

Desenvolvimento de um método rápido para determinação simultânea de cátions, glicerina livre e glicerina total em amostras de biodiesel por eletroforese capilar.

Daniel A. Spudeit (PG), Luciano Vitalli (PG), Maressa D. Dolzan (PG), Marcel Piovezan (PG), Gustavo A. Micke (PQ)*

DEPARTAMENTO DE QUÍMICA, UFSC, 88040-900, FLORIANÓPOLIS/SC – *gustavomicke@gmc.ufsc.br

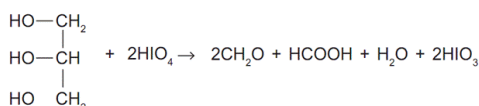
Palavras Chave: Biodiesel, glicerina, cátions e eletroforese capilar.

Introdução

O biodiesel é formado por alquilésteres derivados de ácidos graxos de cadeia longa. A produção brasileira tem como principal matéria-prima a soja (80,5%)¹. O principal método utilizado na produção é a transesterificação, que além dos ésteres, tem também como produto a glicerina, que em grandes quantidades causam danos ao motor. A ANP estabelece como limite máximo para glicerina livre (GL) e glicerina total (GT), 0,25 e 0,02 % (m/m), respectivamente. Outro parâmetro de qualidade controlado pela ANP é o teor de metais presente no biodiesel. O valor limite dos metais é expresso como soma, (Na + K) e (Ca + Mg), não podendo esses valores serem maiores que 5 ppm. Neste trabalho, foi desenvolvido um método rápido para determinação simultânea de cátions, GL e GT em amostras de biodiesel utilizando eletroforese capilar com injeções múltiplas.

Materiais e métodos

Os experimentos foram realizados no equipamento de Eletroforese Capilar da marca Agilent Technologies modelo HP 3DCE (Palo Alto, CA, USA), equipado com detector de arranjo de diodos. As análises foram efetuadas a 25 °C em capilar de sílica fundida revestida externamente com poliimida (32 cm x 75 µm D.I.) da marca Microtube (Araraquara, Brazil). As amostras foram preparadas de acordo com procedimentos descritos na literatura.² A quantificação de GL e GT foram feitas através da determinação de IO₃⁻ de acordo com a equação abaixo:



Equação 1. Reação da glicerina com periodato.²

As injeções para a determinação da GL e GT foram realizadas na extremidade mais próxima do detector (outlet) e os cátions na outra extremidade do capilar (inlet). A detecção foi indireta em 200 nm e os dados tratados no software *HP Chemstation*.

Resultados e Discussão

Para esse método, foram realizadas quatro injeções sequenciais, sendo três pelo outlet (GL, eletrólito espaçador e GT) e uma pelo inlet (cátions). Como pode se observar na Figura 1, foi possível a determinação de cátions, glicerina livre e total em uma única corrida em menos de 30 segundos.

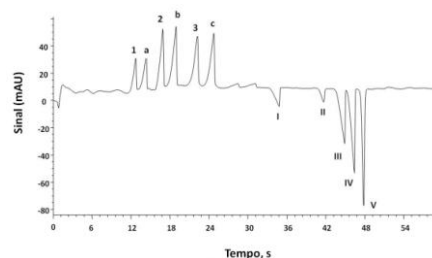


Figura 1. Eletroferograma da determinação simultânea de cátions, glicerina livre (GL) e glicerina total (GT) em biodiesel. Legenda dos picos: NO₃⁻ (1-GL\|a-GT; padrão interno), IO₄⁻ (2-GL\|b-GT), IO₃⁻ (3-GL\|c-GT), K⁺ (I), Ba²⁺ (II; padrão interno), Ca²⁺ (III), Na⁺ (IV) e Mg²⁺ (V).

Na Tabela 1 podemos observar os parâmetros de linearidade e os limites de detecção de cada analito

Tabela 1: Parâmetro de linearidade para cada analito (mg L⁻¹)

	inclinação	R ²	LOD*	LOQ*
GT e GL	0,1059	0,99	1.8	5.6
K	0,1424	0,99	2.1	6.4
Na	0,4719	0,99	0.5	1.5
Mg	0,6399	0,99	1.3	3.9
Ca	0,3924	0,99	0.2	0.7

Conclusões

O método desenvolvido mostrou-se eficiente para determinação simultânea de cátions, GL e GT em amostras de biodiesel

Agradecimentos

UFSC, CNPq, CAPEs e FARMA service.

¹<http://www.anp.gov.br/?pg=40446&m=&t1=&t2=&t3=&t4=&ar=&ps=&cachebust=1295907024809> acessado em 10 de janeiro de 2011.

²Gonçalves Filho, L.C., Micke, G.A., Journal of Chromatography A, 1154 (2007) 477–480.