



XXIII CONGRESO  
DE LA ASOCIACION INTERAMERICANA  
DE INGENIERIA SANITARIA Y AMBIENTAL

22 al 28 de noviembre de 1992

II

PARTIE I

2. ABASTECIMIENTO DE AGUA  
(carteles)

3. TRATAMIENTO DE RESIDUALES



REF: 3.1.01

DETERMINAÇÃO DE LÍPIDIOS EM ÁGUAS RESIDUÁRIAS

BRASIL

AUTORES:

**Carlos Eduardo Blundi.** Prof. Doutor do Departamento de Hidráulica e Saneamento da Escola de Engenharia de São Carlos - USP.

**Jurandyr Povinelli.** Prof. Titular do Departamento de Hidráulica e Saneamento da Escola de Engenharia de São Carlos - USP.

**Cecília Lalue.** Prof. Doutor do Instituto de Química da Universidade Estadual Paulista "Julio de Mesquita Filho" - Campus de Araraquara.

RESUMO

*Propõe-se através deste trabalho o emprego de um método colorimétrico, aplicado em Bioquímica, para a determinação de lípidios em amostras controles preparadas em laboratório e em amostras de esgoto sanitário. Os resultados obtidos pelo método colorimétrico são comparados com os valores de óleos e graxas (extração Soxhlet), DQO e DBO.*



## 1 - INTRODUÇÃO

Os óleos, gorduras e graxas são constituintes importantes de águas residuárias. Óleos e gorduras, geralmente, provêm dos alimentos e constituem um grupo de compostos significativos, principalmente na composição do esgoto sanitário. O objetivo deste trabalho consiste na aplicação de um método relativamente rápido, econômico e preciso para a determinação de lipídios em águas residuárias, bem como o conhecimento de sua concentração nos ensaios relativos aos estudos da degradação de matéria orgânica.

## 2 - LIPÍDIOS: CONCEITOS E OCORRÊNCIA EM ÁGUAS RESIDUÁRIAS

O termo óleo e graxas inclui óleos, gorduras, ceras e outros constituintes solúveis em hexano. Óleos, gordura e graxas são insolúveis em água.

Os óleos, gorduras e ceras podem ser classificados como lipídios simples. Lipídios, segundo Villela et alii (3), são todas as substâncias solúveis em solventes orgânicos apolares ou de baixa polaridade. Óleos e gorduras, também denominados de glicéridos, são ésteres do glicerol (glicerina) com ácidos graxos. Os óleos apresentam-se no estado líquido à temperatura ambiente e as gorduras são sólidos nas mesmas condições. Ceras, também denominadas de céridos, são lipídios simples, sólidos resultantes da reação de ácido graxo com alcoóis superiores. Existem ainda, os lipídios complexos, constituídos pelos fosfolipídios, cerebrosídeos e outros que são lipídios combinados com certos grupos ou radicais químicos que lhes conferem funções específicas no metabolismo dos seres vivos.

Os glicéridos podem reagir com os álcalis, originando glicerol e o sal do ácido graxo correspondente, normalmente denominado de sabões sendo essa reação conhecida por saponificação.

O esgoto sanitário contém óleos e gorduras provenientes de alimentos como manteiga, banha, gorduras e óleos vegetais. A gordura pode ter sua origem em diversas fontes como carnes, sementes e frutas. São compostos orgânicos muito estáveis, não sendo facilmente decompostos por bactérias, e por esse fato, podem causar sérios problemas ao tratamento das águas residuárias nas quais se encontram presentes.

## 3 - METODOLOGIA

### 3.1 - Procedimentos Gerais

O método utilizado para a determinação de lipídios foi o Método da Sulfofosfovanilina, baseado na metodologia de Postma e Stroes (2). No presente trabalho a curva padrão (Figura 1) foi obtida através de uma curva padrão mista contendo uma mistura de lipídios hidrossolúveis fabricada pela LABTEST.

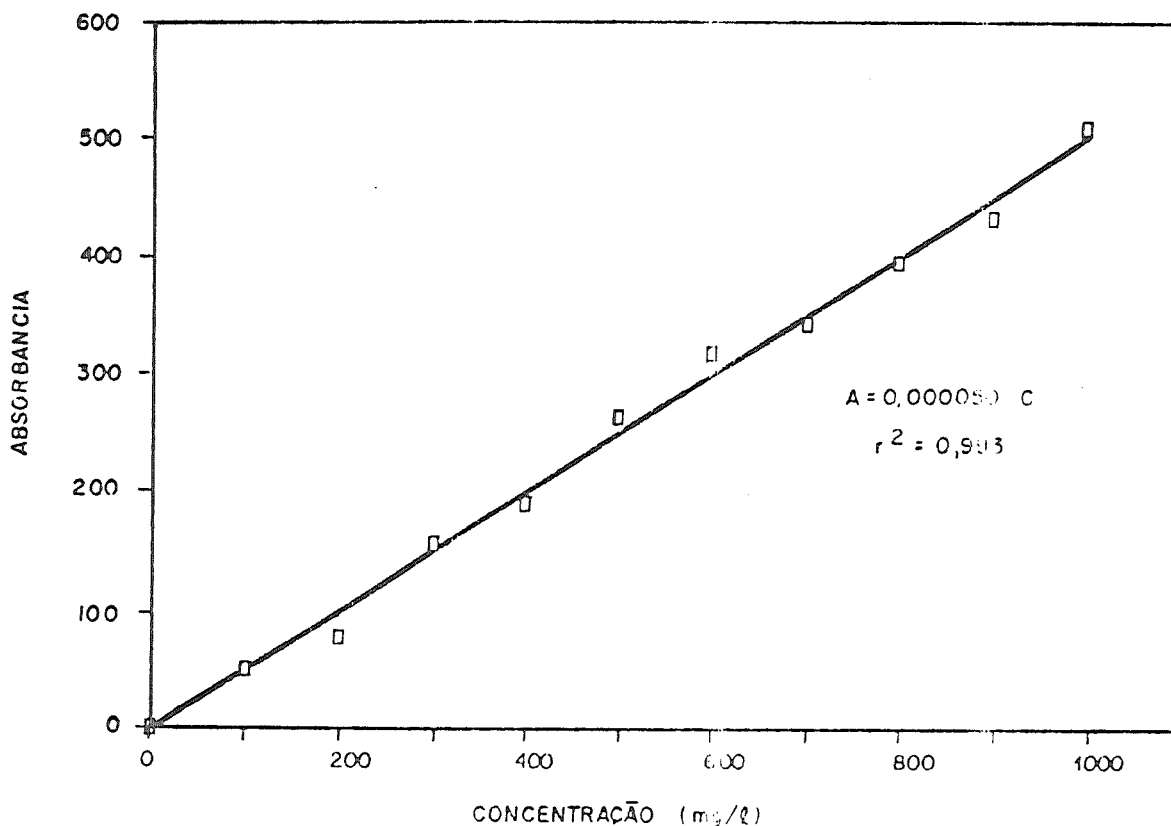


Figura 1 - Curva padrão para Lipídios

Dois lipídios, óleo de soja e margarina, ambos comestíveis, foram utilizados para a comparação entre o método proposto e o método usado pelos sanitatistas, ou seja, Óleos e Graxas (extração Soxhlet), descritos no Standard Methods (1). Foram estabelecidas as seguintes correlações:

- a) concentração do lipídio (gravimetria) x dosagem colorimétrica (curva padrão do Método da Sulfofosfovanilina);
- b) concentração do lipídio (gravimetria) x concentração fornecida através do ensaio de óleos e graxas (extração Soxhlet);
- c) dosagem colorimétrica (curva padrão do Método de Sulfofosfovanilina) x concentração fornecida através do ensaio de óleos e graxas (extração Soxhlet).

Para a avaliação do grau de recuperação de lipídio adicionado a um esgoto sanitário "in natura" e filtrado (Whatman nº 40, 8 µ) foi preparado um "esgoto modificado" constituído pela adição dos seguintes compostos ao filtrado: soroalbumina bovina (900 mg/l), sacarose (500 mg/l), óleo de soja (200 mg/l), detergente em pó (200 mg/l) e ácido aspártico (200 mg/l). A diferença de concentração de lipídio entre as amostras de esgoto modificado e esgoto "in natura" deve ser equivalente a concentração do lipídio adicionado.

### 3.2 - Método da Sulfofosfovanilina

O método utilizado para a determinação de lipídios foi o Método da Sulfofosfovanilina, baseado na metodologia descrita por Postma e Stroes (2). A absorbância do composto obtido foi determinada num espectrofotômetro MICRONAL, modelo B-342.

#### Reagentes:

Ácido sulfúrico concentrado.

Ácido fosfórico concentrado.

Solução de vanilina: dissolve-se 0,6 g de vanilina em 100 ml de água destilada.

#### Procedimento:

Pipeta-se 2 ml de ácido sulfúrico concentrado num tubo de ensaio, adiciona-se 0,1 ml da amostra e aquece-se por 10 minutos num banho de água em ebulição. Esfria-se rapidamente em água gelada. Adiciona-se 0,1 ml da mistura a 2 ml de ácido fosfórico e 0,5 ml do reagente de vanilina. Mistura-se bem e deixa-se num banho a 37 °C por 15 minutos. Após resfriamento, mede-se a absorbância, referente a cor desenvolvida, dentro de um prazo de 10 minutos a 537 nm, contra um teste em branco. O teste de branco é realizado misturando-se 0,1 ml de ácido sulfúrico com 2 ml de ácido fosfórico e 0,5 ml do reagente de vanilina e procedendo-se de forma idêntica a da amostra do lipídio. O padrão utilizado para lipídios foi uma solução contendo uma mistura de lipídios hidrossolúveis fabricada pela LABTEST.

As amostras de esgoto sanitário, submetidas à dosagem pelo Método da Sulfofosfovanilina devem ser inicialmente evaporadas em estufa a 100 °C, concentradas num volume conveniente de uma mistura de éter e álcool (1:2), centrífugas e submetidas a nova evaporação.

## 4 - RESULTADOS

### 4.1 - Amostras Controles Preparadas em Laboratório: Óleo de Soja e Margarina

Os resultados (Figuras 2 a 6) referentes à determinação de lipídios são apresentadas a seguir, mostrando as diversas correlações descritas na metodologia, para os valores das concentrações de lipídios obtidos por gravimetria (C), dosagens colorimétricas (D) e pelo método de Óleos e Graxas (OG) para os dois lipídios estudados separadamente. Nas figuras estão indicadas, ainda, as equações das curvas ajustadas pelo método dos mínimos quadrados, e os valores obtidos para os coeficientes de correlação.

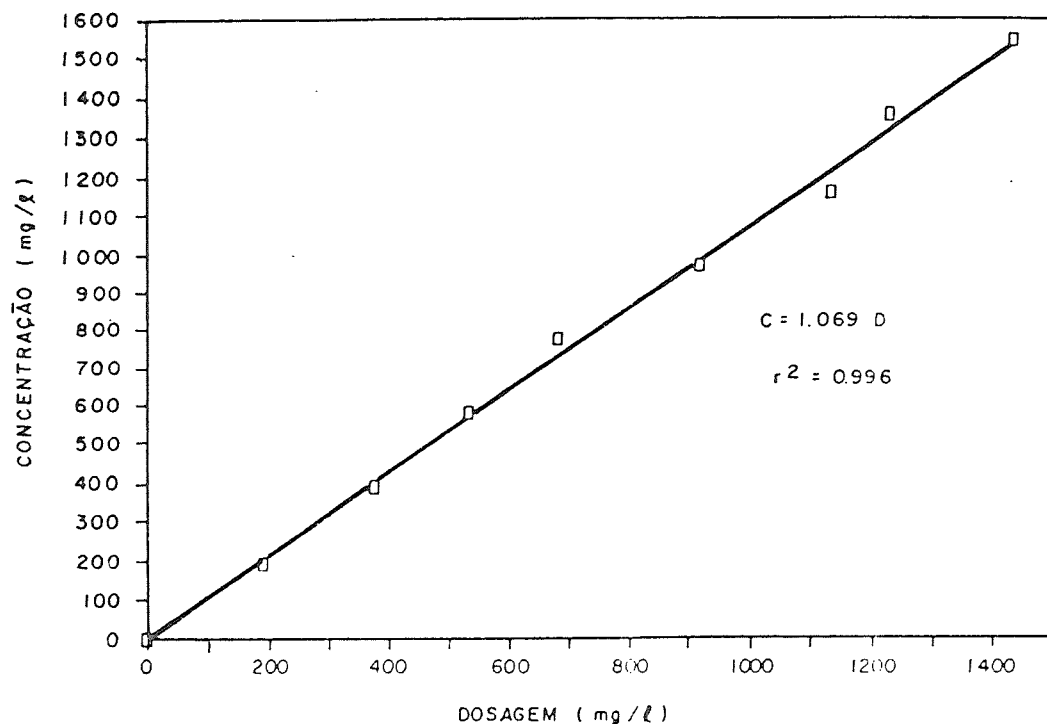


Figura 2 - Correlação entre dosagem colorimétrica e concentração obtida por gravimetria de óleo de soja

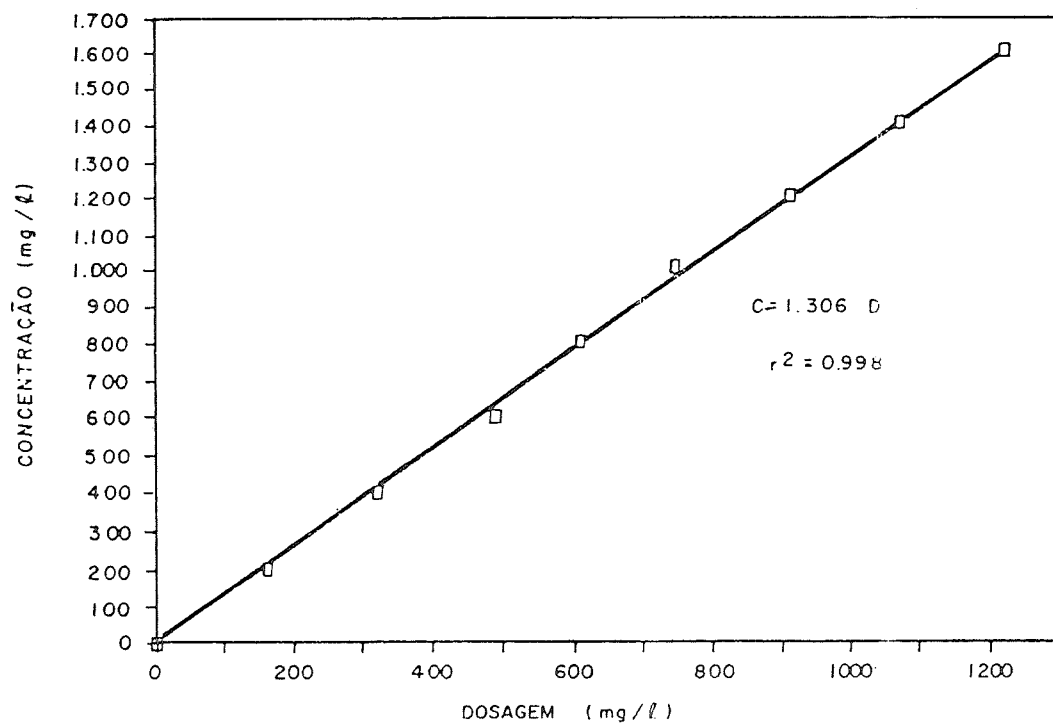


Figura 3 - Correlação entre dosagem colorimétrica e concentração obtida por gravimetria de margarina

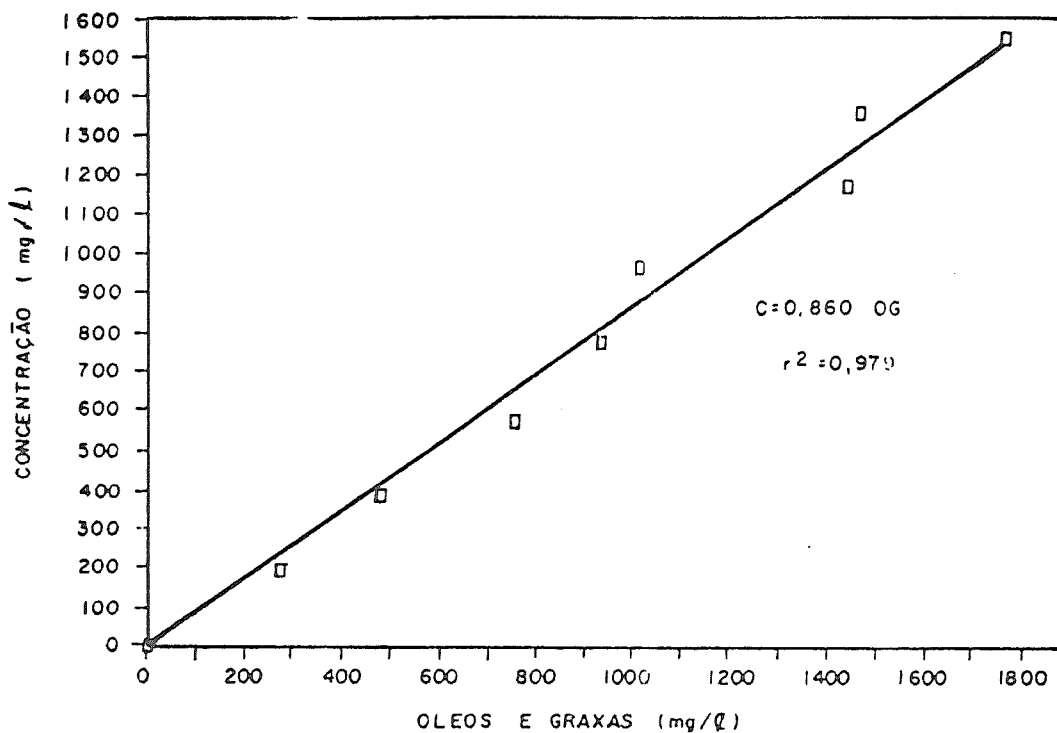


Figura 4 - Correlação entre valores de óleos e graxas (Soxhlet) e concentração obtida por gravimetria de óleo de soja

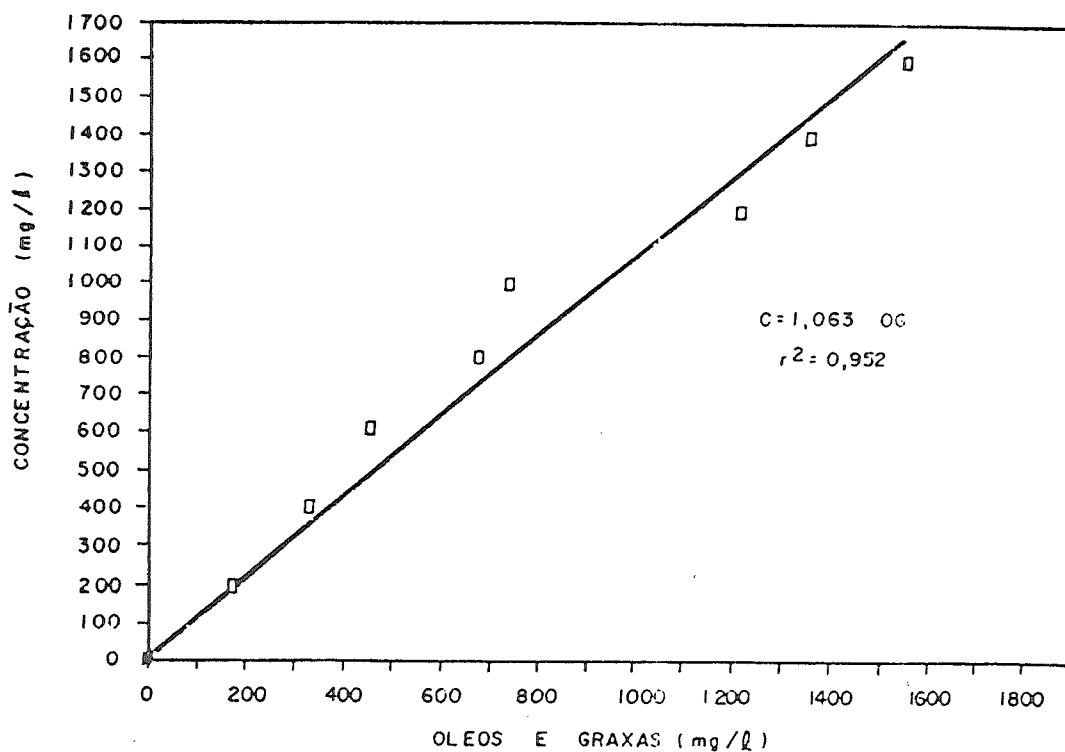


Figura 5 - Correlação entre valores de óleos e graxas (Soxhlet) e concentração obtida por gravimetria de margarina

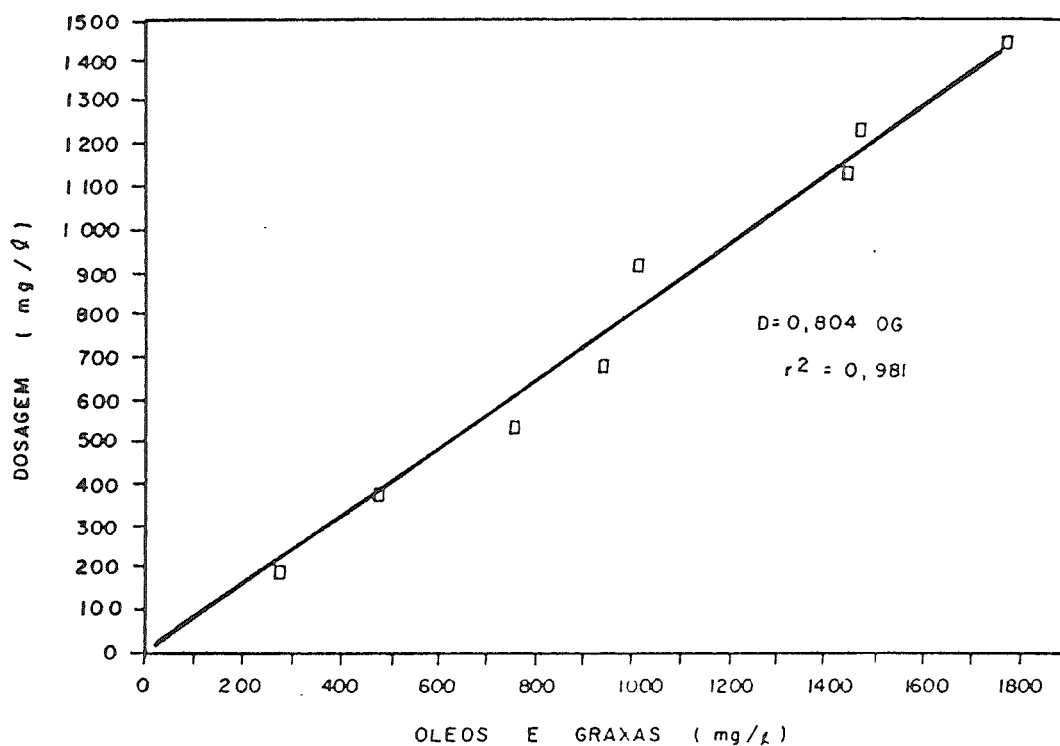


Figura 6 - Correlação entre dosagem colorimétrica e valores de óleos e graxas (Soxhlet) de óleo de soja

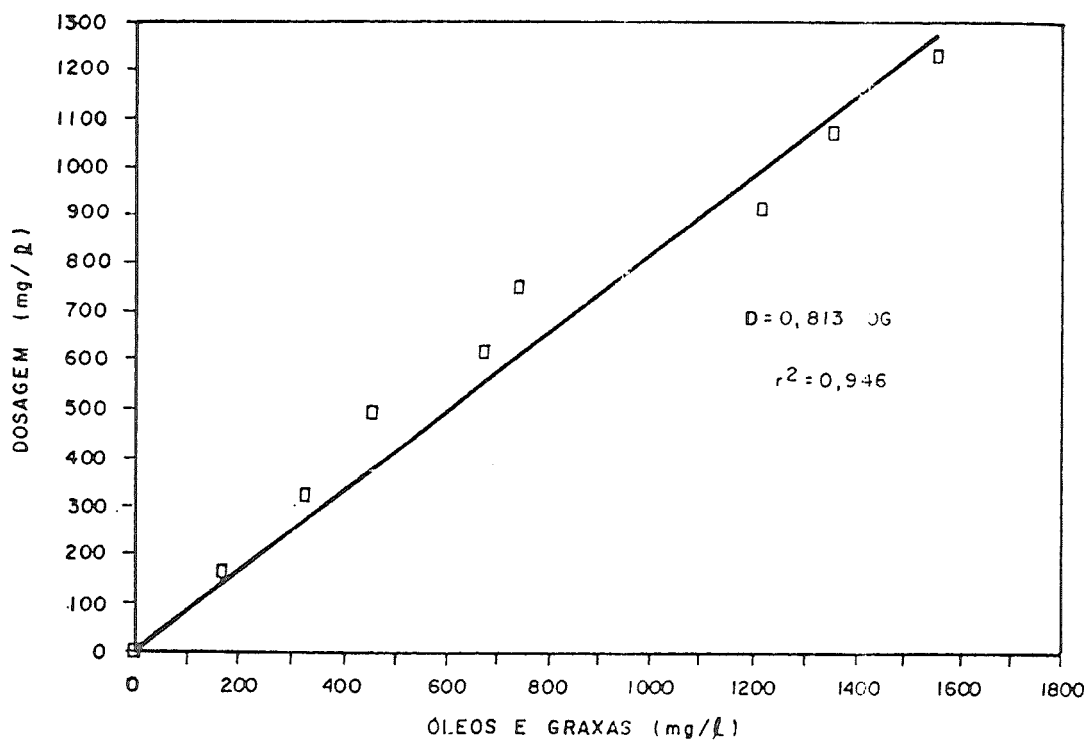


Figura 7 - Correlação entre dosagem colorimétrica e valores de óleos e graxas (Soxhlet) de margarina

#### 4.2 - Amostras de Esgoto Sanitário

A recuperação de quantidade de lipídio (óleo de soja) adicionada ao esgoto sanitário, empregando-se o Método da Sulfofosfovanilina está descrita na Tabela I.

Tabela I - Recuperação de óleo de soja adicionado ao esgoto sanitário<sup>a</sup>

| AMOSTRA           | CONCENTRAÇÃO |          | RECUPERAÇÃO       |                     |                  |
|-------------------|--------------|----------|-------------------|---------------------|------------------|
|                   | $C_L$ (mg/L) | D (mg/L) | $\Delta D$ (mg/L) | $\Delta D_c$ (mg/L) | $C_L/\Delta D_c$ |
| ESGOTO            | -            | 41       | -                 | -                   | -                |
|                   |              |          | 195               | 208                 | 1.04             |
| ESGOTO MODIFICADO | 200          | 236      | -                 | -                   | -                |

<sup>a</sup>  
significado dos símbolos:  
 $C_L$  : concentração de óleo de soja adicionado (gravimetria)  
D : concentração pelo Método da Sulfofosfovanilina  
 $\Delta D$  : D esgoto modificado - D esgoto  
 $\Delta D_c$  : valores de D corrigidos conforme Figura 2

Os resultados de DQO e de  $DBO_{5,20}$  e Óleos Graxas para as amostras estudadas são mostradas na Tabela II.

Tabela II - Resultados de DQO,  $DBO_{5,20}$ , óleos e graxas e recuperação de matéria orgânica adicionada ao esgoto sanitário<sup>a</sup>

| AMOSTRA           | CONCENTRAÇÃO    |               |                        |              | RECUPERAÇÃO            |                               |                       |                  |                         |
|-------------------|-----------------|---------------|------------------------|--------------|------------------------|-------------------------------|-----------------------|------------------|-------------------------|
|                   | $C_T$<br>(mg/L) | DQO<br>(mg/L) | $DBO_{5,20}$<br>(mg/L) | OG<br>(mg/L) | $\Delta DQO$<br>(mg/L) | $\Delta DBO_{5,20}$<br>(mg/L) | $\Delta OG$<br>(mg/L) | $\Delta DQO/C_T$ | $\Delta DBO_{5,20}/C_T$ |
| ESGOTO            | -               | 325           | 180                    | 40           | -                      | -                             | -                     | -                | -                       |
|                   |                 |               |                        |              | 2234                   | 1391                          | 109                   | 1.12             | 0.70                    |
| ESGOTO MODIFICADO | 2000            | 2559          | 1571                   | 149          | -                      | -                             | -                     | -                | -                       |

a

significado dos símbolos:

$C_T$  : concentração de matéria orgânica total adicionada

$\Delta DQO$  : DQO do esgoto modificado - DQO do esgoto

$\Delta DBO_{5,20}$  :  $DBO_{5,20}$  do esgoto modificado -  $DBO_{5,20}$  do esgoto

$\Delta OG$  : OG do esgoto modificado - OG do esgoto

A Tabela III apresenta as correlações entre concentração (gravimetria), dosagem colorimétrica e concentração obtida pelo ensaio de óleos e graxas para o óleo de soja adicionado ao esgoto sanitário.

Tabela III - Correlações entre concentração (gravimetria), dosagem colorimétrica e concentração obtida pelo ensaio de óleos e graxas para o óleo de soja adicionado ao esgoto sanitário

| $\Delta D_C / C_L$ | $\Delta OG / C_L$ | $\Delta OG / \Delta D_C$ |
|--------------------|-------------------|--------------------------|
| 1.04               | 0.55              | 0.52                     |

A Tabela IV apresenta as correlações obtidas entre os valores do óleo de soja, recuperado do esgoto pelo Método da Sulfofosfovanilina e pelo Método dos Óleos e Graxas, e a matéria orgânica total adicionada, determinada por gravimetria, DQO,  $DBO_{5,20}$ .

Tabela IV - Comparação das correlações entre a concentração do óleo de soja, determinada pelo Método de Sulfofosfovanilina, pelo Método de Óleos e Graxas, e a matéria orgânica total por gravimetria, DQO e  $DBO_{5,20}$

| $C_L / C_T$ | $\Delta D_C / C_T$ | $\Delta OG / C_T$ | $\Delta D_C / \Delta DQO$ | $\Delta OG / \Delta DQO$ | $\Delta D_C / \Delta DBO_{5,20}$ | $\Delta OG / \Delta DBO_{5,20}$ |
|-------------|--------------------|-------------------|---------------------------|--------------------------|----------------------------------|---------------------------------|
| 0.100       | 0.104              | 0.055             | 0.093                     | 0.049                    | 0.150                            | 0.078                           |

## 5 - DISCUSSÃO E CONCLUSÕES

Observando os resultados das correlações entre dosagens colorimétricas e concentrações (gravimetria) das amostras controles de óleo de soja e da margarina testados, pode-se concluir que os valores obtidos foram coerentes e demonstraram boa correspondência entre si (Figuras 2 e 3). No caso da margarina testada, a correlação obtida apresentou um valor superior ao esperado, devido ao fato de conter certos aditivos que não são detectados pelo método colorimétrico utilizado. Através das correlações entre os valores obtidos pelo Método de Óleos e Graxas, e concentração (gravimetria) para essas mesmas amostras, verifica-se que a margarina apresentou um valor superior ao do óleo de soja (Figuras 4 e 5). Porém, se for considerado o fato de que a margarina contém aditivos não lipídicos, pode-se concluir que o Método de Óleos e Graxas, para ambas substâncias, apresenta valores ligeiramente inferiores ao de suas concentrações de lipídios. Este fato pode ser comprovado ao se analisar a coerência das correlações obtidas entre dosagens colorimétricas específicas a lipídios e valores de óleos e graxas, que fornecem valores muito próximos para essas substâncias, ou seja  $D = 0,804$  OG para o óleo de soja e  $D = 0,813$  OG para a margarina (Figuras 6 e 7).

Com relação aos ensaios em amostras de esgoto modificado, observa-se que o Método da Sulfofosfovanilina, dentro de suas limitações, pode ser utilizado para a determinação de lipídios do esgoto sanitário, fornecendo bons resultados, não apresentando interferência em relação aos outros componentes orgânicos presentes. A relação de 1,04, obtida entre o óleo de soja recuperado e o adicionado, mostrado na Tabela I, comprova a eficiência do método. A Tabela IV também fornece elementos que evidenciam o desempenho positivo do método colorimétrico através das proximidades das relações  $AD_C/C_T$  e  $AD_C/ADQO$  com  $C_I/C_T$ .

## 6 - BIBLIOGRAFIA

- (1) AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. American Water Works Association. Water Pollution Control Federation - Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 16a. ed. Washington, American Public Association, 1985.
- (2) POSTMA, T. & STROES, J.A.P. Lipid Screening in Clinical Chemistry. Clin. Chim. Acta, 22:569-578, 1968.
- (3) VILLELA et alii. Bioquímica. 3ª ed. Rio de Janeiro, Editora Guanabara Koogan S.A., 1966. 842 p.