



Voltar

Desenvolvimento de Metodologia para a Análise de pureza do Hidrogênio Utilizado na Célula a Combustível via Cromatografia a gás – GC/FID e GC/TCD

**Priscila Oliveira Amaral e Oscar Vega Bustilhos
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN**

INTRODUÇÃO

O presente trabalho apresenta as atividades realizadas pelo laboratório "Reforma de gases para produção de Hidrogênio" no período de Abril 2012 até Junho 2013 pelo projeto de pesquisa de iniciação científica, denominada "Análise da pureza do hidrogênio utilizado nas células à combustível no Laboratório de pesquisas e produção de Hidrogênio" que esta localizado no Centro de Células à Combustível e Produção de Hidrogênio CCCH do IPEN. A Cromatografia a gás (GC) é considerada um dos processos de separação de compostos químicos eficazes na química analítica [1]. A cromatografia tem sido utilizada não apenas para a separação, mas também para a qualificação e quantificação dos compostos analisados. A técnica da cromatografia foi utilizada para a detecção e quantificação do hidrogênio na produção do mesmo, denominado "Reforma de Gases" que será utilizado em células á combustível. Todo GC esta constituído de três partes:

METODOLOGIA

A cromatografia a gás utiliza os seguintes gases: H₂, N₂, O₂ e ar sintético. Entre os gases, utilizados para manter o cromatógrafo ligado, têm-se N₂, H₂ e o Ar Sintético para o detector de ionização de chama (Flame Ionization Detector - FID). O gás argônio é usado para manter o detector de condutividade térmica (Thermal Conductivity Detector - TCD) funcionando e também é usado como gás de arraste para os compostos que necessitam ser analisados. Em geral o tempo de uma análise varia conforme a temperatura inicial e final e a rampa de temperatura. O padrão de hidrogênio usado atualmente é uma corrida de 14 minutos, com uma temperatura inicial de 50°C e a temperatura final é de 150°C. O padrão de nitrogênio tem uma temperatura inicial de 70°C e a temperatura final de 150°C. Ambas as análises ocorrem com uma rampa de 10° C por minuto e um tempo de estabilização de 2 minutos. no começo e no fim.

injetor, coluna e detector. [1]

OBJETIVO

O objetivo deste trabalho é determinar a eficácia nas análises da cromatografia a gás, para a identificação de hidrogênio, nitrogênio, oxigênio e misturas H₂/N₂ e H₂/N₂/O₂. Os objetivos específicos são: a exploração dos detectores de condutividade térmica (DCT), e o de ionização de chama (DIC), a avaliação e quantificação das amostras analisadas e, por fim, a análise quantitativa do hidrogênio e CO₂ a partir de uma mistura padrão.

A partir dos cromatogramas, foi possível verificar as áreas de cada uma das porcentagens de hidrogênio, a partir de um gráfico que relaciona as áreas do cromatograma e as porcentagens de hidrogênio utilizadas.

A análise qualitativa do hidrogênio nas porcentagens de 50% e a análise qualitativa do nitrogênio 80% pode ser vista nas figuras 1 e 2.

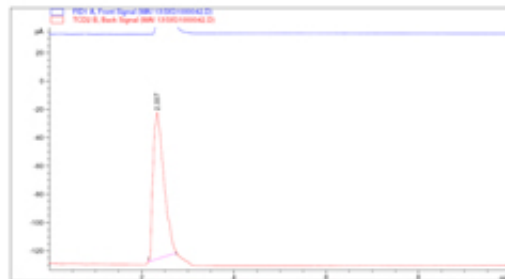
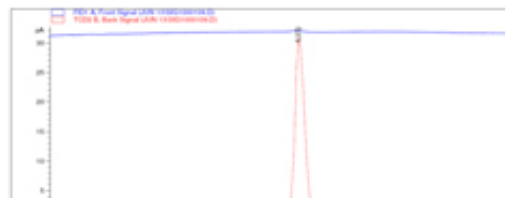


Figura 1 – Cromatograma da análise de hidrogênio (50%) com o detector TCD



A curva de calibração é um recurso utilizado para estabelecer uma relação entre a resposta do instrumento, neste caso a área, e a concentração do analito, presente na amostra, ela é obtida a partir de um determinado número de análises cromatográficas que se utilizam de um gás padrão, gás de concentração conhecida, para fazer a determinação de amostras com concentrações desconhecidas.

RESULTADOS



Figura 4 – Gráfico que relaciona a porcentagem de Nitrogênio e sua área no cromatograma

A partir da equação do gráfico, é possível verificar a porcentagem de hidrogênio e nitrogênio nas próximas análises levando em consideração a área do cromatograma realizado.

CONCLUSÕES

Durante o tempo decorrido desde o início deste projeto, foi possível avaliar a eficácia da cromatografia a gás na separação de vários compostos, além do hidrogênio. Sua praticidade na detecção dos compostos é indiscutível. O desenvolvimento de uma curva de calibração adequada é essencial para a quantificação de compostos com o



Figura 2– Cromatograma da análise de nitrogênio (80%) com o detector TCD

Considerando a média das áreas para cada um dos cilindros, foi feito um gráfico que relaciona a porcentagem de cada gás com a área do cromatografo.



Figura 3 – Gráfico que relaciona a porcentagem de Hidrogênio e sua área no cromatograma.

gás hidrogênio e será de extrema importância para as próximas análises.

O futuro trabalho é verificar a eficácia das curvas de calibração realizadas, nos experimentos que são realizados futuramente.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] DEGANI, A.L.G.; CASS Q.B.; VIEIRA, P.C. Cromatografia: um breve ensaio. **Química Nova na escola**. N° 7. Maio 1998.

[2] COLLINS, C. H.; BONATO, P. S.; BRAGA, G. L. Introdução a Métodos Cromatográficos. 6º Ed. Editora Unicamp, Campinas, 1995

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

Agradecemos o apoio financeiro do CNPq e do IPEN.

[Voltar](#)