

UTILIZAÇÃO DA CAFEÍNA COMO INDICADOR DE CONTAMINAÇÃO POR ESGOTO DOMESTICO NO AÇUDE BODOCONGÓ EM CAMPINA GRANDE – PB

Cinthia Sany França Xavier; Neyliane Costa de Souza;

Universidade Estadual da Paraíba, cinthiasany@gmail.com; Universidade Estadual da Paraíba- neylianead@gmail.com

1. OBJETIVOS

O principal objetivo deste trabalho é avaliar a contaminação por esgoto doméstico do açude Bodocongó em Campina Grande na Paraíba, através de um marcador químico de poluição a cafeína.

Como Objetivos específicos podem ser destacados:

1. Determinar a cafeína em águas naturais como marcador químico de poluição.
2. Caracterizar a qualidade da água do açude Bodocongó, através de parâmetros físico-químicos.
3. Desenvolver metodologia de determinação de cafeína através de espectrofotometria por UV-VIS.

2. METODOLOGIA UTILIZADA

A metodologia foi desenvolvida na cidade de Campina Grande, no laboratório de pesquisa em ciências ambientais – LAPECA/UEPB. As amostras foram coletadas no açude Bodocongó, localizado na área urbana da mesma cidade, onde tem a contribuição de esgotos sanitários e/ou industriais. As coletas aconteceram no período da manhã, seguindo as práticas de coletas de água superficiais. Também foram realizadas análises *in loco* de oxigênio dissolvido e temperatura, através de oxímetro portátil.

• *Materiais e equipamentos*

Materiais: Béqueres; Balões volumétricos (20, 25, 50,100 mL e 1L); Funil de separação (500 e 250 mL); erlenmeyers (150 mL); bureta; funil de vidro e frascos de vidros (10, 20 mL e 1L); pipetas volumétricas; funil de Buchner; filtros de fibra de vidro 0,45 µm; Padrões analíticos: cafeína; Solventes: Diclorometano; clorofórmio; água deionizada.

Equipamentos: Espectrofotômetro UV/VIS; Oxímetro portátil; pHmetro; turbidímetro; condutímetro; rota evaporador.

- ***Desenvolvimento da metodologia***

- ***Revisão da literatura e Determinação analítica***

A fundamentação teórica da pesquisa foi realizada a partir de publicações relativas ao tema, coletadas em diversas fontes, já os procedimentos adotados foram baseados em alguns métodos descritos na literatura de determinação de cafeína por espectrofotometria UV/Vis, uma vez que ainda não existem métodos oficiais para análises de contaminantes emergentes em amostras ambientais. Para determinação dos parâmetros físico-químicos, foram adotadas metodologias analíticas conforme detalhamento nos itens seguintes:

- I. Caracterização Físico-Química***

Os parâmetros físico-químicos utilizados para a caracterização e monitoramento das amostras ambientais foram pH, condutividade, turbidez, OD, temperatura, alcalinidade total, DQO_t, DQO_f e Ortofosfato. A metodologia empregada foi realizada de acordo com *Standard Methods* (APHA, 2005).

- II. Preparação da amostra***

As amostras coletadas foram preparadas com Extração Líquido-Líquido (ELL), afim de concentrar o analito (cafeína). Procedeu-se com 50 a 200mL de amostra acidificada a pH 3, filtrada em filtro de fibra de vidro e depois extraída com 15mL de solvente em funil de separação. Testou-se solventes diclorometano, metanol, acetato de etila e o clorofórmio. Do coletado foi retirada a água com MgSO₄ anidro e depois filtrado. O filtrado foi seco em rota-evaporador e diluído para 10mL de clorofórmio para análise em espectrofotômetro UV-VIS.

- III. Desenvolvimento de metodologia por espectrofotometria UV-VIS.***

O método espectrofotométrico utilizado para identificação da cafeína foi adaptado de Alves e Bragagnolo (2002), e de acordo com o INSTITUTO ADOLFO LUTZ (1985), baseados na absorção característica da cafeína a 274 nm.

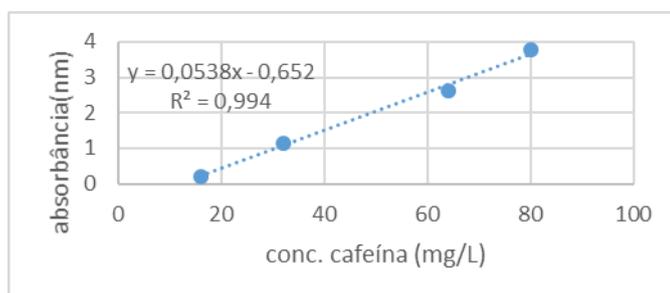
Foi construída uma curva analítica a partir de um padrão de cafeína com 98% de pureza em clorofórmio P.A. Inicialmente foram pesados em uma balança analítica 0,125g do padrão de cafeína e diluído com clorofórmio para balão volumétrico de 25 mL. Essa solução foi utilizada para construir a curva de calibração de 25, 50, 100, 125, 250 mg. L⁻¹. Após adaptações na curva analítica

foram realizados outros pontos na curva de 16, 32, 64, 80, 200 mg. L⁻¹. As análises foram realizadas em comprimento de onda de 273nm em duplicata.

RESULTADOS

Foram realizadas leituras de solução padrão em clorofórmio no espectrofotômetro na faixa de 190-350nm, onde o pico de maior absorbância foi em 273nm. Depois, foram preparados padrões de 16, 32,64 e 80ppm a partir da solução padrão de 10000ppm, realizada a leitura e construída a curva, mostrada na Figura 1.

Figura 1 - Curva analítica de calibração da cafeína.



Foram realizados ensaios de extração de cafeína com o solvente clorofórmio, metanol e diclorometano com soluções aquosas de baixa e alta concentração de 2ppm e 200ppm respectivamente. Os solventes que apresentaram duas fases foram o clorofórmio e diclorometano. No entanto, foi selecionado clorofórmio para utilização na metodologia devido aos melhores resultados de recuperação, apesar de baixos valores.

As coletas foram realizadas, a partir do momento que a metodologia foi montada, realizadas no mês de junho, julho e agosto, totalizando 5 coletas.

A Tabela 2 mostra os valores médios, máximos e mínimos dos parâmetros físico-químicos analisados nas amostras do açúcar Bodocongó.

Tabela 2- Parâmetros físico-químicos de qualidade do açúcar Bodocongó, PB.

| PARÂMETROS | UNIDADE | Mínimo | Médio | Máximo |
|--------------------------|------------------------|--------|--------|--------|
| PH | ---- | 7,34 | 7,57 | 7,91 |
| Temperatura | °C | 23,3 | 24,08 | 24,5 |
| Alcalinidade | CaCO ₃ mg/L | 464,5 | 473,25 | 482 |
| Turbidez | uT | 3,25 | 6,48 | 9,1 |
| Oxigênio Dissolvido (OD) | mgO ₂ /L | 5,9 | 7,03 | 8,2 |
| DQO | mg/L | <16 | 98,67 | 161 |
| Ortofosfato | mg/L | 0,629 | 2,06 | 2,82 |

De acordo com os valores médios apresentados na Tabela 2 para OD, pH e turbidez, verificou-se que de acordo com a resolução 357/05, o açude pode se enquadrar para classe II e III, onde para valores da portaria 2914/11 do ministério da saúde recomenda que o pH esteja entre 6,5 e 8,5.

Os valores médios de ortofosfato, estão bem acima dos valores de classe III de acordo com a 357/05, isto pode ser elucidado pelo acúmulo de matéria orgânica em decomposição proveniente das cargas poluentes que são depositadas nas margens desse açude, além de outras atividades que acontecem no entorno.

Para a identificação da cafeína, observou-se que das 5 amostras analisadas em todas se identificou a cafeína. No entanto, somente em 2 foram possíveis de quantificar, através do método proposto. O limite de detecção ficou em torno de 160ug/mL, e as amostras obtiveram valores 236ug/mL e 524ug/mL.

Os métodos e técnicas utilizados neste trabalho são bem diferentes de outros métodos já aplicados na identificação da cafeína, portanto, deve-se ainda realizar mais ensaios de desenvolvimento de metodologia para melhor identificação e quantificação da cafeína. Outros fatores também podem ter interferido na identificação da cafeína em todas as amostras, questões como a degradação e condições ambientais. Em águas superficiais continentais, os níveis de cafeína variam em função de aspectos como sazonalidade, proximidade das fontes de aporte, condições hidrológicas e padrão de consumo.

5. CONCLUSÕES

A determinação de cafeína é um promissor traçador de atividade antrópica. Este parâmetro serve tanto como complemento para as análises físico-químicas tradicionais, quanto como ferramenta única no monitoramento da qualidade da água.

Os métodos e técnicas utilizados neste trabalho na identificação da cafeína, foram satisfatórios, no entanto, deve-se ainda realizar mais ensaios da metodologia de identificação da cafeína através de espectrofotometria por UV-VIS, em amostras aquosas, para melhor identificação e quantificação da cafeína.

Salienta-se que a presença de cafeína como um indicador químico da qualidade da água deve-se ter em mente que quanto maior a concentração de cafeína, maior a probabilidade de que uma dada amostra de água apresente atividade estrogênica.

6 REFERÊNCIAS

AUGUSTO, F.; SILVA, R. G. C. Metodologia para determinação de cafeína em águas naturais por MISPE-HPLC-UV. 29ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química. Instituto de Química - Unicamp. 2006.

DE MARIA, C. A. B.; MOREIRA, R. F. A. Cafeína: revisão sobre métodos de análise. Química Nova, 30:99-105, 2007.

MARTINS, C. D. C.; GOMES, F. B. A.; FERREIRA, R. C. M.; MONTONE, R. C. Marcadores orgânicos de contaminação por esgotos sanitários em sedimentos superficiais da baía de Santos, São Paulo. Química nova, v. 31, p. 1008-1014, 2008. ISSN 0100-4042.

SANTOS, L. H.; ARAÚJO, A. N.; FACHINI, A.; PENA, A.; DELERUE-MATOS, C.; MONTENEGRO, M. Ecotoxicological aspects related to the presence of pharmaceuticals in the aquatic environment. Journal of Hazardous Materials, v. 175, n. 1-3, p. 45-95, 2010. ISSN 0304-3894.

PARAÍBA. Agência Executiva de Gestão das Águas. Caracterização das Bacias Hidrográficas. Disponível em: <http://www.aesa.pb.gov.br/perh/relatorio_final/Capitulo%202/pdf/2.1%20-%20CaracBaciasHidrograficas.pdf> Mapa das Bacias Hidrográficas da Paraíba. Acesso em: 06 de março de 2015.