

Pretratamiento de productos de hidrot ratamiento catalítico mediante metilación y SPE para su análisis por GC-MS

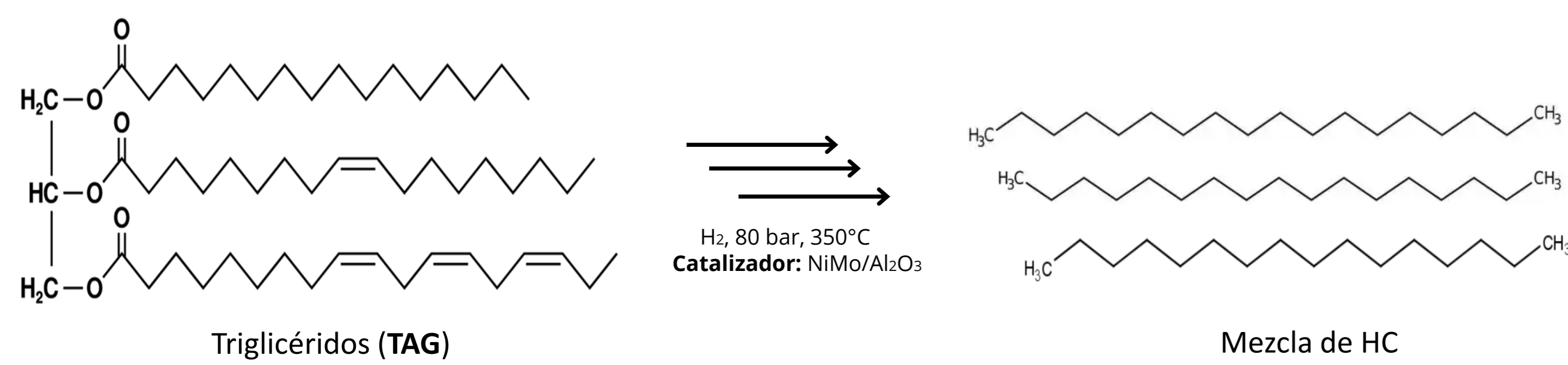
Agustín Rubbo, Elisa Volonterio, Iván Jachmanián

Área Grasas y Aceites, Departamento de Ciencia y Tecnología de los Alimentos (CYTAL)
Facultad de Química, Universidad de la República, Montevideo, Uruguay
arubbo@fq.edu.uy

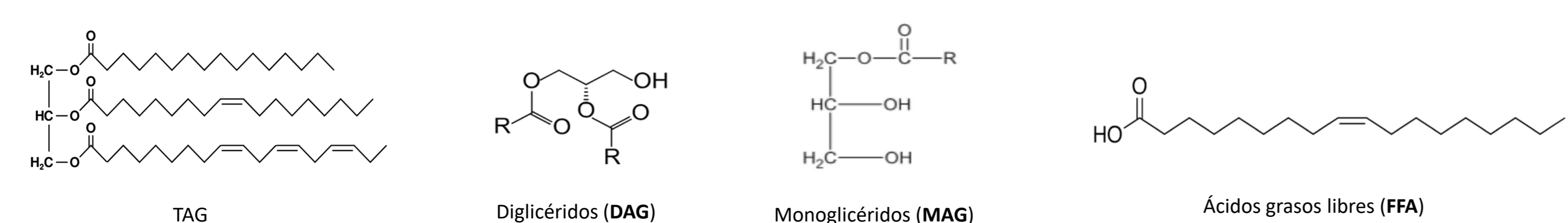
INTRODUCCIÓN

- El hidrot ratamiento catalítico de aceites vegetales es una tecnología prometedora para la producción de biocombustibles, mediante la cual la materia prima es sometida a altas temperaturas y presión de hidrógeno, convirtiéndola a hidrocarburos (HC).
- Para caracterizar los productos obtenidos se suele utilizar cromatografía gaseosa acoplada a espectrometría de masas (GC-MS) con columnas no polares, como aquellas con fase estacionaria 5%-fenil-metilpolisiloxano.
- Si bien este análisis utilizando GC-MS permite determinar y caracterizar convenientemente HC alifáticos y aromáticos, cuando la reacción es incompleta los compuestos no convertidos (NC) no son detectados, ya que quedan retenidos irreversiblemente en la columna cromatográfica.

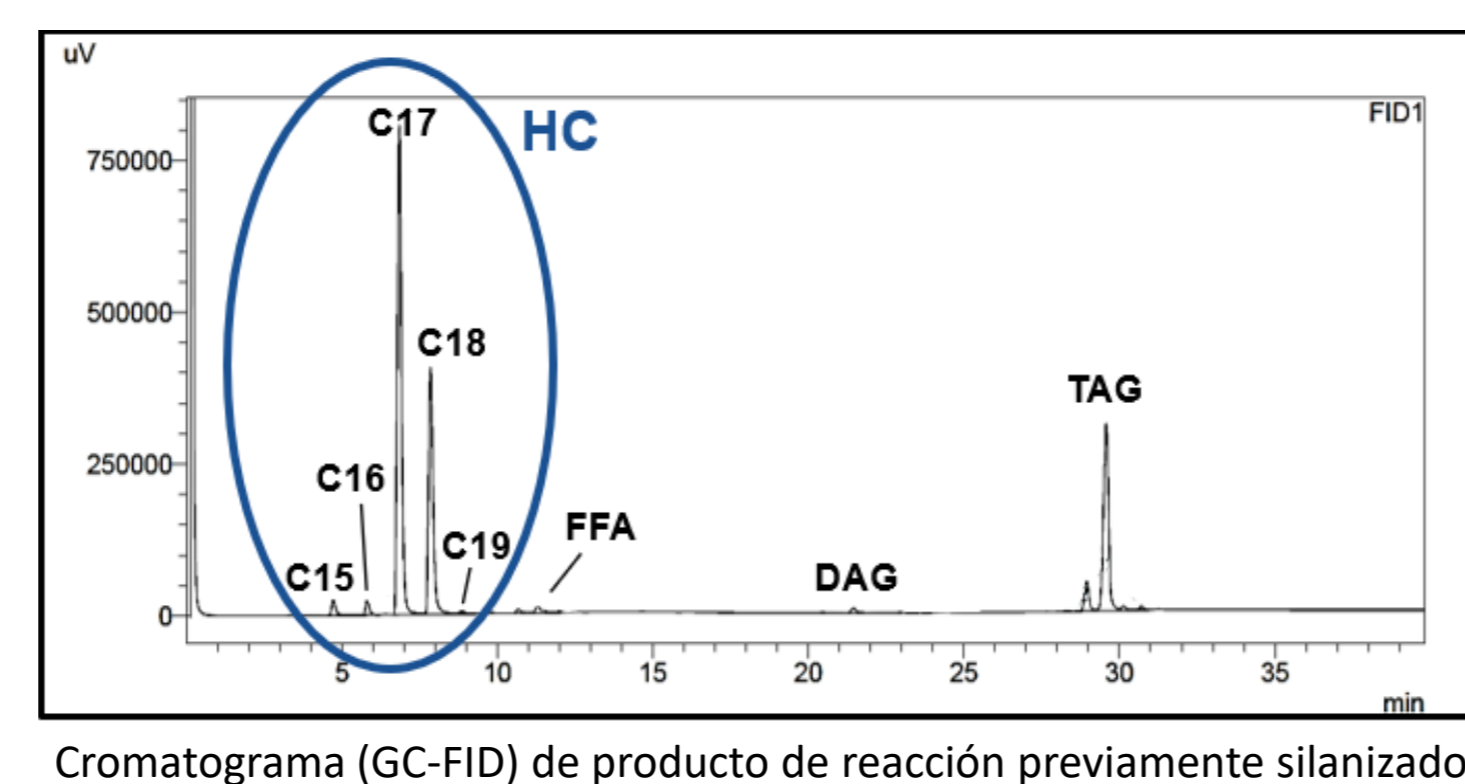
REACCIÓN DE HIDROT RATAMIENTO:



COMPUESTOS NO CONVERTIDOS (NC):



Análisis preliminares de productos de hidrot ratamiento mediante GC-FID en columnas específicas, previamente silanizados con MSTFA, permitieron identificar tanto los HC como los NC. Sin embargo, para caracterizar muestras con mayor complejidad de HC se requiere utilizar GC-MS, con las limitaciones mencionadas anteriormente.



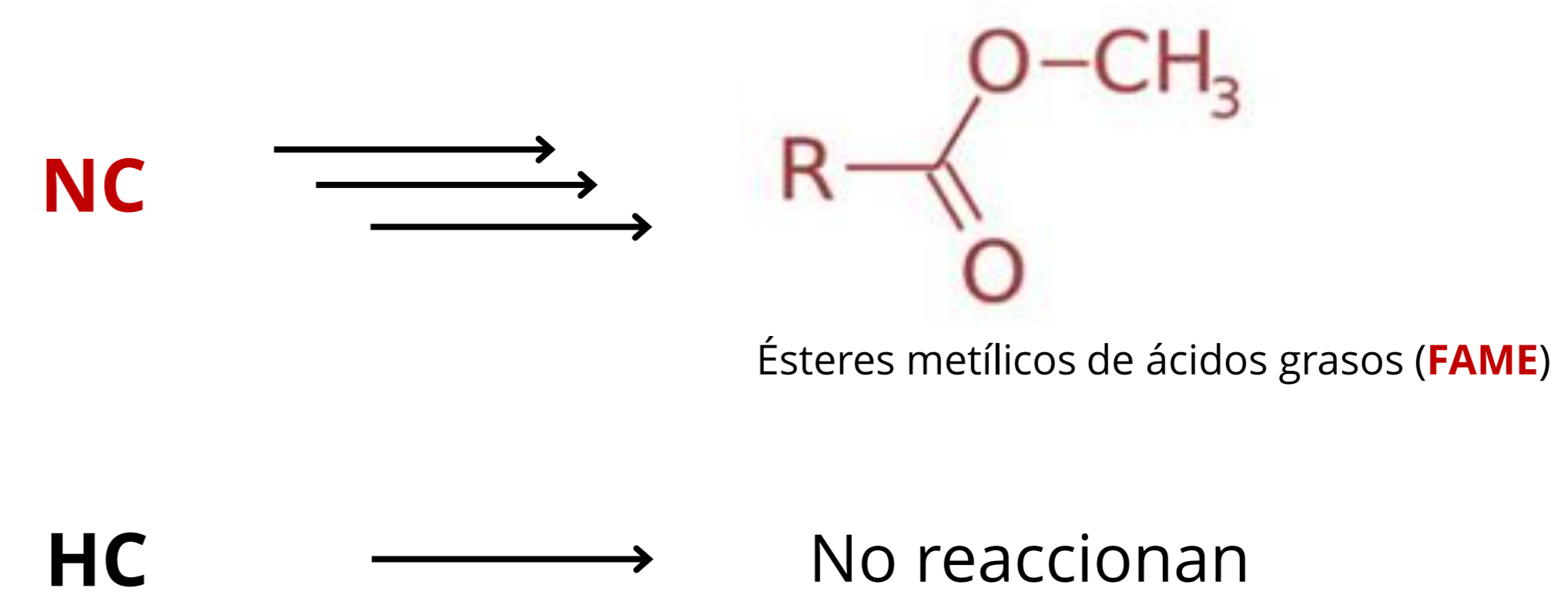
OBJETIVO

El objetivo de este trabajo fue diseñar una estrategia analítica para la separación de fracciones no convertidas de productos de hidrot ratamiento catalítico, facilitando el análisis posterior por GC-MS de la fracción de HC.

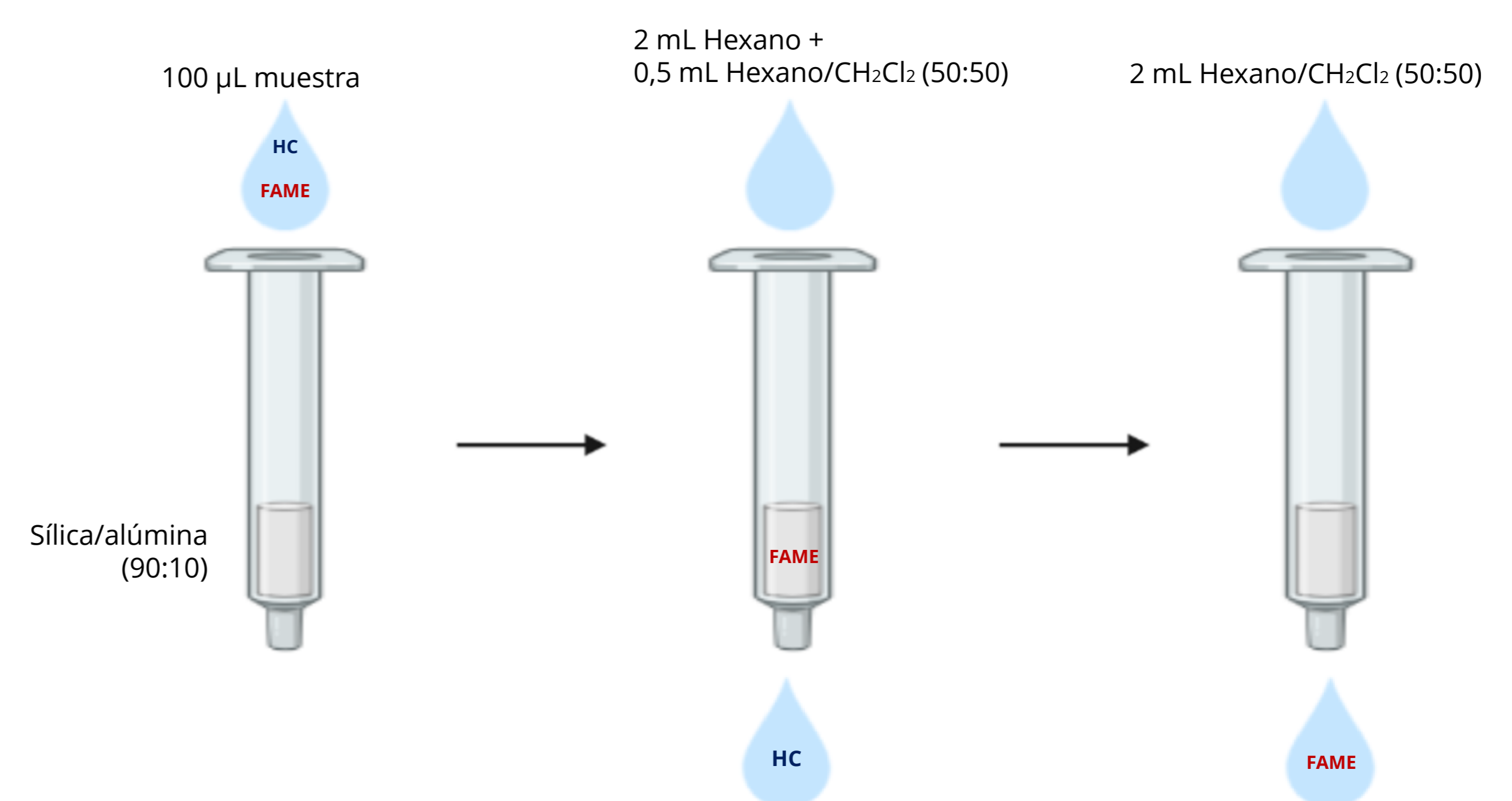
DESARROLLO METODOLÓGICO

1) Metilación del producto en 2 etapas:

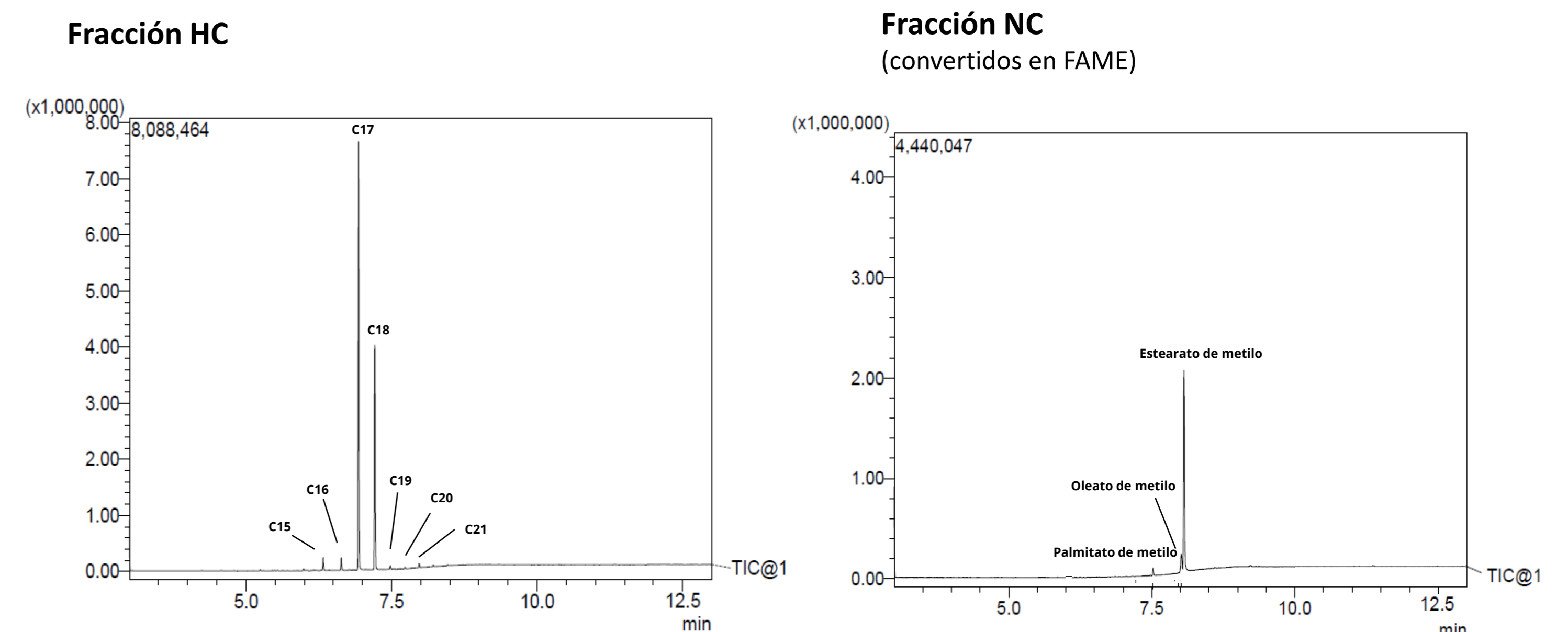
- Saponificación con KOH/MeOH (100°C)
- Esterificación con BF_3/MeOH (100°C)



2) Separación por extracción en fase sólida (SPE)



3) Análisis por GC-MS de las fracciones obtenidas



- Análisis complementarios por GC-FID verificaron la conversión completa de NC en FAME.
- El análisis de FAME permite además la determinación indirecta del perfil de FFA constituyentes de la fracción NC.

CONCLUSIONES

Se desarrolló una metodología analítica eficiente para la separación de compuestos no convertidos de los productos de hidrot ratamiento, capaces de comprometer la integridad de columnas genéricas no polares. El método además aporta información adicional, ya que permite caracterizar las fracciones no convertidas a partir de la determinación del perfil de la fracción de FAME obtenida.