

## APLICAÇÃO DA CROMATOGRAFIA EM COLUNA PARA ADEQUAÇÃO DE PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE SUBSTÂNCIAS AQUOSAS

Francisco Carlos de Medeiros Filho <sup>1</sup>  
Vilma Araújo da Costa <sup>2</sup>  
Denise Domingos da Silva <sup>3</sup>

### RESUMO

A cromatografia em coluna é um método físico-químico que faz separação dos constituintes de uma mistura concluída por meio de duas fases, que se apresentam a partir do contato. Essa técnica permite uma separação de constituintes que facilita o tratamento de amostras de águas. O trabalho teve como objetivo caracterizar as propriedades físico-químicas de águas de abastecimento da cidade de Damião – PB além de utilizar adsorvente natural derivado da cortiça para tratamento das amostras de águas. A relevância dessa pesquisa trará contribuições significativas a população de Damião, destacando, o conhecimento a respeito da qualidade da água na região Curimataú paraibano, como também a utilização da adsorção no tratamento das substâncias aquosas. O uso do adsorvente natural (cortiça), aplicado a cromatografia em coluna, apresentou resultados significativos como um importante adsorvente para este tipo de estudo. Diante disso, este trabalho é relevante, pois verificou-se a possibilidade da utilização de adsorvente natural, proveniente da cortiça, para o tratamento das amostras aquosas e, como também, o conhecimento a respeito da qualidade da água consumida no município de Damião, situado no estado da Paraíba.

**Palavras-chave:** Cromatografia em coluna, amostras de águas, adsorvente natural.

### INTRODUÇÃO

A água é um recurso que se distribui por toda terra como fonte essencial para sobrevivência dos seres vivos. De acordo com Gomes (2011), 70% do planeta terra são formados por água doce e salgado, desse volume 97,22% é de água salgada (água do mar), 2,15% estão em geleiras e apenas 0,63% é de água doce (rios, lagos e aquíferos), o que remete uma observação à má distribuição, pois o último percentual é considerado para abastecimento público.

<sup>1</sup> Mestrando do curso de Ciências Naturais e Biotecnologia da Universidade Federal de Campina Grande - UFCG, carlosfilho1202@gmail.com;

<sup>2</sup> Doutora pelo Curso de Ciências e Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Norte - UFRN, vilmacostabio@gmail.com;

<sup>3</sup> Doutora em Química da Universidade Federal de Campina Grande - UFCG, dedomingos@gmail.com;

No que se refere aos dados disponibilizados pela Agência Nacional de águas, apesar do Brasil possuir um baixo percentual de água doce disponível no planeta, a sua distribuição é desproporcional, uma vez que mais de 80% estão concentrados na Região Hidrográfica Amazônica, onde está o menor agrupamento populacional, em torno de 5% da população. Nas regiões hidrográficas banhadas pelo Oceano Atlântico, que concentram 45,5% da população do País, encontra-se disponíveis somente 2,7% dos recursos hídricos do Brasil (ANA, 2015).

Segundo Barbosa et al. (2017), a água é um recurso natural e essencial para o desenvolvimento social e econômico de uma região, que ao ser compartilhado para diferentes finalidades, cria-se a necessidade de um controle e gestão de sua disponibilidade a fim de maximizar os retornos à sociedade.

Na visão de Silveira et al. (2006), a estiagem é um fenômeno natural, caracterizado pela escassez de água associada a períodos extremos de déficit de precipitação mais ou menos longos, que repercutem negativamente sobre as atividades socioeconômicas e ecossistemas naturais. Em conformidade com PAN-BRASIL (2005), os períodos de estiagens prolongadas estão entre os mais danosos fenômenos ao meio ambiente e a socioeconomia para a região semiárida do Nordeste do Brasil, prejudicando principalmente o setor mais fraco das economias onde ocorre a agricultura de sequeiro.

A contaminação química da água a partir de uma ampla gama de poluentes orgânicos e inorgânicos, tais como metais tóxicos, BTEX, HPA's, ânions, entre outros, desencadeou a necessidade de desenvolver tecnologias no intuito de remover esses poluentes encontrados em resíduos líquidos e gasosos. Essas substâncias, encontradas em quantidades traço, geralmente oferecem resistência a métodos de degradação biológica ou não são removidos efetivamente por métodos de tratamento físico-químicos (NASCIMENTO, et al. 2014).

Collins (2006) define a cromatografia a partir de um método físico-químico que faz uma separação dos constituintes de uma mistura concluída por meio de duas fases, que se apresentam a partir do contato. Essa técnica permite uma separação de constituintes que facilita o tratamento de amostras de águas.

A adsorção vem sendo considerada uma das técnicas mais eficazes devido a sua alta seletividade, além de ser economicamente viável, principalmente devido à utilização de subprodutos industriais e agrícolas como adsorventes naturais e pelo seu baixo consumo energético. (CURBELO, 2002) A importância do adsorvente é garantir a capacidade de remoção de contaminantes, reuso da água, utilidade do subproduto, onde os mesmos são geralmente descartados pela falta de utilidade vista pela sociedade. A escolha do adsorvente é

primordial no processo de construção de técnicas para seu uso com finalidade de remoção de contaminantes que tratem a água.

Nessa perspectiva, as pesquisas recentes apontam que a utilização de cortiça e seus derivados apresentam propriedades que atuam como adsorvente natural para tratamento de águas. Diante disso, o trabalho teve como objetivo caracterizar as propriedades físico-químicas de águas da cidade de Damião – PB além de utilizar adsorvente natural proveniente da cortiça para tratamento das amostras de águas. A relevância dessa pesquisa trará contribuições significativas a população de Damião, destacando, o conhecimento a respeito da qualidade da água na região Curimataú paraibano, como também a utilização da adsorção no tratamento para diminuição da dureza total de águas.

## METODOLOGIA

### Área de estudo

A área de estudo localiza-se no município de Damião-PB segundo os dados do (IBGE, 2017) a cidade está inserida na região do Curimataú Paraibano no Agreste Ocidental, a 200 km da Capital do Estado da Paraíba, com aproximadamente 5.343 habitantes, onde dispõe de uma área de 185,685 km<sup>2</sup>, apresentando um clima tropical semiárido com seca prolongada e abastecimento a partir de carros-pipa. Foram coletadas quatro amostras em diferentes localidades da cidade. Em seguida armazenadas em garrafas de politereftalato de etileno (PET) e mantidas sobre refrigeração em todo o período das análises. Os parâmetros determinados foram pH, dureza, condutividade elétrica e alcalinidade. Os experimentos foram realizados no Laboratório de Biocombustíveis e Química Ambiental do Centro de Educação e Saúde CES/ UFCG.

As análises foram realizadas por triplicata para cada amostra da **tabela 1** e utilizado um intervalo de confiança de 95% para a estimação da incerteza nos dados medidos. Essas coletas foram realizadas no período de seca e/ou escassez. As metodologias seguiram recomendações pelo o livro *Standard methods for the examination of water and water* (APHA, 2006). Pelo manual prático de análise de água da Fundação Nacional da Saúde (FUNASA, 2013), e o livro *Águas e Águas métodos laboratoriais de análises físico-químicas* (MACÊDO, 2001).

**Tabela 1.** Localização dos pontos de coleta de águas do município de Damião-PB.

Amostras	Localização
----------	-------------

<b>A</b>	Abastecimento municipal
<b>B</b>	Tanque de arroz (cata vento)
<b>C</b>	Cata vento artesanal
<b>D</b>	Cisterna domiciliar

**Fonte:** Dados da pesquisa, 2019.

### Caracterização físico-química

Na **dureza total** foram realizadas pelo método de titulometria de complexação, utilizando como indicador negro de eriocromo - T e o agente titulante EDTA (ácido etilenodiaminotetracético). A determinação de **pH** das amostras foram realizadas em um peagâmetro pH 21 – Hanna, sendo o mesmo previamente calibrado com soluções tampão ácido de  $7,00 \pm 0,01$  e básico de  $4,00 \pm 0,01$ . A **condutividade** foi determinada utilizando um condutivímetro mCA-150/Mca-150P sendo previamente calibrado com solução padrão de cloreto de potássio (KCl)  $146,9 \mu\text{S}/\text{cm} \pm 0,5\%$ , com uma temperatura padronizada de  $25^\circ\text{C}$ . As medidas de **alcalinidade** foram realizadas pelo método de volumetria de neutralização com ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )  $0,02 \text{ mol.L}^{-1}$  como agente titulante e solução indicadora alaranjado de metila  $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ . (APHA, 2006).

### Preparação do adsorvente

Para obtenção do adsorvente, o material foi cortado em pedaços menores e triturado no liquidificador doméstico marca *MUNDIAL* em forma de farelo. Em seguida, a cortiça foi pesada em uma balança analítica marca *BEL ENGINEERING* com  $24\text{V} \pm 550\text{mA}$  modelo *M214Ai*. Depois, o adsorvente passou por duas triturações a cada dez minutos. O material depois de triturado, foi secado em estufa de secagem modelo: Q31711-23 com  $110/220\text{V} - 1000\text{W}$  a  $60^\circ\text{C}$ . Posteriormente, foi peneirado com uma peneira de plástico do tipo *mesh 1*.

### Preparação da coluna cromatográfica

Para a preparação da coluna cromatográfica uma bureta de 25 ml foi preenchida com aproximadamente 6g do adsorvente natural (fase estacionária) obtido a partir da cortiça, por onde foram percolados 40 ml da amostra de águas de abastecimento com vazão de  $2 \text{ mL}/\text{min}$  do município de Damião – PB por adsorção química.



### Tratamento com adsorventes

Após a determinação dos parâmetros físico-químicos foram realizados testes de adsorção onde as amostras foram tratadas por meio da cromatografia em coluna. Os parâmetros analisados de dureza total, pH, condutividade elétrica e alcalinidade antes do tratamento foram repetidos após o tratamento com o adsorvente proveniente da cortiça para comparação dos resultados.

**Figura 1.** Localização das amostras de águas dos municípios de Damião – PB



**Fonte:** Dados da pesquisa, 2019.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### Parâmetros físico-químicos das amostras de águas de Damião – PB.

De acordo com a **tabela 2** as amostras A ( $80 \pm 0,1$ ) e D ( $137 \pm 0,11$ ) apresentaram dureza total moderada, e a amostra C ( $417 \pm 0,28$ ) apresentou uma proximidade de dureza maior, considerada muita dura. Segundo a Portaria N° 2.914/2011 do Ministério da Saúde, estabelece para o parâmetro de dureza total o teor máximo até 500 mg/L em termos de  $\text{CaCO}_3$  para a água potável (BRASIL, 2017). Já de acordo com a (FUNASA, 2013) a dureza da água em mg/L de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) pode ser caracterizada como: mole ou branda: < 50 mg/L de  $\text{CaCO}_3$ ; dureza moderada: entre 50 mg/L e 150 mg/L de  $\text{CaCO}_3$ ; dura: entre 150 mg/L e 300 mg/L de  $\text{CaCO}_3$ ; e muito dura: >300mg/L de  $\text{CaCO}_3$ .

No que se refere ao pH, verificou uma alteração do pH das amostras B e D com 5,55 e 9,54 respectivamente. De acordo com Garcia e Barber (2008) o pH interfere no processo de

(83) 3322.3222

contato@conapesc.com.br

www.conapesc.com.br

coagulação-precipitação durante o processo de tratamento de águas, como por exemplo, na corrosão de tubulações e equipamento, nos constituintes de alcalinidade e acidez da água, na toxicidade de certos compostos e entre outros fatores que interferem na qualidade da água para consumo e/ou uso industrial.

**Tabela 2.** Valores médios e o desvio padrão das amostras de abastecimento de Damião – PB.

Amostras	Dureza / mg.L <sup>-1</sup> CaCO <sub>3</sub>	pH	Condutividade / μS.cm <sup>-1</sup>	Alcalinidade / mg/L CaCO <sub>3</sub>
<b>Valor máximo permitido pelo MS</b>	<b>500</b>	<b>6,5 ≤ pH ≤ 9,5</b>	<b>Não especificado</b>	<b>Não especificado</b>
<b>A</b>	80,00 ± 0,1	7,45 ± 0,01	401,2 ± 0,02	64,00 ± 0,10
<b>B</b>	14,70 ± 0,06	5,55 ± 0,01	42,57 ± 0,01	14,66 ± 0,27
<b>C</b>	417,00 ± 0,28	6,64 ± 0,01	3890 ± 0,12	79,34 ± 0,03
<b>D</b>	137,00 ± 0,11	9,54 ± 0,01	275,4 ± 0,01	77,33 ± 0,04

**Fonte:** Dados da pesquisa, 2019.

A condutividade elétrica das amostras de Damião-PB apresentou alta concentração variando entre 42,57 a 3890 das amostras B e C respectivamente. Os valores de condutividade refletem a tendência observada com os valores das concentrações de cátions. A condutividade elétrica da água indica a sua capacidade de transmitir a corrente elétrica em função da presença de substâncias dissolvidas, que se dissociam em ânions e cátions. Quanto maior a concentração iônica da solução, maior e a oportunidade para ação eletrolítica e, portanto, maior a capacidade em conduzir corrente elétrica (APHA, 2006). Na condutividade elétrica a Portaria N° 2.914/2011 do Ministério da Saúde para águas de abastecimento não existe uma especificação do máximo permitido pela MS (BRASIL, 2017).

No que se refere a alcalinidade as amostras variaram entre 14,66 mg/L a 79,34 mg/L de CaCO<sub>3</sub>. Esse parâmetro de acordo com MS não existe um valor máximo permitido que é especificado na portaria, mas em altas concentrações na água podem causar gosto amargo na água.

**Tratamento das amostras de águas por cromatografia em coluna**

As amostras de águas passaram pela técnica de cromatografia em coluna, que mostraram pouquíssima redução da dureza total de águas de abastecimento do município de Damião – PB. As amostras C e D apresentaram uma menor diminuição da dureza total após adsorção da cortiça comparado as outras amostras anteriormente destacadas. No que se refere ao parâmetro de pH, apenas a amostra B (5,55) permaneceu fora do que é estabelecido pela MS, por outro lado, todas as outras permaneceram dentro da portaria 2.914/2011 (BRASIL, 2017).

**Tabela 3.** Valores de dureza total e pH antes e após adsorção da cortiça por cromatografia em coluna.

Análises	Dureza total mg/L CaCO <sub>3</sub>		pH	
	A	B	A	B
<b>Parâmetros analisados</b>				
<b>Antes do tratamento</b>	80 ± 0,10	14,17 ± 0,06	7,45 ± 0,01	5,55 ± 0,01
<b>Após o tratamento</b>	14,3 ± 0,12	14,15 ± 0,13	6,87 ± 0,01	5,51 ± 0,01
	C	D	C	D
<b>Antes do tratamento</b>	417 ± 0,28	137 ± 0,06	6,64 ± 0,01	9,54 ± 0,01
<b>Após o tratamento</b>	130 ± 0,85	76,66 ± 0,19	6,75 ± 0,01	7,21 ± 0,01

**Fonte:** Dados da pesquisa, 2019.

Essa técnica mostrou-se redução na dureza total e pequenas variações de pH que permaneceram dentro do padrão estabelecido pela MS após o tratamento utilizando a cortiça como adsorvente natural. De acordo com os dados da pesquisa, Domingues (2005) afirma que efetuou alguns parâmetros em granulados de cortiça, de forma a caracterizá-lo quanto a suas potencialidades como adsorvente e se houver uma etapa de tratamento biológico como acontece nas estações de tratamento de águas é possível dizer que o pH terá um valor próximo da neutralidade.

Em seguida, foi verificado o comportamento da cortiça após adsorção nos parâmetros de condutividade elétrica e alcalinidade. A **tabela 4** destaca o antes e após o tratamento da referida matriz.

**Tabela 4.** Valores de condutividade elétrica e alcalinidade pós-cortiça de Damião/PB

Análises	Condutividade elétrica $\mu\text{S}/\text{cm}^{-1}$		Alcalinidade mg/L	
	A	B	A	B
<b>Parâmetros analisados</b>				
<b>Antes do tratamento</b>	401,20 $\pm$ 0,02	42,57 $\pm$ 0,01	64,00 $\pm$ 0,10	14,66 $\pm$ 0,27
<b>Após o tratamento</b>	241,33 $\pm$ 2,15	37,58 $\pm$ 0,25	13,32 $\pm$ 0,28	9,32 $\pm$ 0,21
	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>C</b>	<b>D</b>
<b>Antes do tratamento</b>	3890 $\pm$ 0,12	275,40 $\pm$ 0,01	79,34 $\pm$ 0,03	77,33 $\pm$ 0,04
<b>Após o tratamento</b>	3670 $\pm$ 0,15	242,20 $\pm$ 0,37	10,67 $\pm$ 0,01	6,01 $\pm$ 0,01

**Fonte:** Dados da pesquisa, 2019.

A cortiça se mostrou eficaz na redução da condutividade elétrica nas amostras C e D, tendo em vista o antes e o pós-tratamento utilizando a cortiça. A alcalinidade também houve uma diminuição referente às amostras já citadas.

A condutividade elétrica e alcalinidade de todas as amostras de águas foram minimizadas, o que mostrou que a cortiça funciona como excelente adsorvente natural para o tratamento das substâncias aquosas.

De acordo com Mestre e Carvalho (2011), derivados de cortiça estão atualmente em estudo para projetos piloto de tratamento de águas. Apesar de os aglomerados serem produzidos a partir de cortiça que não utilizável para a produção de rolhas, os grânulos podem vir a ser obtidos a partir de reciclagem em grande escala de rolhas após tratamento adequado.



## CONSIDERAÇÕES FINAIS

Portanto, foi possível verificar os parâmetros físico-químicos das amostras de águas de abastecimento no município de Damião - PB. As amostras aquosas apresentaram alguns parâmetros que variaram e serviram para o tratamento do adsorvente natural (cortiça). Algumas amostras estavam fora dos parâmetros estabelecidos pelo Ministério da Saúde, sendo necessário adsorção para o tratamento de águas de abastecimento. Algumas amostras apresentaram valores abaixo do que é permitido pela MS, como por exemplo o pH.

No entanto, após adsorção utilizando a cortiça como adsorvente natural obteve-se uma diminuição na dureza total e no pH houve pequenas variações de acordo com a Portaria n.º 2.914/2011 (BRASIL, 2017). O uso do adsorvente natural (cortiça), aplicado a cromatografia em coluna, apresentou resultados significativos como um importante adsorvente para este tipo de estudo. Diante disso, este trabalho é relevante, pois verificou-se a possibilidade da utilização de adsorvente natural, proveniente da cortiça, para o tratamento das amostras aquosas e, como também, o conhecimento a respeito da qualidade da água consumida no município de Damião, situado no estado da Paraíba.

## REFERÊNCIAS

AGENCIA NACIONAL DE ÁGUAS - ANA. Balanço das águas: Publicação anual da agencia nacional das águas. 2015.

APHA – AWWA – WPCF. Standart methods for the examination of water and wastewater. 19th.edition. Wasghington D.C.American Public Health Association. 2006.

BARBOSA, B.E.; GOMES, B. A.; CARLOS, M. W. A. S.; NÓBREGA, F. A.; ARAÚJO, D. G.; A anomalia de chuvas no ano 2016 no semiárido paraibano. II Congresso Internacional da Diversidade do Semiárido. Acesso em:<  
[https://editorarealize.com.br/revistas/conidis/trabalhos/TRABALHO\\_EV074\\_MD1\\_SA4\\_ID6\\_2\\_02102017220743.pdf](https://editorarealize.com.br/revistas/conidis/trabalhos/TRABALHO_EV074_MD1_SA4_ID6_2_02102017220743.pdf)> Disponível em: 14 de março de 2018. Anais II CONIDIS – Editora realize eventos – dezembro/2017.

BRASIL. Ministério da Saúde. PORTARIA DE CONSOLIDAÇÃO Nº 5. Dispõe sobre a “Consolidação das normas sobre as ações e serviços de saúde”.Anexo XX – Do controle e da vigilância da Qualidade da água para consumo Humano e seu padrão de Potabilidade (origem: PRT MS/GM.Portaria n.º 2914/2011, BRASIL, 2017.

CARVALHO, A. P; MESTRE.; A.S.D.; Remoção de poluentes em solução aquosa por carvões activados. Dissertação de Mestrado. Universidade de Lisboa – Faculdade de Ciências. Departamento de Química e Bioquímica. 2011.

COLLINS, C.H. Princípios básicos de Cromatografia. In: COLLINS, C.H.; BRAGA, G. I.; BONATO, P. S. Fundamentos de Cromatografia. São Paulo: Unicamp, 2006.

CURBELO, F. D. S. Estudo da remoção de óleo em águas produzidas na indústria de petróleo, por adsorção em coluna utilizando a vermiculita expandida e hidrofobizada. Dissertação de Mestrado, UFRN, Programa de Pós-Graduação em Eng. Química, 2002.

DOMINGUES, V.M. F. Utilização de um produto natural (Cortiça) como adsorvente de pesticidas piretróides em águas. Dissertação de Mestrado. Faculdade de Engenharia do Porto. 2005.

FUNASA, Fundação Nacional de Saúde. Manual prático de análise de água. Brasília, 2013.

GARCIA, C. R. ; BARBER, D. J. – “Fluorescencia de rayos X mediante equipo portátil aplicada al estudio y conservación del Patrimonio Cultural”. In La Ciencia y el Arte – Ciencias experimentales y conservación del Patrimonio Historico, IPHE – Ministerio da Cultura. Madrid: 2008. p. 140-150

GOMES, M. A. F. Água: sem ela seremos o planeta Marte de amanhã. Local: Embrapa, mar.2011.

IBGE. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. V4. 2017. Disponível em: <<https://cidades.ibge.gov.br/brasil/pb/taperoa/panorama>> Acesso em: 11 de abril de 2019 as 9h.

LIBÂNIO, M. Fundamentos de qualidade e tratamento de água. 3. ed. Campinas: Átomo, 2010.

MACEDO, J.A.B. Métodos laboratoriais de análises físico-químicas e microbiológicas. Águas e águas. Jorge Macedo. Juiz de Fora, 2001.

NASCIMENTO R. F.; LIMA, A. C. A.; VIDAL, C. B.; MELO, D. Q.; RAULINO, G. S.C. Adsorção: aspectos teóricos e aplicações ambientais Fortaleza: Imprensa Universitária, 2014.

PAN BRASIL. Programa de Ação Nacional de Combate à Desertificação e Mitigação dos Efeitos da Seca. Ministério do Meio Ambiente. Brasília – DF. 2005.

SILVEIRA, R. D.; SARTORI, M. G. B.; SILVA, R. R.; ROSA, J. L. A estiagem do verão de 2005 no RS: causas e impactos socioeconômicos na microrregião geográfica de Santa Maria. In: Simpósio Brasileiro de Climatologia Geográfica, 7., 2006, Rondonópolis. Anais Rondonópolis: UFMT, 2006.