

Quantificação de monoglicerídeos e diglicerídeos por CG e RMN ¹H em reações de transesterificação enzimáticas para a produção de biodiesel

Isac G. Rosset (PG); Elisabete M. Assaf (PQ); André L. M. Porto (PQ)*

almporto@iqsc.usp.br; isacrosset@iqsc.usp.br

Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, Av. Trabalhador São-carlense, 400, CEP 13560-970, São Carlos-SP.

Palavras Chave: Biocatálise, Biodiesel, *Candida antarctica*, CG-FID, RMN

Introdução

Durante o processo de transesterificação, algumas substâncias são formadas, geralmente em menores quantidades como glicerol, mono- e diglicerídeos as quais podem permanecer junto ao biodiesel (figura 01). Esses contaminantes podem provocar danos operacionais, como depósitos no motor, entupimento de filtros ou até a deterioração do combustível¹.

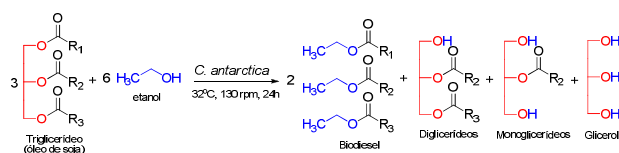


Figura 01. Reação de transesterificação.

Devido a esses fatores, o controle da qualidade do biodiesel é importante para sua comercialização e a determinação de níveis de mistura de compostos é crucial para sua qualidade².

Resultados e Discussão

O padrão do biodiesel etílico foi preparado via catálise básica (NaOH), o qual foi usado na quantificação do biodiesel produzido via catálise enzimática. A etanolise do óleo de soja foi catalisada com lipase de *Candida antarctica*. Foi variada a quantidade de catalisador na reação (0,1-5,0%). Para todas as reações utilizaram-se 5,0 g de óleo de soja refinado (marca Liza[®]) e 15 mL de etanol. As reações foram preparadas em frascos erlenmeyers de 125 mL e conduzidas em agitador orbital (130 rpm e 32°C)³. A quantidade de mono- e diglicerídeos foram calculadas por GC-FID e por RMN ¹H.

Na quantificação por GC-FID foi utilizado a tricaprina como padrão interno. O método por RMN consistiu no cálculo dos sinais característicos dos compostos presentes. Assim, pode-se utilizar uma equação para obter a composição das substâncias (MAG e DAG) no biodiesel por RMN ¹H e comparar com as obtidas por GC-FID.

Para a quantificação por RMN ¹H foi realizado o cálculo das integrais dos dubletos dos prótons primários dos mono- e diglicerídeos e através de uma equação desenvolvida, foi possível calcular a razão desses compostos no biodiesel (figura 02).

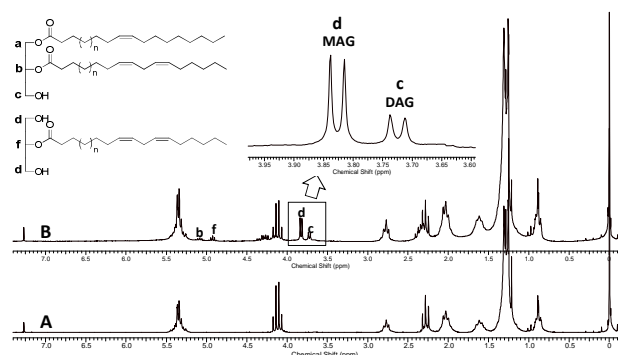


Figura 02. Espectros de RMN ¹H do biodiesel padrão (A) e produzido via etanolise enzimática (B) – reação com 2,5% de enzima.

A razão entre a área do dubleto **d** (δ 3,83 ppm) e do dubleto **c** (δ 3,73 ppm) foi obtida através da equação:

$$\text{Razão}_{DAG/MAG} = 2A_c / A_d$$

Uma pequena diferença de 1,4% entre as técnicas foi observada. A boa correlação entre essas técnicas foi devido aos sinais **c** e **d** no espectro de RMN ¹H estarem bem resolvidos, não ocorrendo nenhuma sobreposição.

Conclusões

O biodiesel foi obtido com sucesso via catálise enzimática e seus intermediários (mono- e diglicerídeos) foram quantificados por RMN ¹H e GC-FID. O método por RMN ¹H mostrou-se eficiente, rápido e sem a necessidade de tratamento prévio das amostras.

Agradecimentos

À FAPESP, CAPES e CNPq pelo suporte financeiro e bolsa concedidos e à Novo Nordisk pela doação da enzima.

¹Knothe, G.; Gerpen, J. V. The Biodiesel Handbook; AOCS Publishing, 2005.

²Knothe, G. J. Am. Oil Chem. Soc. 2006, 83, 823–833.

³Rosset, I. G.; Tavares, M. C. H.; Assaf, E. M.; Porto, A. L. M. Appl. Cat. A: General 2010, 392, 136-142.