

Aplicação 02

Determinação simultânea de glicerina, mono-, di- e triglicerídeos através de cromatografia gasosa usando injetor com programação de temperatura PTV



Durante os últimos anos, alguns procedimentos analíticos têm sido desenvolvidos para determinação de glicerina, mono-, di- e triglicerídeos em óleos vegetais.

Usualmente estes métodos são designados para determinar glicerina livre ou mono-, di- e triglicerídeos em diferentes análises.

Plank e Lorbeer [1] desenvolveram um rápido e confiável procedimento em CG para determinação simultânea de glicerina, mono-, di- e triglicerídeos.

O método consiste na trimetilsilação dos grupos hidroxila livres da glicerina, mono- e diglicerídeos, seguido da análise por cromatografia gasosa usando coluna capilar curta e de pequeno diâmetro interno, podendo assim analisar todos os analitos que variam em polaridade e volatilidade em uma única corrida.

Nesta aplicação uma solução padrão foi analisada em um GC DANI 1000 usando um injetor com temperatura programável (PTV) e um detector FID.

Uma solução estoque de glicerina foi preparada dissolvendo 18mg em 10mls de piridina com uma adição de sulfato de sódio anidro.

Igualmente, 100mg de uma mistura de mono-, di- e trioleína 33.3% (w/w) cada, foram dissolvidas em 10ml de piridina com uma adição de sulfato de sódio anidro

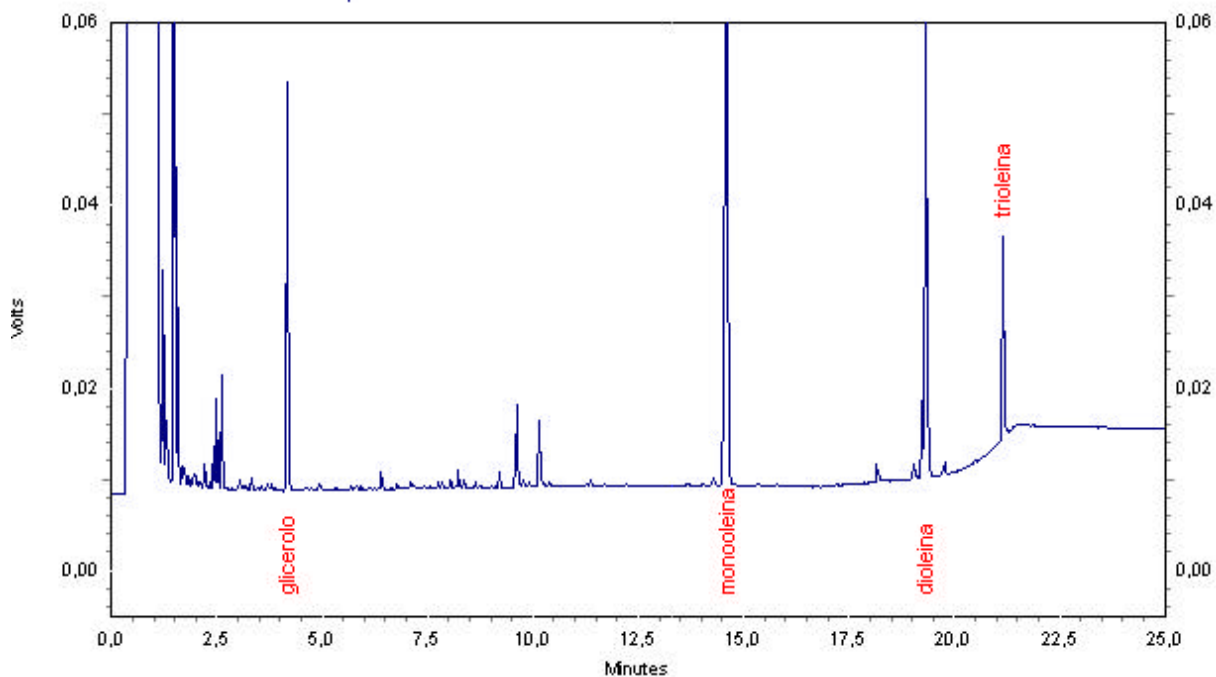
Parâmetros GC1000

Coluna	OV1 10mx0.32mmx0.1µm
Forno	50°C 1min 7°C/min 230°C 50°C/min 380°C 10min
Injetor	PTV 50°C 999.9°C/min 360°C
Detector	FID 360°C
Gas de arraste	He 3 ml/min
Split	Splitless, split em 0.6 min
vol.injetado	1 µl

A silição foi feita transferindo 30ul da solução estoque de glicerina e 150ul da solução estoque de glicerídeos em um frasco com tampa com a adição de 100 µl de MSTFA como agente de silição.

Após 20 min a temperatura ambiente em agitação, a mistura foi dissolvida em 10ml de heptano. A concentração resultante foi 5.4ppm para glicerina e 50 ppm para cada glicerídeo

1 µl da solução de heptano foi diretamente injetada no CG com o injetor na temperatura de 50°C. Após a injeção o PTV foi imediatamente aquecido a 360°C na condição splitless permitindo a completa transferência dos analitos para a coluna.



Chromatograma obtido da análise de uma mistura de glicerol, mono-, di- e trioleina

Para verificar a repetibilidade da análise, a solução padrão foi injetada

sete vezes consecutivamente. Os valores de RSD% são mostrados na tabela abaixo.

	glicerol	monoleina	dioleina	trioleina
1	97643	308435	228125	48981
2	97268	304911	226603	52062
3	97117	302821	226065	49131
4	96994	303247	227285	51165
5	96447	304004	231476	50042
6	96293	296287	223634	49956
média area	96960	303284	227198	50223
SD	509	3972	2589	1192
RSD%	0.52	1.31	1.14	2.37

Bibliografia

[1] Plank C., Lorbeer E., *J. of Chrom.*, 697 (1995) 461

