

Boletín Usuarios SPME



RESEARCH ESSENTIALS

Customized Account Management

SAFC

Consistency and Flexibility

RESEARCH SPECIALTIES

Broad Product Offering

RESEARCH BIOTECH

Innovation First to Market



e-boletín nº 4; año 2008.

Editor Dr. Nour Kayali.

ARTÍCULO MIEMBRO DEL CLUB SPME

ANÁLISIS RÁPIDOS DE OLORES PROCEDENTES DEL COMPOSTAJE MEDIANTE SPME-GC-MS.

Cid, Josep¹; Mocholí, Francisco²

¹ SOCIOENGINYERIA, S.L.

C/Alexander Bell, 79, 2º

08224-TERRASSA (Barcelona)

Tel./Fax: 93 7884797

E-mail: socioenginyeria@telefonica.net

Web: www.malosolores.es

² SOLUCIONES ANALÍTICAS INSTRUMENTALES, S.L. (SAILab)

C/ Argenters, 5, Ed. I, Bajos D

08290-CERDANYOLA DEL VALLÈS (Barcelona)

Tel.: 93 5820292

Fax : 935820275

E-mail: fm@sailab.es

Web: www.sailab.es

1. Introducción

Para que una actividad de compostaje de lodos de una Estación Depuradora de Aguas residuales (EDAR) o de la Fracción Orgánica de Residuos Municipales (FORM) funcione sosteniblemente debe demostrar que la afectación socio ambiental en el entorno más cercano es mínima, inevitable o asumible. El vector de mayor impacto es sin duda el de los malos olores por lo que es necesario desarrollar indicadores objetivos de la incidencia social de este vector. Los análisis químicos de los compuestos marcadores de olor pueden ayudar en la interpretación de las relaciones causa-efecto antes de adoptar medidas correctoras (p.e. eficiencia de un biofiltro), permiten establecer la contribución de las plantas de compostaje a la molestia percibida por los vecinos/as, así como evaluar el rendimiento de sus sistemas de desodorización. Por lo tanto ésta técnica es, asimismo, una excelente herramienta para modificar el diseño de este tipo de plantas (biofiltros, plantas de compostaje, etc.) para conseguir los resultados esperados.



2. Toma de muestras con SPME

La metodología de muestreo y análisis químico ha sido desarrollada conjuntamente por SOCIOINGINIERIA, S.L. y el laboratorio de SAILAB. El objetivo principal de estas analíticas era el de evaluar las eficiencias de los siguientes procesos: a) compostaje de lodos EDAR en una planta con canales aireados y volteo mecánico, b) compostaje de FORM en una planta con trincheras y pilas aireadas sin volteo y c) sistema de desodorización (lavador+biofiltro) en una planta de compostaje en túneles cerrados de lodos EDAR y FORM.

La toma de muestras en corrientes de aire se lleva a cabo mediante microextracción en fase sólida (SPME), utilizando fibras de Carbowax/Polidimetilsiloxano (CAR/PDMS) de 75 μm , previamente acondicionadas a 300 $^{\circ}\text{C}$, y almacenadas en ambiente de nitrógeno. El tiempo de muestreo empleado para el compostaje en abierto fue de 24 h, dado que se quería obtener un valor global de los períodos con/sin actividad, mientras que para el compostaje en túneles se tomaron tres muestras simultáneamente durante la fase crítica (higienización a 65-75 $^{\circ}\text{C}$) en:

- salida canalizada del túnel de compostaje (20 min.)
- entrada canalizada del biofiltro/salida del lavador (45-60 min.)
- salida canalizada del biofiltro (60-90 min.) a 10 cm. debajo de la superficie

El biofiltro funciona mediante plenum en sentido vertical y en su parte inferior (1 m) está relleno con corteza de pino. La parte superior (0,5 m) está rellena con restos de poda ya compostada.

3. Análisis GC-MS

Las muestras se procesan en el laboratorio el mismo día o al siguiente. Las fibras SPME (Sigma-Aldrich, Supelco) se desorben tres minutos a 250 $^{\circ}\text{C}$ en un inyector sin división de flujo Varian 1077 y se analizan en un cromatógrafo de gases Varian 3400CX acoplado a un espectrómetro de masas Varian Saturn 3. La columna utilizada es una VF-5MS 30m x 0,25mm x 0,25 μm , y la programación de temperatura: 40 $^{\circ}\text{C}$ (5') hasta 300 $^{\circ}\text{C}$ (5') a 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min.}$, con He (1 ml/min.) como gas portador. El GC/MS trabaja con impacto electrónico (EI) a 70eV, realizando un barrido en el intervalo 40 a 400 uma a 0,6 s/scan. Las temperaturas de la trampa iónica y de la interfase fueron de 220 $^{\circ}\text{C}$ y 280 $^{\circ}\text{C}$, respectivamente. La identificación de los distintos analitos se realiza mediante un método automatizado desarrollado para este trabajo, con la ayuda de la NIST 05.

4. Resultados

4.1. Compostaje abierto de lodos EDAR

En la Figura 1 se muestran los cromatogramas obtenidos al inicio (1 día) y al final (14 días) del proceso de compostaje de lodos EDAR en canales abiertos aireados.



Boletín Usuarios SPME

e-boletín nº 4, año 2008. Editor Dr. Nour Kayali. Patrocinador Sigma-Aldrich Química

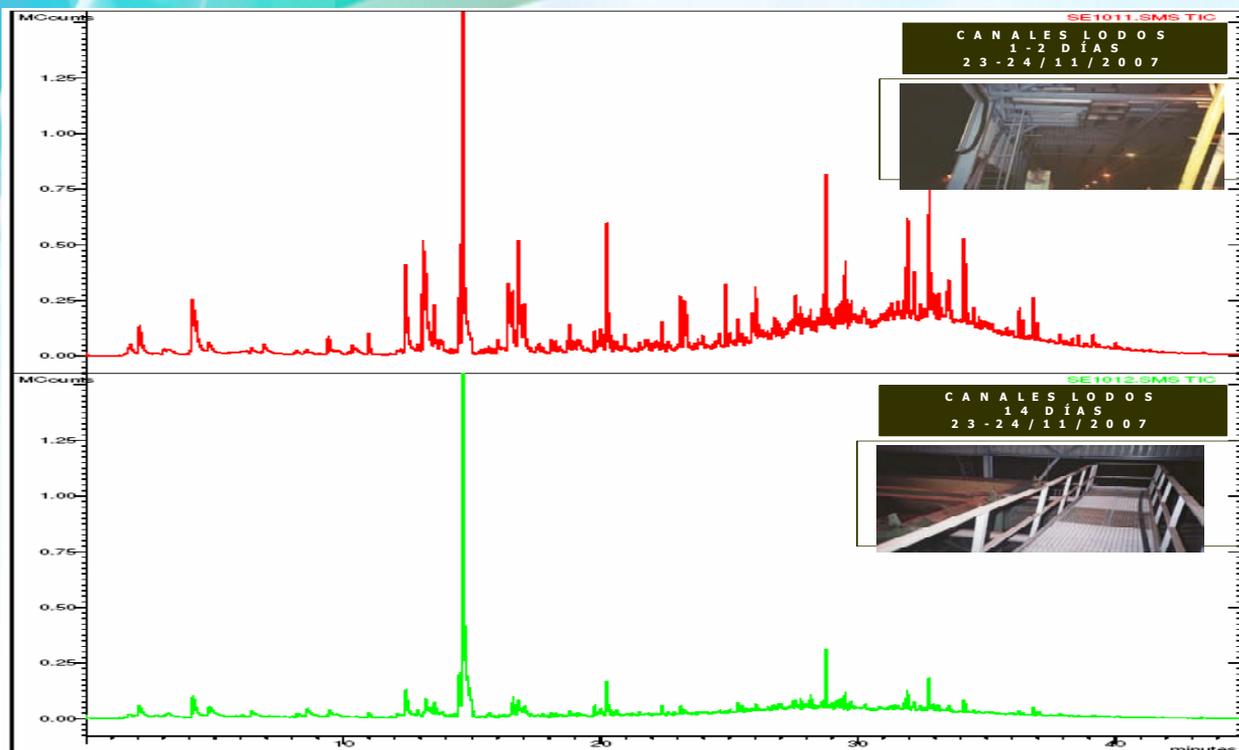


Figura 1. Cromatogramas de las muestras representativas del compostaje de lodos EDAR

En la Tabla 1 se presentan en orden correlativo los 10 compuestos mayoritarios para cada muestra. Los que son emitidos al final del proceso de compostaje se acompañan de su umbral de detección de olor en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ y su clasificación (Clase I: $<10 \mu\text{g}/\text{m}^3$, Clase II: $10\text{-}500 \mu\text{g}/\text{m}^3$ y Clase III: $>500 \mu\text{g}/\text{m}^3$).

Tabla 1. Compuestos mayoritarios en el compostaje de lodos EDAR y potencial odorífero

	INICIO 1-2 DÍAS	FINAL 14 DÍAS	UMBRAL DE OLOR ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Clase
1	Fenol	Alcohol benzílico	30	II
2	Disulfuro de dimetilo	o-cimeno	4	I
3	Trisulfuro de dimetilo	Disulfuro de dimetilo	0,1	I
4	Alcohol benzílico	Tolueno	600	III
5	Limoneno	Acetil mercaptano	0,2	I
6	o-cimeno	Pentano	350000	III
7	p-cresol	Trisulfuro de dimetilo	6	I
8	Acetil mercaptano	Etilbenceno	400	II
9	2,4-Dimetilestireno	m-p-xileno	700	III
10	Indol	beta-mirceno	130	II

4.2 Compostaje abierto de FORM

En la Figura 2 se muestran los cromatogramas obtenidos en la fase final de descomposición (10-14 días) y al final de la maduración (50-60 días) para el compostaje de FORM.

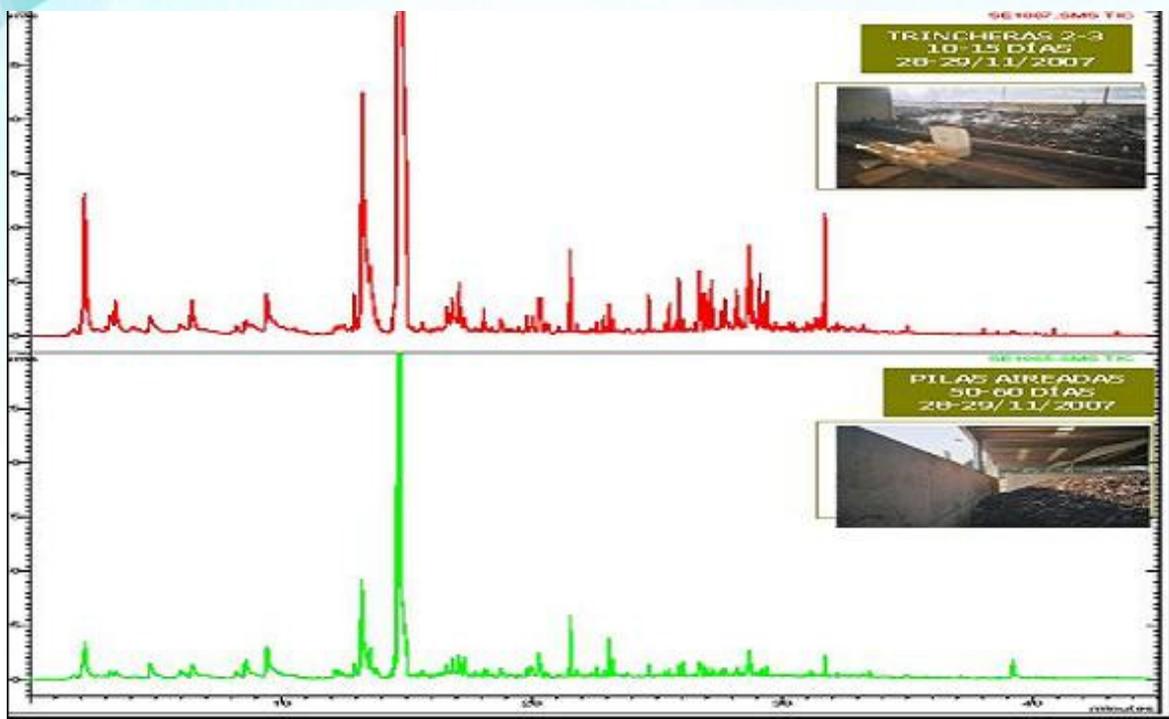


Figura 2. Cromatogramas de las muestras representativas del compostaje de FORM

Tabla 2. Compuestos mayoritarios en el compostaje abierto de FORM y potencial odorífero

	INICIO 14 DÍAS	FINAL 50-60 DÍAS	UMBRAL DE OLOR (ug/m3)	Clase
1	Limoneno	Limoneno	10	I
2	Furan, 2-pentilfurano	Alcohol benzílico	30	II
3	Alcohol benzílico	1-metil-2-(1-metiletil)-benceno		
4	1-metil-2-(1-metiletil)-benceno	Furan, 2-pentilfurano	91	II
5	beta-mirceno	beta-mirceno	130	II
6	Tolueno	Tolueno	600	III
7	Metil timol éter	m-p-xileno	700	III
8	Fenol	Etilbenceno	400	II
9	m-p-xileno	Metil timol éter	61	II
10	Etilbenceno	Pentano	350000	III

Boletín Usuarios SPME

e-boletín nº 4, año 2008. Editor Dr. Nour Kayali. Patrocinador Sigma-Aldrich Química

La Tabla 2 muestra en orden correlativo los 10 compuestos mayoritarios para cada muestra. En la Figura 3 se muestran conjuntamente las eficiencias de desodorización (%) globales y por familia química para el compostaje abierto de FORM y lodos EDAR

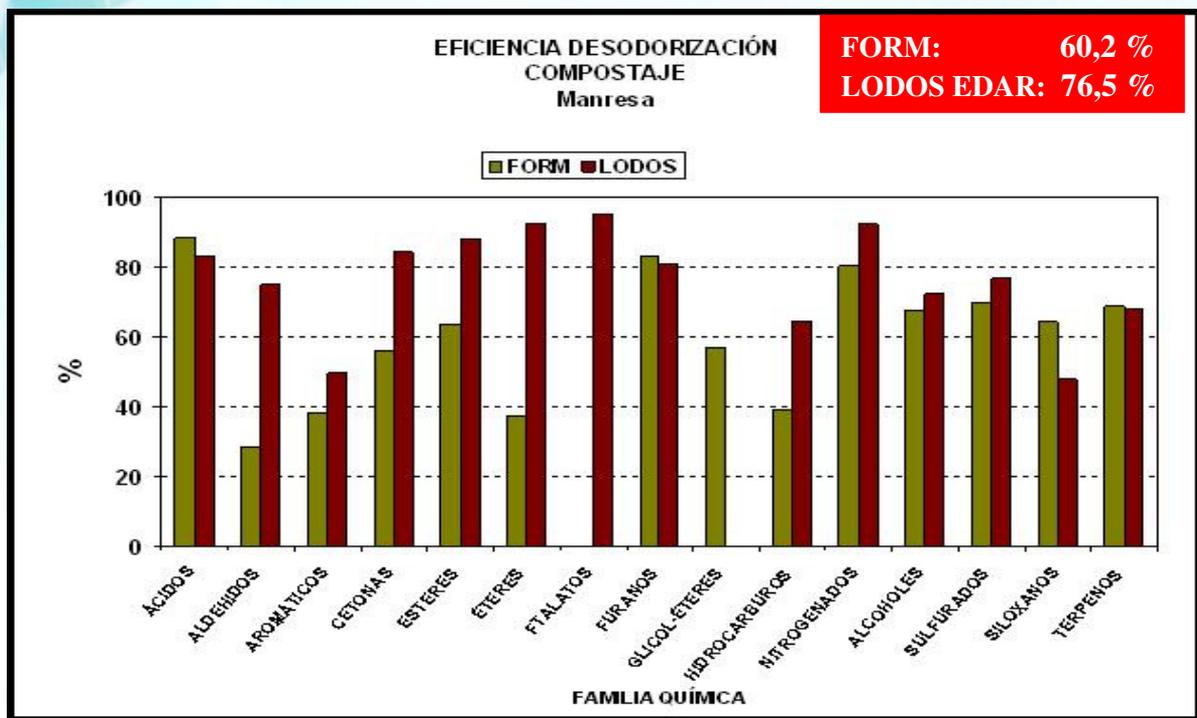


Figura 3. Eficiencias (%) globales de desodorización en el compostaje de FORM y lodos EDAR

4.3 Compostaje en túneles de FORM y lodos EDAR

En las Figuras 4 y 5 se muestran los cromatogramas obtenidos en el muestreo simultáneo a la salida del túnel de compostaje, a la salida del lavador de gases y a la posterior salida del biofiltro para la higienización de FORM y de lodos EDAR, respectivamente.

Boletín Usuarios SPME

e-boletín nº 4, año 2008. Editor Dr. Nour Kayali. Patrocinador Sigma-Aldrich Química

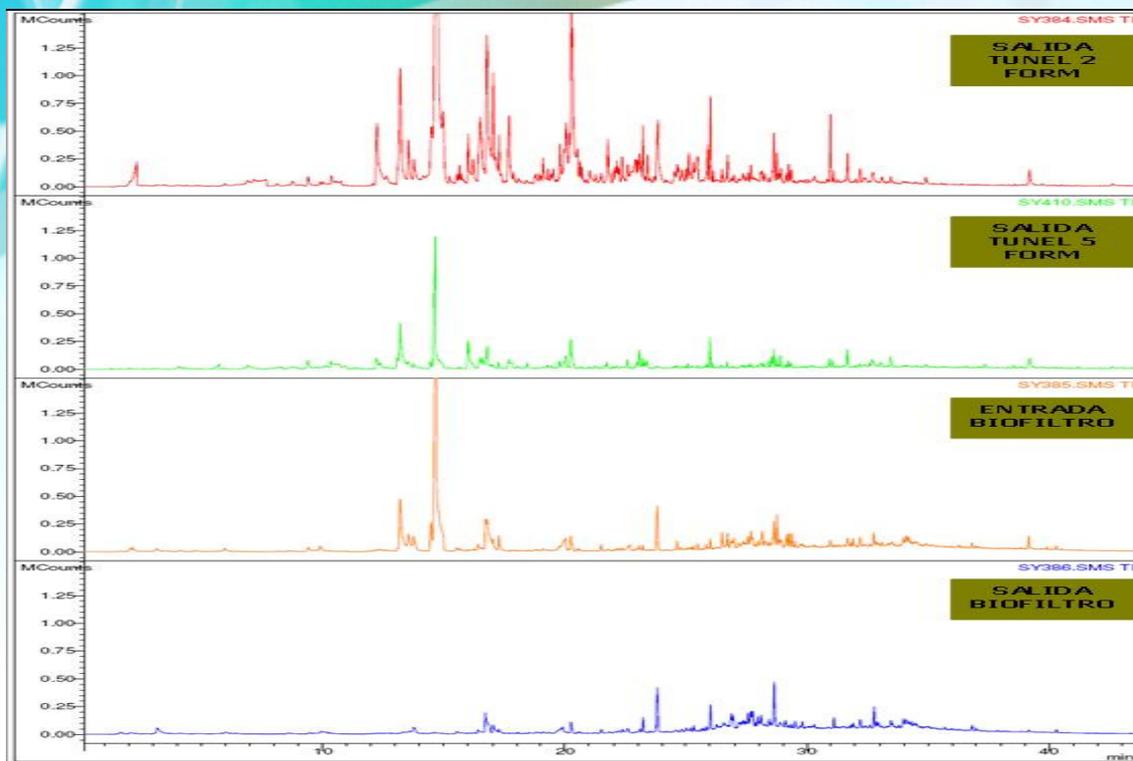


Figura 4. Cromatogramas de las muestras simultáneas en la higienización de FORM

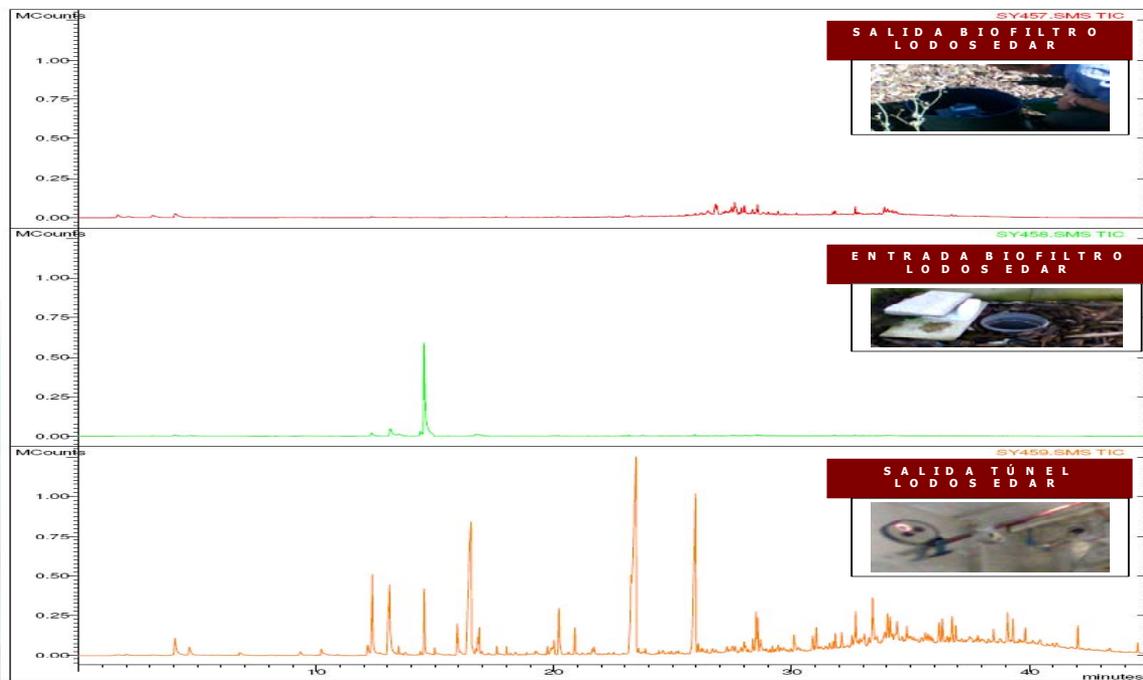


Figura 5. Cromatogramas de las muestras simultáneas en la higienización de lodos EDAR

Boletín Usuarios SPME

e-boletín nº 4, año 2008. Editor Dr. Nour Kayali. Patrocinador Sigma-Aldrich Química

Los compuestos que son emitidos a la salida del biofiltro se acompañan de su umbral de detección de olor en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ y su clasificación (Tabla 3). Las eficiencias calculadas para las distintas familias químicas tanto para el lavador de gases (Figura 6) como para el biofiltro (Figura 7) permiten concluir que la eficiencia promedio del sistema de desodorización es del 90% con lo que de existir algún impacto por olores en el entorno éste debería ser de poca intensidad dado el bajo nivel de emisión medido para las familias de mayor potencial odorífero: sulfurados, nitrogenados, ácidos carboxílicos y aldehídos.

Tabla 3. Compuestos mayoritarios en la higienización de lodos industriales y EDAR

	SALIDA TÚNEL	ENTRADA BIOFILTRO	SALIDA BIOFILTRO	UMBRAL OLOR	
	LODOS INDUSTRIALES	LODOS INDUSTRIALES	LODOS INDUSTRIALES	($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Clase
1	Indol	Ácido ftálico	Disulfuro de dimetilo	0,1	I
2	Skatol	Disulfuro de dimetilo	o-Xileno	770	III
3	Fenol	Tolueno	m+p-Xileno	700	III
4	p-Cresol	Trisulfuro de dimetilo	Ácido ftálico	7	I
5	Trisulfuro de dimetilo	p-Cimeno	Trisulfuro de dimetilo	6	I
6	Ácido ftálico	2-Pentilfurano	2-Etilfurano	91	II
7	2,2-Dihidroxiacetofenona	o-Xileno	Etilbenceno	400	II
8	1-Metil-4-propilbenceno	m+p-Xileno	1-Etil-3-metil-benceno	150	II
9	Disulfuro de dimetilo	beta-Mirceno	Tolueno	600	III
10	Musk 36A (versalide)	1-Etil-3-metil-benceno	Ácido pentanoico	1,1	I

	SALIDA TÚNEL	ENTRADA BIOFILTRO	SALIDA BIOFILTRO	UMBRAL OLOR	
	LODOS EDAR	LODOS EDAR	LODOS EDAR	($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Clase
1	Indol	Limoneno	Disulfuro de dimetilo	0,1	I
2	Skatol	p-Cimeno	2-Etilfurano	91	II
3	p-Cresol	2-Pentilfurano	Sulfuro de dimetilo	2,5	I
4	Fenol	Trisulfuro de dimetilo	Dodecanal	20	II
5	Trisulfuro de dimetilo	beta-Mirceno	Musk 36A (versalide)		I
6	2,2-Dihidroxiacetofenona	Tolueno	Trisulfuro de dimetilo	6	I
7	1-Methyl-4-propylbenzene	Disulfuro de dimetilo	o-Xileno	770	III
8	Disulfuro de dimetilo	2,4-Dimetilestireno	m+p-Xileno	700	III
9	Musk 36A (versalide)	Decano	1-Etil-3-metil-benceno	150	II
10	Tolueno	Dodecano	Tolueno	600	III

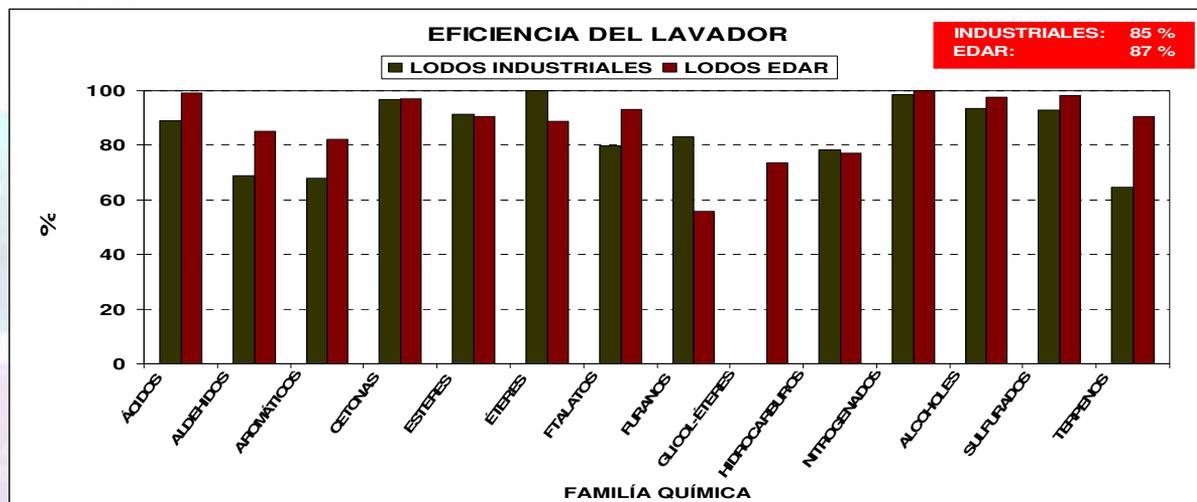


Figura 6. Eficiencias (%) del lavador de gases en la higienización de lodos industriales y EDAR

Boletín Usuarios SPME

e-boletín nº 4, año 2008. Editor Dr. Nour Kayali. Patrocinador Sigma-Aldrich Química

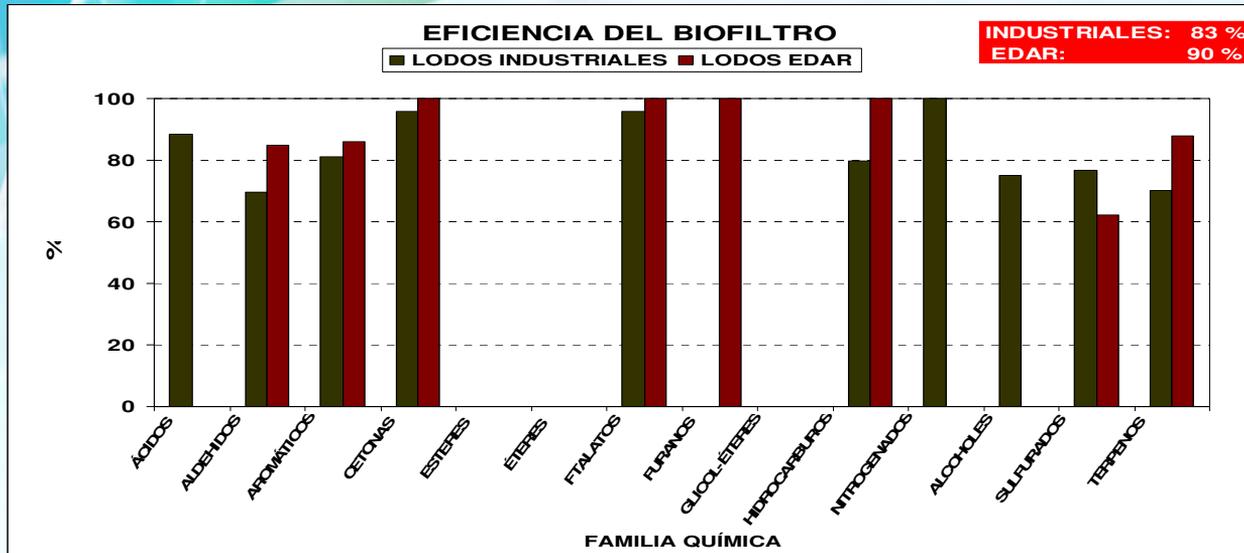


Figura 7. Eficiencias (%) del biofiltro en la higienización de lodos industriales y EDAR

Se puede comprobar por ejemplo, que el indol, el skatol y el p-cresol, los tres especialmente ofensivos, son eliminados perfectamente por el sistema de desodorización (Figura 8).

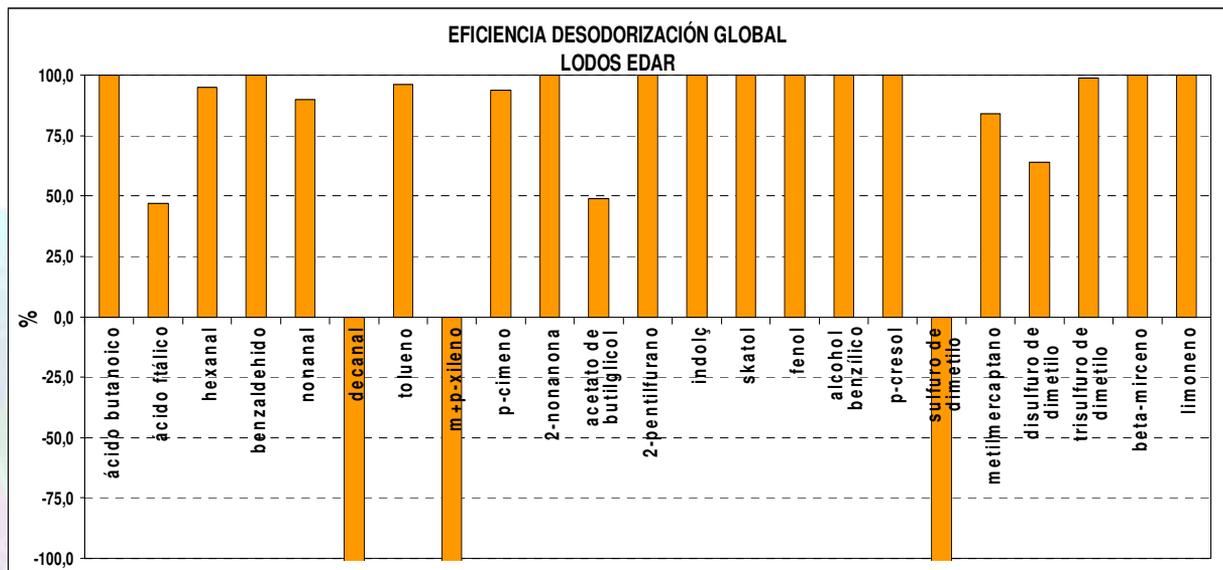


Figura 8. Eficiencias (%) individuales de desodorización en la higienización de lodos EDAR

5. Conclusiones

En el presente trabajo, se ha demostrado la utilidad práctica de la metodología SPME-GC-MS para la evaluación rápida de la eficiencia global de los sistemas de desodorización (lavador + biofiltro) para una planta de compostaje en túneles o del proceso global de compostaje abierto de FORM y lodos EDAR.

PRÓXIMOS CONGRESOS

Chirality 2008
ISCD-20
20TH INTERNATIONAL
SYMPOSIUM ON CHIRALITY

July 6–9, 2008
Geneva, Switzerland



GDCh
GESELLSCHAFT
DEUTSCHER CHEMIKER



SCM-4

Fourth International Symposium on Separation and Characterization of Natural and Synthetic Macromolecules

Symposium organized under the auspices of the Royal Dutch Chemical Society

Rhône Congress Centre, Amsterdam,
January 28th – 30th, 2009

