



OTIMIZAÇÃO DE PROTOCOLO PARA A DETERMINAÇÃO ELEMENTAR DE CL, N E S EM BIOCHAR DE BIOMASSA LIGNOCELULÓSICA

Emilly Schüller de Lima^{1*} (IC); Alice Penteado Holkem² (PG); Thalyta Fonseca Silva³ (PG); Raquel C. Kuhn³ (PQ); Fábio A. Duarte^{2,4} (PQ); Paola de Azevedo Mello^{2,4} (PQ). Email: emilly.lima@acad.ufsm.br*

¹Graduação em Química Industrial; ²Programa de Pós-Graduação em Química; ³Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química;

⁴Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria

Palavras Chave: Biochar, Pirólise, Determinação elementar; Análise direta de sólidos.

Introdução

O *biochar* é um material constituído majoritariamente por carbono, oriundo da pirólise de biomassa, com alta estabilidade e porosidade. O *biochar* pode ser utilizado como combustível, no tratamento de efluentes, no aprimoramento da qualidade de solos, como adsorvente, entre outros¹. No entanto, para avaliar as possíveis aplicações, é preciso caracterizá-lo. Dentre os parâmetros relevantes, destaca-se o teor de Cl, de N e de S, relacionados com a reatividade do *biochar* e possíveis alterações no ciclo do N no solo². Adicionalmente, esses elementos podem influenciar em processos atrelados à combustão. Neste contexto, o presente estudo tem como objetivo o desenvolvimento e validação de um método para a determinação de Cl, N e S em amostras de *biochar* da pirólise rápida de biomassas lignocelulósicas.

Resultados e discussão

O estudo foi desenvolvido utilizando um analisador elementar (modelo Multi EA 5000®, Analytik Jena, Alemanha). O analisador possui módulo para detecção condutométrica de Cl (por microcoulometria), e detecção de N (por quimioluminescência) e de enxofre (por fluorescência UV). Visando a otimização do método, foi avaliada a reprodutibilidade dos experimentos. Para isto, foram monitoradas as intensidades dos sinais de Cl, N e S para dez repetições de uma amostra de *biochar*, em duas faixas de massa (1 a 2 mg ou 7 a 8 mg). Os parâmetros experimentais gerais tais como a temperatura, o tempo de combustão, a vazão de argônio e a vazão de oxigênio foram definidos conforme um método disposto na literatura³. Nesses experimentos o desvio padrão relativo (RSD) foi inferior a 25% demonstrando a reprodutibilidade dos experimentos, indiferente da massa de amostra utilizada ou do analito monitorado. Posteriormente, foi avaliada a significância da massa de amostra, do tempo de combustão, da temperatura do forno, da vazão de argônio e da vazão de oxigênio, utilizando um planejamento experimental fatorial do tipo 2⁵⁻¹. No

decorrer dos experimentos foi observado um resíduo de *biochar* na plataforma em experimentos conduzidos em menor temperatura do forno (900 °C) ou em menor tempo de combustão (10 s), com redução da intensidade dos sinais. Os resultados foram avaliados com o software StatSoft Statistica (StatSoft Statistica Software, Oklahoma, EUA, versão 10.0), onde foi verificado que essas variáveis foram significativas para os três analitos. Sendo assim, foi feito um planejamento composto central rotacional (DCCR) com pontos axiais, para avaliar os efeitos lineares e quadráticos da temperatura do forno (900 a 1100 °C), do tempo de combustão (10 a 900 s) e da vazão de oxigênio (50 a 200 mL min⁻¹), bem como possíveis interações. A massa de *biochar* e a vazão de argônio foram fixados em 5 mg e 100 mL min⁻¹, respectivamente. A exatidão do método proposto foi avaliada usando o material de referência (NIST 1632 A, carvão) e por comparação de resultados com os obtidos através de análise por outras técnicas, como por espectrometria de emissão óptica (ICP-OES) após preparo de amostras por combustão iniciada por micro-ondas (MIC).

Conclusões

O método desenvolvido apresentou exatidão e precisão adequadas, agregando vantagens como a simplicidade (é necessário fazer apenas a pesagem da amostra), reprodutibilidade, frequência analítica satisfatória, podendo ser aplicado para a caracterização de amostras de *biochar* quanto aos teores de Cl, N e S.

Agradecimentos

FAPERGS, UFSM, Bio Value, PRH ANP 52.1 e CAPES.

Referências e notas

- (1) HUANG, H. *et al.* J Anal Appl Pyrolysis. 125 (2017) 61-68.
- (2) WEI, S. *et al.* Chemosphere. 218 (2019) 624-631.
- (3) SILVA, Jussiane S. *et al.* A solid sampling approach for direct determination of Cl and S in flour by an elemental analyzer. **Food Chemistry**, v. 344, p. 128671, 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814620325334>. Acesso em 24 de jul de 2024.