativos.

### Conclusões

Os resultados mostram a possibilidade de detecção do mono, di e trilinoleato de glicerina através da técnica de Cromatografia Líquida de Alta Eficiência indireta acoplada a um detector eletroquímico. Porém, como os tempos de retenção foram muito próximos há uma necessidade de melhora nas condições cromatográficas, como por exemplo, alteração na polaridade dos solventes que compõem a fase móvel.

### Agradecimentos

CAPES, CNPQ e FAPESP

<sup>1</sup> Disponível em: [www.anp.gov.br](http://www.anp.gov.br). Acesso em: 01/2011

<sup>2</sup> MARTINS, D. M. S. **Desenvolvimento de eletrodos modificados para a determinação de compostos sulfurados em gasolina**. 2008. 166 f. Tese (Doutorado em Química) – Instituto de Química, Universidade Estadual Paulista, Araraquara, 2008.

<sup>3</sup> LI-TONG, J.; JIAN-NONG, Y.; WEI, S. Indirect electrochemical detection with liquid chromatography for non-electroactive esters. **Chemical Journal of Chinese Universities**, v. 14, n. 4, p. 468-471, 1993.