



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE PESCA
CURSO DE ENGENHARIA DE PESCA**

IERISLANE CARNEIRO LEITE

**ACOMPANHAMENTO E REALIZAÇÃO DE ANÁLISES QUÍMICAS
E FÍSICO-QUÍMICAS EM AMOSTRAS DE ÁGUA NA UNIDADE DE
QUÍMICA AMBIENTAL VINCULADA AO NÚCLEO DE
TECNOLOGIA DE ALIMENTOS E QUÍMICA (NUTALQ) DA
FUNDAÇÃO NÚCLEO DE TECNOLOGIA INDUSTRIAL DO
CEARÁ(NUTEC).**

**FORTALEZA
2011**

IERISLANE CARNEIRO LEITE

**ACOMPANHAMENTO E REALIZAÇÃO DE ANÁLISES QUÍMICAS
E FÍSICO-QUÍMICAS EM AMOSTRAS DE ÁGUA NA UNIDADE DE
QUÍMICA AMBIENTAL VINCULADA AO NÚCLEO DE
TECNOLOGIA DE ALIMENTOS E QUÍMICA (NUTALQ) DA
FUNDAÇÃO NÚCLEO DE TECNOLOGIA INDUSTRIAL DO
CEARÁ(NUTEC).**

Relatório de Estágio Supervisionado
apresentado ao Departamento de Engenharia de
Pesca do Centro de Ciências Agrárias da
Universidade Federal do Ceará, como parte das
exigências para a obtenção do título de
Engenheiro de Pesca.

Área de Concentração: Química Ambiental.

Orientador: Professor Dr. Alexandre Holanda
Sampaio.

**FORTALEZA
2011**

IERISLANE CARNEIRO LEITE

**ACOMPANHAMENTO E REALIZAÇÃO DE ANÁLISES QUÍMICAS
E FÍSICO-QUÍMICAS EM AMOSTRAS DE ÁGUA NA UNIDADE DE
QUÍMICA AMBIENTAL VINCULADA AO NÚCLEO DE
TECNOLOGIA DE ALIMENTOS E QUÍMICA (NUTALQ) DA
FUNDAÇÃO NÚCLEO DE TECNOLOGIA INDUSTRIAL DO
CEARÁ(NUTEC).**

Relatório de Estágio Supervisionado apresentado ao Departamento de Engenharia de Pesca do Centro de Ciências Agrárias da Universidade Federal do Ceará, como parte das exigências para a obtenção do título de Engenheiro de Pesca. Área de Concentração: Química Ambiental. Orientador: Professor Dr. Alexandre Holanda Sampaio.

Aprovada em: ___/___/___

BANCA EXAMINADORA



Prof. Dr. Alexandre Holanda Sampaio (Orientador)
Universidade Federal do Ceará

Prof. Marcelo Vinícius do Carmo e Sá (Membro)
Universidade Federal do Ceará

MSc. Solange Maria Bastos Girão.
Fundação Núcleo De Tecnologia Industrial Do Ceará

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por guiar sempre meus passos em meu caminho.

À minha mãe, pelo apoio em todos os momentos da minha vida.

Aos meus amigos e irmãos da Comunidade Nova União.

Agradeço também ao NUTEC pela oportunidade de aprendizado, as professoras do laboratório, Erika e a Solange.

Aos professores da Engenharia de Pesca e ao professor Alexandre Sampaio pelo apoio e orientação.

RESUMO

Este estágio supervisionado objetivou acompanhar e realizar as análises químicas e físico-químicas em amostras de água e efluentes solicitadas ao Laboratório de Química Ambiental do Núcleo de Tecnologia Industrial do Ceará– NUTEC. As atividades realizaram-se através de análises titulométricas e espectrofotométricas para caracterizar as amostras de acordo com seus parâmetros. Os parâmetros analisados foram: pH, condutividade elétrica, alcalinidade parcial e total, dureza total e de Cálcio, cloretos, matéria orgânica, cor, turbidez, nitratos, amônia, ferro e sulfatos. Com o trabalho de estágio realizado pode-se adquirir conhecimentos sobre a composição e o comportamento dos parâmetros físico-químicos das águas, especificamente quando a água é destinada para o cultivo de organismos aquáticos.

Palavras-chave: Água. Análises. Parâmetros.

ABSTRACT

This supervised training aimed to monitor and carry out chemical analysis and physical-chemical water and wastewater samples requested from the Environmental Chemistry Laboratory of the Center for Industrial Technology of Ceará- NUTEC. The activities were carried out by titrimetric and spectrophotometric analysis to characterize the samples according to their parameters. The parameters analyzed were pH, electrical conductivity, partial and total alkalinity, total hardness and calcium, chlorides, organic matter, color, turbidity, nitrates, ammonia, iron and sulfate. With the work of stage can be performed to acquire knowledge about the composition and behavior of physical and chemical parameters of waters, especially when the water is intended for the cultivation of aquatic organisms.

Keywords: Water. Parameters. Analysis.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIGURA 1	Distribuição da água no planeta.....	10
FIGURA 2	Diagrama do procedimento de serviço da NUTEC.....	14
FIGURA 3	Figura 3– Espectrofotômetro Pharo 300 Merck.	16
FIGURA 4	Funcionamento do espectrofotômetro.....	17
FIGURA 5	Relação entre pH e % de CO ₂ livre, HCO ₃ ⁻ e CO ₃ ²⁻	18
FIGURA 6	pHmêtro.....	19
FIGURA 7	Condutivímetro- “Conductivity Meter” –Lutron- CD4302.....	21
FIGURA 8	Determinação da AT.....	22
FIGURA 9	Bancada do laboratório com as amostras a determinação da AT.....	23
FIGURA 10	Determinação da dureza total.....	25
FIGURA 11	Determinação da dureza de cálcio.....	25
FIGURA 12	Determinação de cloreto.....	26
FIGURA 13	Determinação de matéria orgânica.....	27
FIGURA 14	Determinação de nitrato.....	30
FIGURA 15	Determinação de nitrito.....	31
FIGURA 16	Determinação de amônia.....	32
FIGURA 17	Determinação de ferro.....	33
FIGURA 18	Determinação de sulfato.....	34

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	9
2	ATIVIDADES DESENVOLVIDAS.....	14
2.1	Procedimento	14
2.2	Laboratório de Química Ambiental.....	15
2.2.1	Análises Titulométricas.....	15
2.2.2	Análises Espectrofotometria.....	16
2.3	Análises Físico-Químicas.....	17
2.3.1	pH.....	17
2.3.2	Condutividade Elétrica.....	20
2.3.3	Alcalinidade Parcial e Total.....	21
2.3.4	Dureza Total e de Cálcio.....	23
2.3.5	Cloretos.....	25
2.3.6	Matéria Orgânica.....	26
2.3.7	Cor.....	28
2.3.8	Turbidez.....	28
2.3.9	Nitratos.....	29
2.3.10	Nitritos.....	30
2.3.11	Amônia.....	31
2.3.12	Ferro.....	32
2.3.13	Sulfatos.....	33
3	CONCLUSÃO.....	35
	REFERÊNCIAS.....	36

1 INTRODUÇÃO

A Fundação Núcleo de Tecnologia Industrial do Ceará (NUTEC) é uma fundação pública do Ceará com sede no Campus do Pici da Universidade Federal do Ceará em Fortaleza. Tem como função a difusão da inovação e desenvolvimento tecnológico industrial do Ceará.

Em meados de 1977, a então Secretaria de Indústria e Comércio do Governo do Estado através de pesquisas viu a necessidade de criar o NUTEC- Núcleo de Tecnologia Industrial. Assim, a Fundação Núcleo de Tecnologia Industrial – NUTEC foi instituída no dia 12 de dezembro de 1978, através do Decreto nº 13.017, pelo Governador do Estado do Ceará da época, Dr. Waldemar Alcântara.

A Fundação promove, coordena e realiza estudos e pesquisas científicas e tecnológicas industriais, inovação, adaptação, difusão, capacitação, prestação de serviços de assistência técnica e extensão tecnológica industrial.

O objetivo do Parque Tecnológico, Incubadora de Empresas do NUTEC é estimular a criação e o desenvolvimento de micro e pequenas empresas de base tecnológica, oferecendo suporte técnico e gerencial e formação complementar ao empreendedor.

O NUTEC também oferece a infraestrutura tecnológica do NUTEC, com laboratórios acreditados pelo INMETRO, plantas pilotos e modernos equipamentos de análise e os talentos humanos que compõem as suas equipes técnicas e de consultores associados.

Hoje, o NUTEC é vinculado à Secretaria da Ciência e Tecnologia - SECITECE, a quem compete planejar, coordenar, fiscalizar e supervisionar as atividades pertinentes ao ensino superior, à pesquisa científica e ao desenvolvimento tecnológico no âmbito do Estado, bem como formular, em acordo com as diretrizes estabelecidas pelo Conselho Estadual de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CEDCT.

As atividades desenvolvidas no estágio realizado no Laboratório de Química Ambiental do Núcleo de Tecnologia de Alimentos e Química – NUTALQ resumem-se basicamente em análises físico-químicas de amostras de água solicitadas ao NUTEC.

A água é um recurso natural de valor inestimável. Sua importância se dá tanto para o consumo humano, quanto para o uso em cultivo de organismos aquáticos, manutenção dos ciclos biológicos, químicos, geológicos e mantêm em equilíbrio os ecossistemas. O ciclo hidrológico se constitui, basicamente, em um processo contínuo de transporte de massas d'água do oceano para a atmosfera e desta, através de precipitações, escoamento (superficial e

subterrâneo) novamente ao oceano. No contexto da Limnologia, o estudo do ciclo hidrológico assume importância na medida em que influencia diretamente a distribuição e a extensão dos corpos d'água continentais. Em muitas regiões o ciclo hidrológico vem sofrendo alterações e muitas destas ocorridas por interferência humana (ESTEVEZ, 1998).

A água é a substância mais abundante nos sistemas vivos perfazendo 70% ou mais do peso da maioria das formas de vida. O planeta Terra possui $\frac{3}{4}$ da superfície coberta por água, destes, 97% são salgadas e apenas 3% doce (Figura 1). Contudo, do percentual total da água doce existente, a maior parte encontra-se sob a forma de gelo nas calotas polares e geleiras, parte é gasosa e parte é líquida – representada pelas fontes subterrâneas e superficiais. Calcula-se que anualmente evaporam dos oceanos cerca de 383.000 km³ de água, correspondente a uma camada de água de 106cm de espessura (WUNDT, W., 1953).

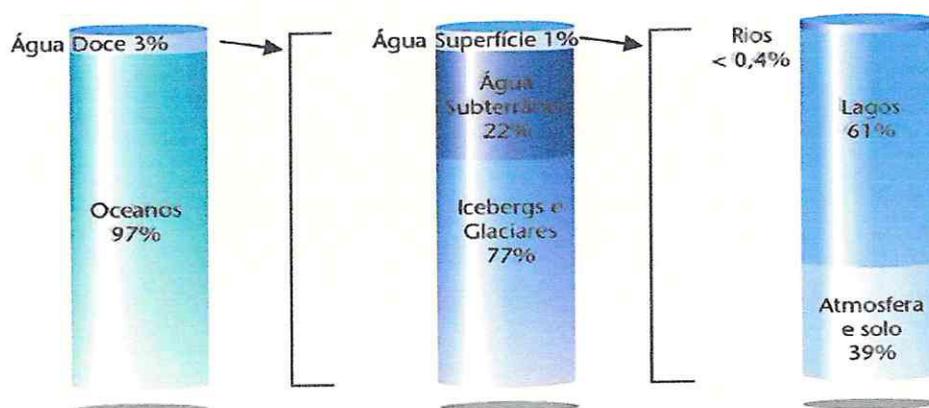


Figura 1 - Distribuição da água no planeta. Fonte: adaptado de <http://www.portalsaofrancisco.com.br>. Consultado em novembro de 2009.

Basicamente, destaca Von Sperling (1995), três grandes aspectos vinculados à água promovem diferentes usos, quais sejam:

- ✓ Elemento ou componente físico da natureza: promove a manutenção da umidade do ar, da relativa estabilidade do clima na Terra e da beleza de algumas paisagens; geração de energia; meio para navegação, pesca e lazer; transporte de resíduos, despejos líquidos e sedimentos.
- ✓ Ambiente para a vida aquática: promove o ambiente para a vida dos organismos aquáticos
- ✓ Fator indispensável à manutenção da vida terrestre.

Segundo Mota (2000) a classificação das águas quanto à qualidade é a seguinte:

- ✓ Água potável - Denominada aquela que não tem micróbios patogênicos, nem substâncias químicas além dos limites de tolerância e não é desagradável pelo seu aspecto, a quaisquer dos nossos sentidos (visão, olfato, tato e paladar);
- ✓ Água poluída - É aquela que contém substâncias que modificam sua característica e a torna imprópria para o consumo.
- ✓ Água contaminada - É a que contém micróbios patogênicos ou substâncias venenosas.

Faz parte do gerenciamento dos recursos hídricos o controle ambiental, de forma a impedir que problemas decorrentes da poluição da água venham comprometer aproveitamento múltiplo e integrado, dessa forma, esse controle pode colaborar para a minimização dos impactos negativos ao meio ambiente.

É necessário entender os processos ambientais para que se avance no conhecimento dos ecossistemas e para que se possa atuar corretamente sobre as causas das alterações encontradas. Isso somente é possível quando se dispõe de um conjunto de informações confiáveis obtidas a partir de observações sobre o que está ocorrendo no meio. E assim que os sistemas de monitoramento de qualidade água devem ser entendidos e planejados (TUNDISI, 2002).

No âmbito do cultivo de organismos aquático a Limnologia é o estudo ecológico do metabolismo dos ecossistemas aquáticos continentais, como lagos, açudes, lagoas, lagoas, represas, rios. Estes estudos possibilitaram o conhecimento da estrutura e do funcionamento destes ecossistemas, viabilizando, portanto o seu manejo e a maximização da sua produtividade (ESTEVES, 1998).

O Brasil é um país com poucos sistemas de monitoramento de qualidade da água. Portanto, dispõe de uma quantidade pequena de informações sobre o estado de seus corpos de água, principalmente face as suas dimensões continentais, diferenças geográficas regionais e magnitude dos problemas de poluição.

Existem poucas redes instaladas com coleta sistemática de dados e, mesmo no caso de campanhas mais específicas quanto a objetivo e ao local, também não há grande disponibilidade.

A contaminação da água se define como a alteração de sua qualidade natural pela ação do homem, que faz com que seja parcial ou totalmente imprópria para o uso a que se destina. Entende-se por qualidade natural da água o conjunto de características físicas, químicas e bacteriológicas que apresenta a água em seu estado natural nos rios, lagos, mananciais, no subsolo ou no mar (CONEZA, 1998; MOPU, 1985).

A qualidade da água não é um termo absoluto, sendo algo que sempre se caracteriza, em função de determinado uso. Interessa, pois, conhecer a água com diversas utilizações: água potável, uso doméstico e urbano, uso industrial, agrícola e aquícola. O meio aquático acolhe espécies de animais e vegetais e como meio receptor de efluentes residuais de origem urbana ou industrial (CONEZA, 1998). Esse fato indica a necessidade do país desenvolver sua tecnologia de redes de monitoramento de qualidade da água e reconhecer a importância desses investimentos, para melhorar e ampliar seus bancos de informações no setor de recursos hídricos (REBOUÇAS, 2002).

Atualmente, o Brasil conta com a Portaria, nº518, de 25 de março de 2004, do Ministério da Saúde, que estabelece, em seus capítulos e artigos, as responsabilidades por parte de quem produz a água, no caso, os sistemas de abastecimento de água e de soluções alternativas, a quem cabe o exercício de “controle de qualidade da água” e das autoridades sanitárias das diversas instâncias de governo, a quem cabe a missão de “vigilância da qualidade da água para consumo humano”. Também ressalta a responsabilidade dos órgãos de controle ambiental no que se refere ao monitoramento e ao controle das águas brutas de acordo com os mais diversos usos, incluindo o de fonte de abastecimento de água destinada ao consumo humano.

Os parâmetros para a análise da qualidade da água podem ser:

- ✓ Parâmetros de natureza físico-química.
- ✓ Parâmetros microbiológicos.
- ✓ Parâmetros considerados como substâncias indesejáveis e outros correspondentes a substâncias tóxicas.

Para águas superficiais existe a Resolução CONAMA N°430, de 13 de maio de 2011, do Ministério do Meio Ambiente, que dispõe sobre condições e padrões de lançamento de efluentes, aborda a gestão de lançamento de efluentes incluindo o lançamento direto e indireto destes, disposição de efluentes no solo, complementa e altera a Resolução CONAMA N°357, de 17 de março de 2005 que antes dispunha sobre as condições de classificação e qualidade, e agora estão incluídos no CONAMA N°430 as condições e padrões de emissão adotados para o controle de lançamentos de efluentes no corpo receptor. Também define os limites reforçados para águas de uso para pesca ou cultivo de organismos para fins de consumo intensivo (aquicultura/ mari-cultura) em água doce, salobras e salinas.

Para águas que serão usadas em construção civil, existe a ABNT/CB - NBR 15900 - Comitê Brasileiro De Cimento, Concreto E Agregados. Água para amassamento do concreto especifica os requisitos para a água ser considerada adequada ao preparo de concreto

e descreve os procedimentos de amostragem, bem como os métodos para sua avaliação. Estabelece também como deve ser realizada a coleta de amostras representativas de água, os ensaios preliminares que devem ser realizados em amostras representativas de água, visando sua utilização em concreto de cimento Portland.

Os objetivos propostos no estágio no NUTEC foram acompanhar a realização de análises físico-químicas de águas para os diversos usos, tais como: consumo humano, aquicultura, construção civil e irrigação; analisar os parâmetros físico-químicos para caracterização de efluentes industriais e domésticos.

2 ATIVIDADES DESENVOLVIDAS

2.1 Procedimento

Como prestador de serviços o Laboratório de Química Ambiental (LQA) analisa as amostras de água e de efluente, que podem ser coletadas pelo próprio cliente sob à orientação do técnico responsável pelo laboratório ou, quando o serviço for solicitado, as amostras também podem ser coletadas pelos técnicos do NUTEC. Para tal procedimento, o processo ocorre da seguinte forma (Figura 2).



Figura 2- Diagrama do procedimento de serviço oferecido pela empresa (NUTEC).

- O cliente entra em contato com a Central de Atendimento ao Cliente (CAC) informando qual o serviço requerido por ele;
- A CAC envia uma solicitação ao laboratório para que seja verificada a disponibilidade da realização do serviço requerido;
- Sendo possível a realização do serviço, o laboratório retorna a CAC um orçamento que será posteriormente encaminhado ao cliente para a aprovação do mesmo;

- Aprovado o orçamento pelo cliente, a CAC cadastra o cliente coletando todos os dados da coleta (horário, local, data e o fim a que se destina) através da abertura de um processo numerado;
- Em seguida ocorre o envio da amostra para o laboratório. A amostragem e transporte pode se dar pelo próprio cliente ou esse pode contratar o NUTEC para realização deste serviço;
- Chegando ao laboratório, a amostra é catalogada e recebe um número que será escrito no caderno de protocolo e no recipiente da amostra e este será encaminhado para as análises;
- Feito este procedimento se dá início às análises que devem ser realizadas dentro do prazo estabelecido com o cliente, este prazo normalmente em torno de sete dias úteis.
- Depois de realizadas as análises é feito um relatório contendo os resultados obtidos das análises, que são exclusivos do cliente, e que serão enviados ao mesmo através da CAC.

A quantidade de amostra pedida ao cliente é maior do que a necessária para a realização das análises, pois uma quantidade da amostra é preservada por um período de uma semana, como contra prova ou caso aja a necessidade de se refazer alguma análise. Passado este período a amostra é descartada.

2.2 Laboratório de Química Ambiental

Com o intuito de caracterizar as amostras de água e efluentes recebidas, o Laboratório de Química Ambiental realiza as seguintes análises: pH, condutividade elétrica, alcalinidade parcial e total, dureza total e de Cálcio, cloretos, matéria orgânica, cor, turbidez, nitratos, amônia, ferro e sulfatos.

2.2.1 Análises Titulométricas

Titulação é o processo empregado em química para se determinar a quantidade de substância de uma solução pelo confronto com uma outra espécie química, de concentração e

natureza conhecidas. A substância de interesse em qualquer determinação recebe o nome de analito. A espécie química com concentração definida recebe o nome de titulante, que é, em geral, uma solução obtida a partir de um padrão primário, podendo ser um sal ou uma substância gerada na solução que se deseja valorar. A solução a ter sua concentração determinada recebe o nome de titulado. As análises titulométricas são realizadas em duplicatas para minimizar os erros, sendo o volume de 0,5 mL a diferença máxima permitida entre as duas titulações (VOGEL,1981).

2.2.2 Análises espectrofotométricas

A espectrofotometria é o método de análises óptico mais usado nas investigações biológicas e físico-químicas. Todas as substâncias podem absorver energia radiante, mesmo o vidro que parece completamente transparente, absorve comprimentos de ondas que pertencem ao espectro visível. A água absorve fortemente na região do infravermelho. A absorção das radiações ultravioletas, visíveis e infravermelhas depende das estruturas das moléculas, e é característica para cada substância química. Quando a luz atravessa uma substância, parte da energia é absorvida (absorbância), a energia radiante não pode produzir nenhum efeito sem ser absorvida (OHLWERLER,1976).

O espectrofotômetro (Figura 3) é um instrumento que permite comparar a radiação absorvida ou transmitida por uma solução que contém uma quantidade desconhecida de soluto, e uma quantidade conhecida da mesma substância.



Figura 3– Espectrofotômetro Pharo 300 Merck.

O funcionamento do aparelho está representado no esquema abaixo (Figura 4).

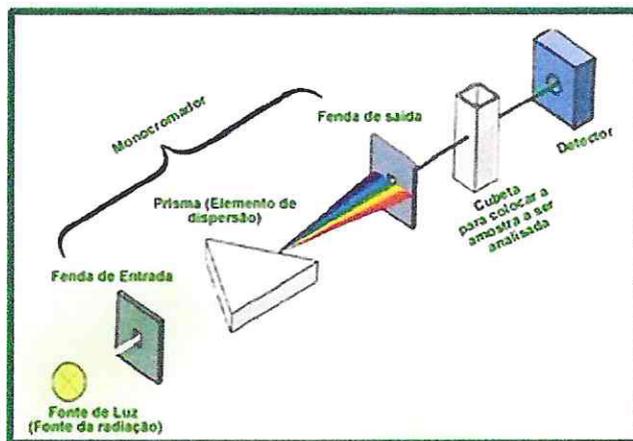


Figura 4 - Funcionamento do espectrofotômetro. Fonte :www.bcordigital.blogspot.com/2011/espectrofotometro

Para a realização das análises espectrofotométricas são preparadas soluções de concentrações conhecidas, com o intuito de elaborar uma curva de calibração, através da leitura da absorbância correspondente à cada concentração das soluções padrões preparadas e obter através de regressão linear, a equação da reta para calcular a concentração das amostras. Os espectrofotômetros mais modernos já editam esta equação da reta e, neste caso, a leitura da concentração da amostra analisada é mostrada no visor do aparelho.

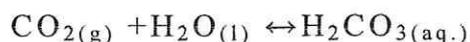
2.3 Análises Físico-Químicas

Para a realização das análises descritas a seguir foram seguidos os procedimentos gerais do Standard Methods For Examination of Water and Wasterwate, 21st Edition/2005.

2.3.1 pH

Segundo Carmouze (1994), o termo pH (potencial hidrogeniônico) é usado universalmente para expressar o grau de acidez na água ou basicidade de uma solução, ou seja, é o modo de expressar a concentração de íons de hidrogênio nessa solução. O pH é

influenciado pela dissolução de gases na água através da difusão dos mesmos. O CO_2 , gás carbono, na água, está geralmente combinado com outros compostos, como com a molécula de água e forma o ácido carbônico:



Desta forma, pode-se explicar o pH levemente ácido da água da chuva (em regiões não poluídas) e mesmo da água destilada de quais quer tipo de “sais” (Figura 5).

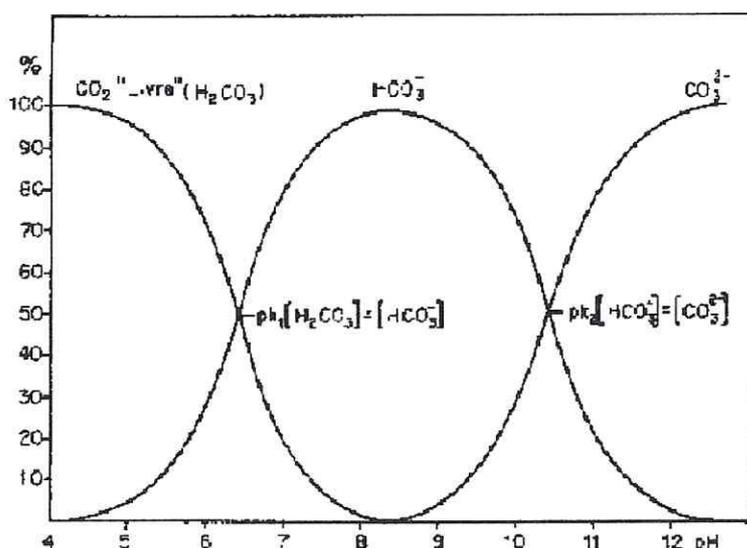
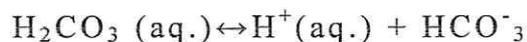
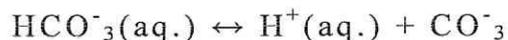


Figura 5 - Relação entre pH e % de CO_2 livre, HCO_3^- e CO_3^{2-} . Modificado de GOLTERMAN et al., 1978. (Fonte: ESTEVES, 1998).

O ácido carbônico é um ácido fraco, que logo após sua formação sofre uma primeira dissociação segundo a equação formando íons de hidrogênio e bicarbonato.



A segunda dissociação dos íons bicarbonatos ocorre formando íons de hidrogênio e carbonato com mostra a equação abaixo.



Assim o carbono inorgânico pode aparecer de três formas principais: carbono “livre” ($\text{CO}_2 + \text{H}_2\text{CO}_3$), íons bicarbonato (HCO_3^-) e carbonato (CO_3^{2-}).

A escala de pH é constituída de uma série de números variando de 0 a 14, os quais denotam graus de acidez ou alcalinidade. Valores abaixo de 7 e próximos de zero indicam aumento de acidez, enquanto valores de 7 a 14 indicam aumento da basicidade. As águas superficiais possuem um pH entre 4 e 9.

O pH pode ser considerado uma das variáveis ambientais mais importantes, ao mesmo tempo de complexa interpretação, pois os valores de pH se deve ao grande número de fatores que podem influenciá-lo. Na maioria das águas naturais o pH da água é influenciado pela concentração de íons H^+ originados da dissociação do ácido carbônico ($H_2CO_3 \leftrightarrow 2H^+ + CO_3^{2-}$), que gera valores baixos de pH e das reações de íons carbônico e bicarbonato com a molécula de água ($CO_3^{2-} + H_2O \leftrightarrow HCO_3^- + OH^-$; $HCO_3^- + H_2O \leftrightarrow H_2CO_3 + OH^-$), que elevam os valores de pH para a faixa alcalina (ESTEVES,1998).

Naturalmente nesses casos, o pH reflete o tipo de solo por onde a água percorre. Geralmente um pH muito ácido ou muito alcalino está associado a presença de despejos industriais. A determinação do pH é feita através do método eletrométrico, utilizando-se para isso um pHmetro digital como o mostrado na figura 6, com um eletrodo de vidro, com precisão de $\pm 0,1$.



Figura 6- pHmetro utilizado para determinação do potencial hidrogeniônico.

O pH fornece indícios sobre a qualidade hídrica (água superficial valor entre 4 e 9), o tipo de solo por onde a água percorreu e indica a acidez ou a alcalinidade da solução .

O procedimento para análise do pH segue a seguinte metodologia:

1. Lavar o eletrodo com água destilada e enxugar com papel absorvente;
2. Ajustar o aparelho para calibração em pH = 4,0 e introduzir o tampão de pH = 4,0;

3. Ajustar o aparelho para calibração em $\text{pH} = 7,0$ e introduzir o tampão de $\text{pH} = 7,0$;
4. Imergir o eletrodo em cada uma das amostras e depois de feita a leitura do valor de pH , retirar o eletrodo, sempre lavando-o com água destilada e enxugando-o com papel absorvente após a medida de pH de cada amostra.

2.3.2 Condutividade Elétrica

A condutividade elétrica de uma solução é a capacidade desta em conduzir a corrente elétrica. Considerando-se que a capacidade de uma solução em conduzir a corrente elétrica é função da concentração dos íons presentes, é de se esperar que em solução de maior concentração iônica, maior será a condutividade elétrica. Por outro lado, em águas muito puras ocorre fenômeno inverso: maior será a resistência e menor a condutividade.

Além da temperatura, o pH da amostra pode ter grande influência sobre os valores de condutividade elétrica. Especialmente em águas pobres em sais solúveis e de baixos valores de ($\text{pH} < 5$), o íon H^+ torna-se o principal responsável pelos valores de condutividade elétrica. Caso semelhante ocorre também com o íon OH^- em águas muito alcalinas ($\text{pH} > 9$). Assim, em amostras cujos valores de pH se localizam nas faixas extremas, os valores de condutividade são devidos, em grande parte, a elevadas concentrações de poucos íons em solução. Na prática, isto mostra que um corpo d'água rico em compostos húmicos e com pH baixo (cerca de 4) pode apresentar valores de condutividade elétrica da água sem, no entanto, apresentar concentrações adequadas de íons limnologicamente importantes (ESTEVEZ, 1998).

Segundo Von Sperling (2004) pode-se constatar a ocorrência de teores elevados de condutividade elétrica no período seco, quando não ocorre o efeito diluidor das águas da chuva.

Em regiões tropicais, os valores de condutividade elétrica nos ambientes aquáticos estão mais relacionados com as características geoquímicas da região onde se localizam com as condições climáticas (estação seca e chuvosa), do que com o estado.

O aparelho utilizado para medição da condutividade é o condutivímetro (Figura 7).

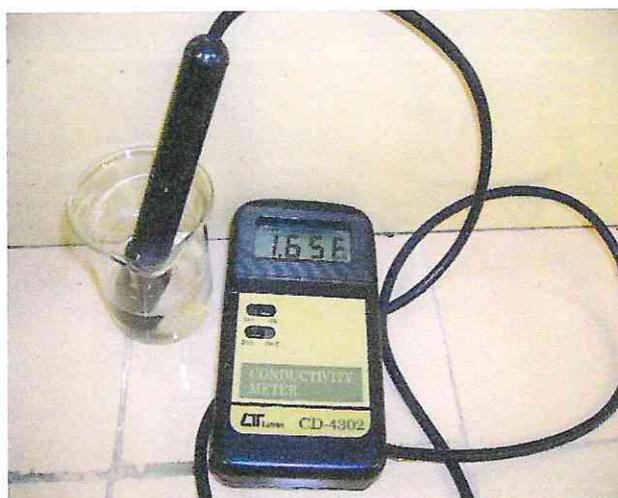


Figura 7 – Condutivímetro- “Conductivity Meter” –Lutron- CD4302

A determinação da condutividade da água é realizada segundo as seguintes etapas:

1. Ligar o aparelho e selecionar a faixa de medição 2 mS;
2. Introduzir o eletrodo em uma solução de condutividade 1,413 mS ou solução de cloreto de potássio (KCl) 0,01 M;
3. Calibrar o medidor através de um ajuste no aparelho;
4. Lavar o eletrodo com água destilada e enxugar com papel absorvente;
5. Imergir o eletrodo em cada uma das amostras, sempre lavando o eletrodo com água destilada e enxugando-o com papel absorvente após a medida de condutividade de cada amostra.

2.3.3 Alcalinidade Parcial e Total

A Alcalinidade Total (AT) de uma água é dada pelo somatório das diferentes formas de alcalinidade existentes, ou seja, é a concentração de hidróxidos (OH^-), carbonatos (CO_3^{2-}) e bicarbonatos (HCO_3^-), expressa em termos de carbonato de cálcio (CaCO_3). A Alcalinidade Parcial (AP) ocorre quando existe a presença dos íons OH^- e CO_3^{2-} ou somente os íons OH^- ou CO_3^{2-} . Pode-se dizer que a alcalinidade mede a capacidade da água em neutralizar (tamponar) os ácidos (BECKER, 2008).

A medida da alcalinidade é de fundamental importância durante o processo de tratamento de água, pois, é em função do seu teor que se estabelece a dosagem dos produtos químicos utilizados.

No laboratório são realizadas as determinações de alcalinidade parcial e alcalinidade total. O método baseia-se em uma reação de neutralização, pela titulação direta de uma solução de ácido sulfúrico (H_2SO_4) na presença de um indicador adequado. As figuras 8 e 9 ilustram a determinação da alcalinidade total de uma amostra.

O procedimento para determinação de AP e AT segue as etapas descritas abaixo:

1. Pipetar 50 mL da amostra utilizando uma pipeta volumétrica e transferir para um erlenmeyer de 125 mL;
2. Adicionar 3 gotas de fenolftaleína 0,5% e agitar;
3. Se a amostra não adquirir coloração rósea, a alcalinidade parcial (AP) é zero, se desenvolver uma coloração rosa ou vermelha, titular com solução padrão de H_2SO_4 0,02 N até que a amostra fique incolor ou da cor original;
4. Adicionar à amostra sobre a qual acabou de ser determinada a alcalinidade parcial, 4 gotas do indicador alaranjado de metila 0,1% e agitar;
5. Titular com solução padrão de H_2SO_4 0,02 N;
6. Calcular a concentração usando a equação abaixo.

$$\text{AT (mg CaCO}_3\text{/L)} = V_g \times f \times 1000/V_a$$

Onde:

V_g = volume de H_2SO_4 0,02 N gasto na titulação da amostra

F = fator de correção da solução de H_2SO_4 0,02 N

V_a = volume da amostra

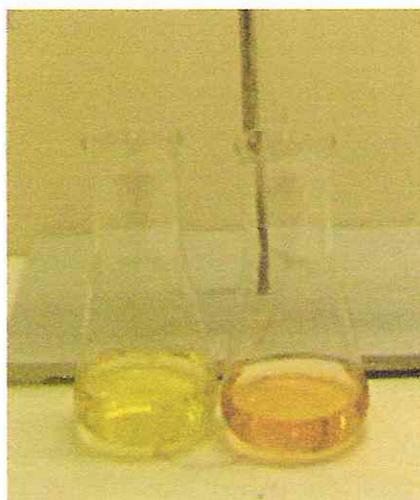


Figura 8 – Determinação da AT. Cor amarela clara antes da titulação com H_2SO_4 (esquerda) usando o indicador alaranjado de metila e cor laranja depois da titulação (direita).



Figura 9 – Imagem da bancada do laboratório com as amostras a determinação da AT.

2.3.4 Dureza Total e de Cálcio

A dureza total é calculada como sendo a soma das concentrações de íons cálcio (Ca^{2+}) e magnésio (Mg^{2+}) na água, expressos como carbonato de cálcio (CaCO_3).

Estes íons têm papel importante na produtividade global dos ecossistemas aquáticos, pois fazem parte de importantes processos fisiológicos de organismos aquáticos. O cálcio, por exemplo, é essencial para o crescimento de algas, macrófitas aquáticas e muitos animais, em especial moluscos e crustáceos. Encontra-se combinado em duas formas: carbonato e bicarbonato de cálcio (ESTEVEES, 1998).

A dureza de uma água pode ser temporária ou permanente. A dureza temporária, também chamada de dureza de carbonatos, é causada pela presença de bicarbonatos de cálcio e magnésio. Esse tipo de dureza resiste à ação dos sabões e provoca incrustações. É denominada de temporária porque os bicarbonatos, pela ação do calor, se decompõem em gás carbônico, água e carbonatos insolúveis que se precipitam.

A dureza permanente, também chamada de dureza de não carbonatos, é devida à presença de sulfatos, cloretos e nitratos de cálcio e magnésio, resiste também à ação dos sabões, mas não produz incrustações por serem seus sais muito solúveis na água.

De acordo com os teores de sais de cálcio e magnésio, expressos em mg/L de CaCO_3 , a água pode ser classificada em:

- ✓ Água mole: até 50 mg/L
- ✓ Água moderadamente dura: de 50 a 150 mg/L

- ✓ Água dura: de 150 a 300 mg/L
- ✓ Água muito dura: acima de 300 mg/L

São analisadas a dureza total e de cálcio das amostras. O método baseia-se numa reação de complexação e a visualização dos pontos finais é mostrada na figura 10 e na figura 11.

O procedimento da análise segue os seguintes passos:

Dureza Total:

1. Pipetar 50 mL da amostra utilizando uma pipeta volumétrica e transferir para um erlenmeyer de 125 mL.
2. Adicionar 3 mL da solução tampão pH 10.
3. Adicionar negro de eriocromo T.
4. Titular com a solução EDTA 0,01 M.

Dureza de Cálcio:

1. Pipetar 50 mL da amostra utilizando uma pipeta volumétrica e transferir para um erlenmeyer de 125 mL.
2. Adicionar 2 mL de hidróxido de sódio 10%
3. Adicionar murexida.
4. Titular com a solução de EDTA 0,01 M.

Para determinar da dureza utiliza-se a equação abaixo;

$$DT \text{ (mgCaCO}_3\text{/L)} = V_g \times f \times 1000/V_a$$

Onde:

V_g = volume de EDTA 0,01M gasto na titulação da amostra

F = fator de correção da solução de EDTA 0,01 M

V_a = volume (mL) da amostra



Figura 10 - Determinação da dureza total. A coloração rosa é antes da titulação com EDTA e a azul representa após a titulação determinando a dureza total.



Figura 11 - Determinação da dureza de cálcio. Coloração rosa antes da titulação com EDTA e lilás após a titulação determinando a dureza de cálcio.

2.3.5. Cloretos

Cloreto, na forma do íon Cl^- , é um dos principais constituintes aniônico das águas e efluentes. Nas águas doces, a presença de cloreto ocorre naturalmente ou pode ser decorrente de poluições, por parte da água do mar, esgotos domésticos ou industriais.

Íons cloreto em concentração elevada nos cursos d'água indicam que está ocorrendo contaminação por resíduos domiciliares ou industriais. Como o íon cloreto (Cl^-) é muito reativo, além de alterar o equilíbrio do sistema, é potencializador da corrosão em tubulações e altera a potabilidade da água (BECKER, 2008).

A determinação de cloretos é realizada conforme sequência abaixo e o método se baseia em uma reação de precipitação, e a visualização do ponto final como mostrado na figura 12.

1. Pipetar 50 mL da amostra utilizando uma pipeta volumétrica e transferir para um erlenmeyer de 250 mL.
2. Adicionar 1 mL de cromato de potássio 1%.
3. Titular com a solução de nitrato de prata 0,0141 N

Para determinar a concentração de cloretos utiliza-se a equação abaixo;

$$\text{Cl}^- (\text{mg/L}) = V_g \times f \times 500/V_a$$

Onde:

V_g = volume de AgNO_3 0,0141 N gasto na titulação da amostra

F = fator de correção da solução de AgNO_3 0,0141 N

V_a = volume (mL) da amostra



Figura 12 - Determinação de cloreto. Amostra com coloração amarela (esquerda) antes da titulação com nitrato de prata e a amostra de coloração alaranjada (direita) depois da titulação.

2.3.6 Matéria Orgânica

A matéria orgânica (OC) presente nos corpos d'água e nos esgotos é uma característica de primordial importância. A estabilização ou decomposição biológica da matéria orgânica lançada ou presente na água envolve o consumo de oxigênio (molecular) dissolvido na água, nos processos metabólicos desses organismos biológicos aeróbicos.

Em função disso, a redução da taxa de oxigênio dissolvido em um recurso hídrico pode indicar atividade bacteriana decompondo matéria orgânica.

Logo, surge o conceito da demanda de oxigênio em relação à matéria orgânica, sendo muito utilizadas as demandas bioquímicas de oxigênio (DBO) e a química de oxigênio (DQO). Entende-se por DBO a quantidade de oxigênio molecular necessária à estabilização da matéria orgânica carbonada decomposta aerobiamente por via biológica e DQO, a quantidade de oxigênio molecular necessária à estabilização da matéria orgânica por via química.

Os processos oxidativos, dentre estes ocupam lugar preponderante os respiratórios, podem causar um grande consumo de oxigênio nas águas de um manancial. Microorganismo e vegetais heterótrofos, quando em grande número podem reduzir o oxigênio disponível a nível zero. Sendo que a proliferação de tais organismos depende das fontes de alimento, ou seja, matéria orgânica (BECKER, 2008).

O método baseia-se numa reação de oxi-redução, usando o permanganato de potássio (KMnO_4 0,0125 N) em meio ácido. A visualização do ponto final está apresentada na figura 13.

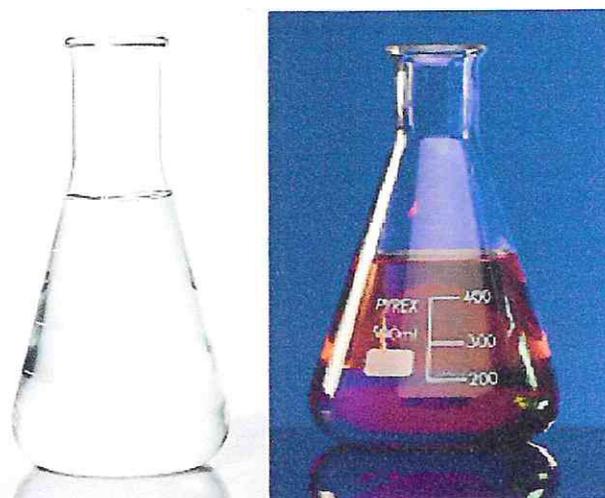


Figura 13 - Ponto final da determinação de matéria orgânica.

A metodologia segue o seguinte procedimento:

1. Pipetar 50 mL da amostra utilizando uma pipeta volumétrica e transferir para um erlenmeyer de 250 mL;
2. Adicionar 5 mL de ácido sulfúrico 20%;

3. Adicionar 10 mL de permanganato de potássio 0,0125 N;
 4. Aquecer e adicionar 10 mL de oxalato de sódio 0,0125 N, deixando em ebulição por 3 minutos;
 5. Titular a quente com a solução de KMnO_4 0,0125 N;
- Para determinar a matéria orgânica utiliza-se a equação abaixo;

$$\text{OC (mgO}_2\text{/L)} = 0,0125 \times V_g \times f \times 8 \times 1000/V_a$$

Onde:

V_g = volume (mL) de KMnO_4 0,0125 N gasto na titulação da amostra;

F = fator de correção da solução de KMnO_4 0,0125 N;

V_a = volume (mL) da amostra.

2.3.7 Cor

A cor é uma medida que indica a presença na água de substâncias dissolvidas, ou finamente divididas (material em estado coloidal). Assim como a turbidez, a cor é um parâmetro de aspecto estético de aceitação ou rejeição da água. A determinação da cor é realizada através da leitura da amostra de água em espectrofotômetro.

2.3.8 Turbidez

A turbidez da água é a medida de sua capacidade em dispersar a radiação direta incidente no corpo de água. Quantitativamente, este fenômeno pode ser expresso em termos de coeficiente de dispersão ou alguma unidade empírica, como a turbidez nefelométrica. Esta medida é expressa em diferentes unidades, sendo as mais frequentes: NTU ("Nephelometri Turbidity Units") e unidades de turbidez de Jackson (ESTEVES, 1998).

Os principais responsáveis pela turbidez da água (também pela dispersão radiação) são principalmente as partículas suspensas e em menor proporção os compostos dissolvidos. Estes são responsáveis pela verdadeira cor da água e o material em suspensão pela cor aparente. Pode-se considerar a cor aparente da água, como a sua turbidez (HUTCHINSON, 1957).

A determinação da turbidez é realizada através da leitura da amostra em espectrofotômetro.

2.3.9 Nitrato

Os teores de nutrientes estão relacionados ao grau de poluição doméstica e industrial de um ecossistema aquático. Altos valores de nutrientes são, muitas vezes, interpretados como indicadores de meio poluído, apresentando um estado avançado de eutrofização, ressaltando a importância dada a determinação dos nutrientes e elaboração de diagnósticos ambientais (CARMOUZE, 1994).

O nitrogênio está presente nos ambientes aquáticos sob as formas: de nitrato (NO_3^-) e nitrito (NO_2^-). Dentre tais formas, o nitrato assume grande importância nos ecossistemas aquáticos, uma vez que representam as principais fontes de nitrogênio para os produtores primários (ESTEVEZ, 1998). O nitrato está associado a doenças como metahemoglobinemia, por isso ele é padrão de potabilidade da água.

A determinação de nitrato segue as seguintes etapas:

1. Pipetar 10 mL da amostra utilizando uma pipeta volumétrica e transferir para um becker de 100 mL;
2. Adicionar 1 mL de salicilato de sódio;
3. Evaporar;
4. Tratar o resíduo com 2 mL de ácido sulfúrico;
5. Adicionar 15 mL de água destilada;
6. Adicionar 15 mL de tartarato de sódio e potássio;
7. Fazer o branco (água destilada mais reagentes);
8. Levar cada uma das amostras ao espectrofotômetro e anotar a concentração mostrada no visor, lavando sempre a cubeta com água destilada e com a amostra antes da medida de cada uma delas e tendo o cuidado para não manchar a cubeta para que não cause nenhuma interferência na leitura do aparelho.

A figura 14 apresenta um exemplo da determinação de nitrato em uma amostra de água.



Figura 14- Determinação de nitrato. Quanto mais intensa a coloração, indica que maior é a concentração de nitrato.

2.3.9 Nitrito

O nitrito, de todas as formas combinadas do nitrogênio, é a que se apresenta em menor proporção em águas superficiais. É uma forma instável na presença de oxigênio e ocorre como composto intermediário na nitrificação e na desnitrificação (SPERLING, 1995).

As etapas para a determinação do teor de nitrito estão especificadas abaixo:

1. Pipetar 10mL da amostra utilizando uma pipeta volumétrica e transferir para um tubo de ensaio;
2. Adicionar 10mL de reagente colorimétrico;
3. Fazer o branco (água destilada mais reagentes);
4. Levantar cada uma das amostras ao espectrofotômetro e anotar a concentração mostrada no visor. Antes da leitura lava-se sempre a cubeta com água destilada e com a amostra antes da medida de cada uma delas e tendo o cuidado para não manchar a cubeta para que não cause nenhuma interferência na leitura do aparelho.

A figura 15 apresenta o resultado da determinação de nitrito.

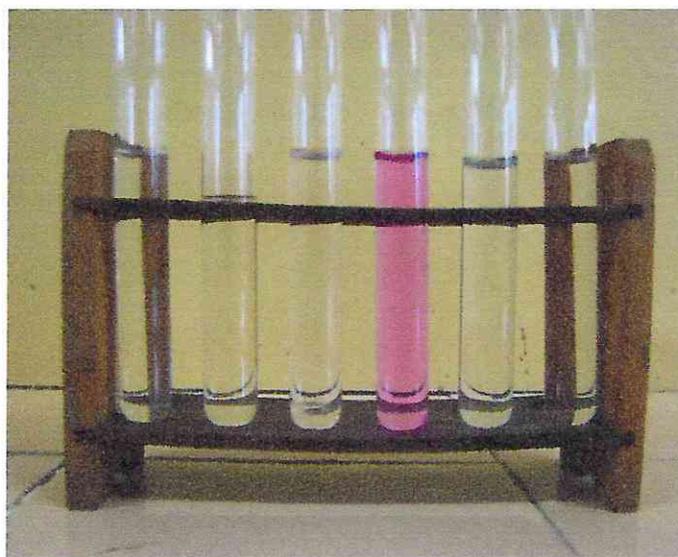


Figura 15 - Determinação de nitrito. Quanto mais intensa a coloração, indica que maior é a concentração de nitrito.

2.3.10 Amônia

Nas águas subterrâneas os nitritos e amônia são ausentes, pois são rapidamente convertidos a nitrato pelas bactérias. Pequeno teor de nitrito e amônia é sinal de poluição orgânica recente. O procedimento para determinação da amônia segue as seguintes etapas:

1. Pegar cerca de 100 mL da amostra em erlenmeyer de 125 mL;
2. Adicionar 1 mL de sulfato de zinco;
3. Adicionar 5 gotas de hidróxido de sódio 6 N;
4. Deixar decantar por 10 minutos;
5. Pipetar 10 mL do sobrenadante utilizando uma pipeta volumétrica e transferir para um tubo de ensaio;
6. Adicionar 2 gotas de sal de Rochele;
7. Adicionar 0,4mL do reagente de Nessler;
8. Fazer o branco (água destilada mais reagentes);
9. Levantar cada uma das amostras ao espectrofotômetro e anotar a concentração mostrada no visor. Antes de cada leitura, lavar sempre a cubeta com água destilada e com a amostra antes da medida de cada uma delas e tendo o cuidado para não manchar a cubeta para que não cause nenhuma interferência na leitura do aparelho.

A figura 16 apresenta como fica a amostra para a leitura no espectrofotômetro, e quanto mais intensa a coloração, indica que maior é a concentração de amônia.



Figura 16 - Resultado final da determinação de amônia.

2.3.11 Ferro

É um elemento presente em quase todas as águas subterrâneas. Suas fontes são minerais escuros portadores de ferro. O ferro no estado ferroso (Fe^{2+}) forma compostos solúveis, principalmente hidróxidos. Em ambientes oxidantes o Fe^{2+} passa a Fe^{3+} dando origem ao hidróxido férrico, que é insolúvel e se precipita, tingindo fortemente a água. Desta forma, águas com alto conteúdo de ferro, ao saírem do poço são incolores, mas ao entrarem em contato com o oxigênio do ar ficam amareladas, o que lhes confere uma aparência nada agradável (BECKER, 2008).

A determinação do teor de ferro em amostras de água é realizada segundo o procedimento abaixo:

1. Pipetar 50 mL da amostra utilizando uma pipeta volumétrica e transferir para um erlenmeyer de 500 mL;
2. Adicionar 2 mL de ácido clorídrico;
3. Adicionar 1 mL de cloridrato de hidroxilamina;
4. Aquecer por cerca de 5 minutos;
5. Adicionar 4 mL de ortofenantrolina;

6. Fazer o branco (água destilada mais reagentes);
7. Levar cada uma das amostras ao espectrofotômetro e anotar a concentração mostrada no visor, lavando sempre a cubeta com água destilada e com a amostra antes da medida de cada uma delas, antes de cada leitura e tendo o cuidado para não manchar a cubeta para que não cause nenhuma interferência na leitura do aparelho.

A figura 17 apresenta a coloração expressa das mostra após o procedimento para determinação de ferro.



Figura 17 - Determinação de ferro. Quanto mais forte a coloração indica que maior é a concentração de ferro.

2.3.12 Sulfatos

O sulfato é o ânion SO_4^{2-} , um dos mais abundantes íons da natureza. Nas águas superficiais, ocorre através das descargas de esgotos domésticos e efluentes industriais. Em águas tratadas é proveniente do emprego de coagulantes como sulfato de alumínio, sulfato ferroso e sulfato férrico. Águas de abastecimento público devem ter seu teor de sulfato controlado porque esse provoca efeitos laxativos. Nas águas para abastecimento industrial, o sulfato provoca incrustações em equipamentos e tubulações (BECKER, 2008).

Por tratar-se de um íon solúvel em água, o sulfato só pode ser removido por processos especiais, como por exemplo, osmose reversa.

O procedimento para a análise de sulfatos segue a sequência abaixo:

1. Pipetar 50 mL da amostra utilizando uma pipeta volumétrica e transferir para um erlenmeyer de 250 mL;
2. Adicionar 10 mL da solução de ácido-sal;
3. Adicionar uma espátula de cloreto de bário;
4. Fazer o branco (água destilada mais reagentes);
5. Levar cada uma das amostras ao espectrofotômetro e anotar a concentração mostrada no visor, lavando sempre a cubeta com água destilada e com a amostra antes da medida de cada uma delas.

A figura 18 apresenta uma amostra após a adição de cloreto de bário que forma uma turvação branca, indicando a presença de sulfatos, e quanto mais turva, maior é a concentração de sulfatos.

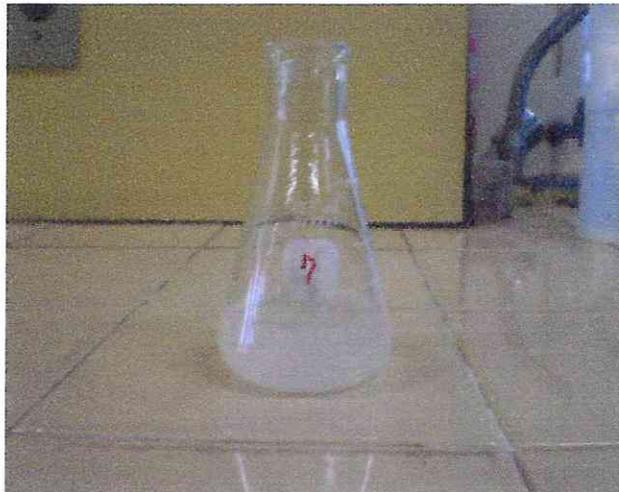


Figura 18 - Determinação de sulfato

3.CONCLUSÃO

As atividades desenvolvidas durante os 4 meses de estágio no Laboratório de Química Ambiental (LQA) do NUTEC foram muito importantes para o futuro exercício da minha profissão, pois como engenheira de pesca torna-se necessário ter o conhecimento da composição e comportamento dos parâmetros físico-químicos das águas, especificamente quando a água é destinada para o cultivo de organismos aquáticos.

REFERÊNCIAS

BRASIL. Ministério da Saúde. Portaria nº518, de 25 de março de 2004. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 26 mar. 2004. Seção 1, p. 266.

BRASIL. Ministério do Meio Ambiente. Conselho Nacional do Meio Ambiente. Resolução nº 357, de 17 de março de 2005. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 18 mar. 2005. Seção 1, p. 58.

BECKER, H., **Apostila de Controle Analítico de Águas**, Versão 4, Fortaleza – CE, 2008.

CARMOUZE, J. P. **O metabolismo dos ecossistemas aquáticos**: fundamentos teóricos, métodos de estudo e análises químicas. São Paulo: Edgard Blücher, 1994.

CASTAGNOLLI, N. **Criação de peixes de água doce**. Jaboticabal: FUNEP, 1992.

CONEZA-VITÓRIA, V. F. **Guia metodologica para la evaluición del impacto ambiental**. 3. ed. Madrid: Mundi-prensa, 1998.

ESPAÑA. Ministério de Obras Públicas y Urbanismo. **Guia para elaboración de estudios del médio físico**: contenido y metodologia. Madrid: GEOTEMA, 1985.

ESTEVES, F. A. **Fundamentos de limnologia**. 2. ed. Rio de Janeiro: Interciência, 1998.

GREENBERG, Arnold E.; AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION. **Standard methods**: for the examination of water and wastewater. 21 ed. Washington, D.C.: American Public Health Association, 2005.

HUTCHINSON, G. E. **A treatise on limnology**: geography, physics, and chemistry. New York: John Wiley, c1957.

MOTA, Suetônio. **Introdução à engenharia ambiental**. 2. ed. Rio de Janeiro: ABES, 2000.

OHLWERLER, O. A. **Química Analítica Quantitativa**. 3a edição, São Paulo : LTC, 1976.

REBOUÇAS, Aldo da Cunha; BRAGA, Benedito; TUNDISI, José Galizia (Org.). **Águas doces no Brasil: capital ecológico, uso e conservação**. 2.ed. São Paulo: Escrituras, 2002. p. 687-702.

SPERLING, E. V.; JARIDIM, F. A.; GRANDCHAMP, C. Water quality during the filling of deep mining lakes: case study of Águas Claras pit lake – MG. **Engenharia Sanitária e Ambiental**, Rio de Janeiro, v. 9, n. 3, jul./set. 2004.

SPERLING, Marcos Von. **Introdução à qualidade das águas e ao tratamento de esgotos**. 2. ed. Rio de Janeiro: ABES, 1995.

VOGEL, A. I. **Química Analítica Qualitativa**. Mestre Jou, Vol.1. 5a ed. Buenos Aires: Kapelusz, 1981.