

# DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO DE ÁCIDOS ORGÂNICOS VOLÁTEIS EM EFLUENTES DE REATORES ANAERÓBIOS POR HPLC-DAD<sup>1</sup>

Maristela B. R. Cerqueira<sup>2</sup>, Adriana N. Dias<sup>3</sup>, Sergiane S. Caldas<sup>4</sup>, Fabiane P. Costa<sup>5</sup>, Fabrício B. Santana<sup>6</sup>, Ednei G. Primei<sup>7</sup>

## Introdução

O tratamento anaeróbio envolve processos metabólicos complexos com a formação de diversos produtos intermediários, dentre eles os ácidos orgânicos voláteis, por exemplo, os ácidos acético, propiônico e butírico. O monitoramento desses ácidos torna-se imprescindível, já que o pH pode influenciar na velocidade de produção de metano ou de intermediários como hidrogênio. Este trabalho tem como objetivo desenvolver um método empregando HPLC-DAD para determinar ácidos orgânicos voláteis em efluentes de reatores anaeróbios.

## Metodologia

Foram preparadas soluções estoque dos ácidos em água ultrapura com concentrações de 1000 mg L<sup>-1</sup>. Para a otimização cromatográfica foram realizadas diluições resultando nas soluções trabalho de 300; 150; 120; 60; 30; 15 e 7,5 mg L<sup>-1</sup>.

O sistema cromatográfico utilizado foi composto por bomba 600, detector por Arranjo de Diodos 2996, sistema de aquisição de dados Empower PDA software (Waters). Para avaliar a separação dos compostos foram testadas diferentes colunas, proporções e vazões de fase móvel.

## Resultados e Discussão

As condições cromatográficas otimizadas foram coluna C18 Waters Spherisorb (4,6 x 150 mm, 5 $\mu$ ), fase móvel composta por Água ultrapura acidificada a pH 3,0 com H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 1:1 (v/v) e Metanol (90:10) (v/v) com vazão de 1 mL min<sup>-1</sup> e detecção em 220 nm. Nessas condições os tempos de retenção dos ácidos acético, propiônico e butírico foram respectivamente 2,30, 3,92 e 8,69 minutos.

Como observado no cromatograma (Figura 1) as condições otimizadas resultaram em um tempo total de análise de 10 minutos, com boa separação entre os compostos. A identificação dos compostos foi realizada com base no tempo de retenção e nos espectros de absorção para os quais também foi verificada a pureza do pico cromatográfico.

<sup>1</sup> Projeto: Desenvolvimento e Avaliação do Processo de Embolsamento de Resíduos Sólidos

<sup>2</sup> Estudante do Curso de Química Licenciatura da Universidade Federal do Rio Grande; e-mail: [mariscerqueira@hotmail.com](mailto:mariscerqueira@hotmail.com)

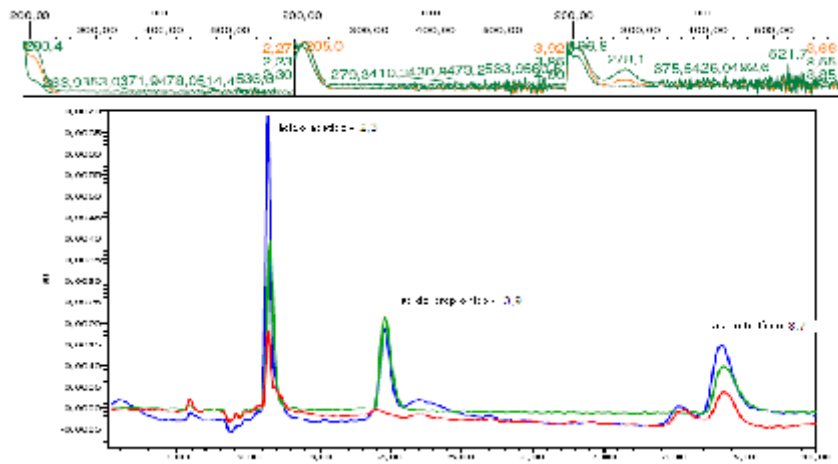
<sup>3</sup> Mestranda do Programa de Pós-Graduação em Química Tecnológica Ambiental da Universidade Federal do Rio Grande; e-mail: [adrianafurg@yahoo.com.br](mailto:adrianafurg@yahoo.com.br)

<sup>4</sup> Mestre em Química – Laboratório de Análises de Compostos Orgânicos e Metais – Universidade Federal do Rio Grande; e-mail: [sergianecaldas@hotmail.com](mailto:sergianecaldas@hotmail.com)

<sup>5</sup> Estudante do Curso de Química Licenciatura da Universidade Federal do Rio Grande; e-mail: [fabipinhocosta@hotmail.com](mailto:fabipinhocosta@hotmail.com)

<sup>6</sup> Professor – Escola de Química e Alimentos – Universidade Federal do Rio Grande; e-mail: [fabriciobutierrez@uol.com.br](mailto:fabriciobutierrez@uol.com.br)

<sup>7</sup> Professor – Escola de Química e Alimentos – Universidade Federal do Rio Grande; e-mail: [dqmednei@furg.br](mailto:dqmednei@furg.br)



**Figura 1.** Cromatogramas do branco da amostra (vermelho), mistura dos padrões 60 mg L<sup>-1</sup> (verde) e amostra com adição da mistura dos padrões 60 mg L<sup>-1</sup> (azul) e os espectros de absorção de cada composto.

Os parâmetros avaliados no processo de validação foram: limites de detecção e quantificação, curva analítica, linearidade, precisão e exatidão.

Os limites de detecção e quantificação foram de 3,75 e 7,5 mg L<sup>-1</sup> para os ácidos acético e propiônico respectivamente e 7,5 e 15 mg L<sup>-1</sup> para o ácido butírico.

As curvas analíticas para os ácidos acético e propiônico apresentaram linearidade dentro da faixa de 7,5 até 300 mg L<sup>-1</sup> e para o ácido butírico de 15 até 300 mg L<sup>-1</sup> com valores de  $r^2 > 0,998$ . Os valores de exatidão pelo método de adição padrão obtidos foram entre 98 e 103% com RSD < 13% para o ácido acético; 105 e 120% com RSD < 18% para o ácido propiônico entre 96 e 102% com RSD < 9% para o ácido butírico.

## Conclusões

Os resultados obtidos para os parâmetros de validação permitem concluir que o procedimento proposto para a análise de ácidos orgânicos voláteis é rápido e eficiente, portanto pode ser empregado para analisar amostras de efluentes de reatores anaeróbios.

## Agradecimentos

A FURG, CNPq (PIBIC), Petrobras, SCT-RS.

## Referência

<sup>1</sup>Fernandes, B. S. *Produção de hidrogênio em reator anaeróbio de leito fixo*. 2008. 115p. Tese (Doutorado em Engenharia) – USP, São Carlos, SP