

Desenvolvimento de métodos cromatográficos para a determinação dos produtos da oxidação do glicerol.

Cristian J. Giertyas (PG)¹, Rusiene M. Almeida (PQ)¹ e Janaina H. Bortoluzzi (PQ)^{1*}.

¹ Universidade Federal de Alagoas - Av. Lourival Melo Mota, s/n Tabuleiro dos Martins CEP:57072-900 Maceió – AL *janaina.bortoluzzi@iqb.ufal.br

Palavras Chave: *oxidação, glicerol, cromatografia, identificação*

Abstract

Comparison of chromatographic methods for the determination of glycerol oxidation products. This work is discussed chromatography technique for the determination of glycerol oxidation products.

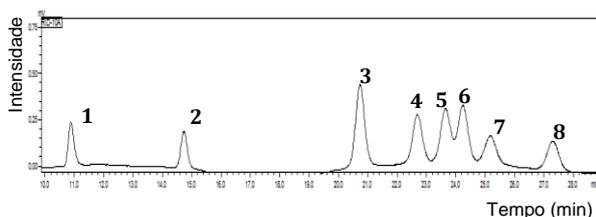
Introdução

A identificação dos produtos da reação de oxidação do glicerol pode ser realizada através da técnica de cromatografia. Neste trabalho foram desenvolvidos dois métodos cromatográficos para a separação, identificação e quantificação destes compostos. O primeiro método desenvolvido foi utilizando a técnica de cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC) o qual foi desenvolvido com base no trabalho de Beltrán-Pietro et al. 2013 e o segundo método desenvolvido foi utilizando a técnica de cromatografia gasosa (GC). Os produtos obtidos na reação de oxidação do glicerol são instáveis termicamente e consequentemente inviáveis para análise direta em GC, sendo necessário realizar previamente uma reação de derivatização utilizando derivatizantes para posterior análise.

Resultados e Discussão

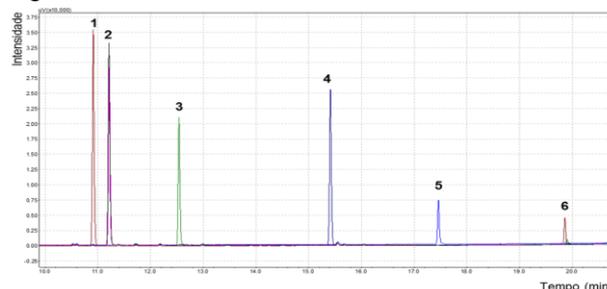
No método desenvolvido por HPLC foi possível identificar, separar e quantificar 08 produtos em 28 minutos de análise, utilizando uma coluna de troca iônica (MetaCarb H Plus) com taxa de fluxo de 0,4 mL min⁻¹, gastando o equivalente a 11,2 mL de fase móvel (H₃PO₄ 4 mM). O detector utilizado neste trabalho foi o índice de refração. A Figura 1 representa o cromatograma obtido com todos os padrões utilizados para a construção da curva analítica.

Figura 1. Cromatograma obtido na análise dos padrões 1-ácido oxálico, 2-ácido tartrônico, 3-gliceraldeído, 4-ácido glicólico, 5-ácido láctico, 6-glicerol, 7-ácido fórmico e 8-ácido acético.



As reações de derivatização foram realizadas com agentes derivatizantes (MSTFA e BSTFA), na presença de piridina (catalisador) e heptano (solvente) em aquecimento por 15 minutos a 60 °C. No método cromatográfico desenvolvido foi utilizado uma coluna capilar de 60 m da OHIO VALLEY OV (apolar), gás de arraste hidrogênio com fluxo de 1,10 mL min⁻¹ e detector por ionização em chama. O tempo total de análise foi de 21 minutos. Inicialmente foram identificados 7 compostos de acordo com a Figura 2.

Figura 2. Cromatograma obtido na injeção dos padrões analíticos 1-ácido láctico, 2-gliceraldeído + ácido glicólico, 3-ácido oxálico, 4-dihidroxiacetona, 5-glicerol, 6-ácido láctico.



O método por GC está em fase de finalização sendo necessários ainda alguns ajustes para a separação dos compostos gliceraldeído e ácido glicólico identificados como pico 2 na Fig.2. Somados os tempos de reação de derivatização (15 min) com o tempo de análise (21 min) o método desenvolvido por GC teve um tempo total de 36 minutos.

Conclusões

O método de GC apesar de ter um tempo de análise maior (36 minutos) quando comparado com o método de HPLC (28 min), ainda é vantajoso, pois possui melhor resolução conforme demonstrado nos cromatogramas dos padrões.

Agradecimentos

CNPq, PPGQB, UFAL

¹ Beltrán-Prieto, J.C., Pecha, J., Kaspárková, V., Kolomazník, K. J. Liq. Chrom Relat Tech. **2013**, 2758-2773.