

Desenvolvimento e validação de método para determinação de nitrogênio, hidrogênio, metano e gás carbônico por CG/DCT

Maria A. T. Adorno^{1*} (PQ), Inês Tomita¹ (PQ)

¹Escola de Engenharia de São Carlos – EESC/USP: Av. João Dagnone, 1100, Engenharia Ambiental, Bloco 4F, Laboratório de Processos Biológicos (LPB); Jardim Santa Angelina, São Carlos/SP, CEP 13563-120.

*janja@sc.usp.br

Palavras Chave: análise de gases, biogás, processos anaeróbios

Introdução

Algumas vantagens da digestão anaeróbia de matéria orgânica (amplamente usada em tratamentos de águas residuárias) são: baixo consumo de energia e pequena produção de lodo. Nesses processos há a geração de biogás, que é composto principalmente por metano (CH₄) e gás carbônico (CO₂), além de ocasionalmente produzir gás sulfídrico (H₂S), nitrogênio (N₂) e hidrogênio (H₂). A composição do biogás gerado depende da concentração e do tipo de matéria orgânica a ser digerida, além das condições físico-químicas do processo considerado¹. Além disso, o hidrogênio gerado em tratamentos de águas residuárias por processos biológicos pode ser usado como fonte alternativa de energia renovável². Assim, é muito importante a determinação da composição e a quantificação dos compostos presentes no biogás, que é feita, geralmente, por cromatografia gasosa (CG), com detector de condutividade térmica (DCT)³ ou massas (EM)⁴. Neste trabalho desenvolveu-se método de determinação de nitrogênio, hidrogênio, metano e gás carbônico por CG/DCT (Shimadzu GC2010), com coluna Carboxen 1010 PLOT – Supelco e injeção manual. Os parâmetros de validação avaliados foram: linearidade (lin.), precisão do método (coeficiente de variação das áreas obtidas para as curvas de calibração - C.V.% met.), precisão instrumental (C.V.% instr. de 10 injeções de 400 µL do padrão) e limites de detecção (LD) e de quantificação (LQ)⁵. As curvas de calibração foram construídas a partir da injeção de diferentes volumes de uma composição padrão dos gases. Os volumes foram transformados em micromols, a partir da temperatura e da pressão ambientes (PV = nRT).

Resultados e Discussão

A Figura 1 representa o cromatograma obtido, com boa resolução entre os picos referentes aos gases, e 6,11 min de corrida. Na Tabela 1 estão os intervalos dos valores obtidos para os parâmetros de validação avaliados.

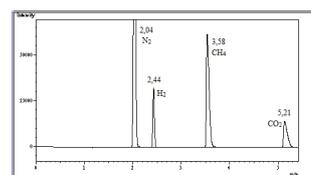


Figura 1. Cromatograma de 100 µL da mistura padrão de gases (CG/DCT); T_{inj} = 220 °C; T_{det} = 230 °C; T_{orno} = 130 °C- 135 °C (6 min), 46 °C/min. Gás de arraste: Argônio

Tabela 1. Valores (média) obtidos para os parâmetros de validação

Gás	Lin. (R ²)	CV% (met.)	CV% (instr.)	LD (µmols)	LQ (µmols)
N ₂	0,97	5,32	2,80	0,265	0,804
H ₂	0,97	5,13	1,91	0,227	0,688
CH ₄	0,97	5,23	2,29	0,204	0,619
CO ₂	0,97	5,14	2,80	0,204	0,619

Conclusões

Os parâmetros de validação atestam que este método é eficiente e adequado para a quantificação de biogás nos processos anaeróbios em reatores em batelada e contínuos, utilizando injeção manual.

Agradecimentos

Os autores agradecem à CAPES pelo auxílio concedido.

¹ Noyola, A.; Morgan-Sagastume, J. M. e López-Hernández, J. *Rev. Environ. Sci. Biotechnol.* **2006**, 5, 93.

² Maintinger, S. I.; Fernandes, B. S.; Duarte, I. C. S.; Saavedra, N. K.; Adorno, M. A. T. e Varesche, M. B. *Int. J. Hydrogen Energy.* **2008**, 33, 4309.

³ Kaosol, T. e Sohgrathok, N. *Am. J. Agric. Biol. Sci.* **2012**, 7, 494.

⁴ Scholz, V. e Ellner, J. *J. Sust. En. Environ. (Special Issue).* **2006**, 5, 93.

⁵ Ribani, M.; Bottoli, C. B. G., Collins, C. H., Jardim, I. C. S. F. e Melo, L. F. C. *J. Quim. Nova.* **2004**, 5, 771.