

## PROTOCOLO DE ANÁLISES FÍSICO QUÍMICAS DE AMOSTRAS DE ÁGUAS DO PROJETO MOSAICO DE ÁGUAS

Carlos Daniel Meneghetti

Laura De Simone Borma, Dra.

INPE  
São José dos Campos  
2023

## RESUMO

A Divisão de Impactos, Adaptação e Vulnerabilidade (DIIAV) do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), visando a consolidação de uma linha de pesquisa em Biogeoquímica Ambiental, implantou, em 2009, o Laboratório de Aerossóis, Soluções Aquosas e Tecnologias (LAQUATEC) para análise e preparação de amostras ambientais e desenvolvimento de tecnologias afins, e em 2019 o Laboratório de Ecohidrologia Isotópica (LabEcoh). Estes laboratórios foram criados para dar suporte, prioritariamente, às pesquisas relacionadas aos temas: química da atmosfera, transferências de espécies químicas nas Interfaces de ecossistemas, estudos da qualidade de corpos de água interiores e costeiros, tecnologias ambientais, deposição e emissão de espécies químicas em diferentes escalas geográficas e ambientes, análises isotópicas e análise de componentes do sistema solo-planta-atmosfera para fins de entendimento do funcionamento do sistema terrestre. Este documento tem como objetivo descrever os parâmetros analíticos a serem realizados no Projeto Mosaico de águas.

## SUMÁRIO

		<u>Pág.</u>
1	INTRODUÇÃO .....	03
2	PLANO DE AMOSTRAGEM.....	05
3	COLETA DE AMOSTRAS E PROCEDIMENTOS DE CAMPO .....	05
4	SEPARAÇÃO E PRESERVAÇÃO DE AMOSTRA .....	07
5	IDENTIFICAÇÃO DE AMOSTRA .....	09
6	ENSAIOS FÍSICO-QUÍMICOS .....	10
7	REFERÊNCIA BIBLIOGRAFICA .....	18

## 1 INTRODUÇÃO

Este documento tem como objetivo descrever os parâmetros físico-químicos a serem realizados nas amostras de água de rios coletadas no projeto Mosaico de Águas tendo como projeto principal o Projeto Mantiqueira, onde será realizada a amostragem da montante (Ponto A), jusante (Ponto B) dos rios que cortam as unidades de conservação e coletas de água de chuva para análise isotópica, sendo as amostragem realizadas nos seguintes pontos com um total de 21 amostras mensais:

Arranjo 1: PNI/APAEP – Parque Nacional do Itatiaia + APA Eng. Passos (Ribeirão da Água Branca)

Arranjo 2: RPPN Pedra da Mina + APA Serra da Mantiqueira + Associação de Proprietários Serra Fina (Rio Claro)

Arranjo 3: RPPN APASA Agulhas Negras + APA Serrinha do Alambari (Rio Alambari)

Arranjo 4: RPPN Gigante do Itaguaré + MONA Mantiqueira Paulista (Rio Brejetuba)

Arranjo 5: PESP – Parque Ecológico Serra do Papagaio + RPPN Cachoeira do Juju (Rio Piracicaba)

Arranjo 6: FLONA Passa Quatro – Floresta Nacional Passa Quatro (Ribeirão Cachoeira)

Arranjo 7: APASFX - São Francisco Xavier

Arranjo 8: PECJ - Campos do Jordão (Rio Sapucaí-Guaçu)

Arranjo 9: APAMRPS Mananciais do Rio Paraíba do Sul (Rio do Braço)

Arranjo 10: APAFD - Fernão Dias

As coletas serão realizadas através de procedimentos operacionais padrão, da realização da coleta, armazenamento e transporte de água, para a realização das análises no laboratório. Como em qualquer análise laboratorial, a coleta das amostras de forma adequada é essencial para garantir a representatividade e, conseqüentemente, resultados confiáveis. Existem muitos problemas que podem contribuir para que os resultados analíticos não sejam satisfatórios. Assim, certos cuidados devem ser tomados para que contaminações sejam minimizadas. Os tipos de frascos a serem utilizados para coleta e estocagem de amostras devem ser escolhidos cuidadosamente, de acordo com o tipo de amostra a ser coletada. A limpeza dos frascos e tampas é também de grande importância para impedir a introdução de contaminantes nas amostras. Além disso, o intervalo de tempo entre a amostragem e as análises pode alterar a sua composição inicial, principalmente quando estas análises são quantitativas, ou seja, relacionadas à concentração de analitos em pequenas concentrações. Dessa forma, o planejamento da coleta deve ser cuidadoso, de forma a fornecer a quantidade suficiente de amostra para a realização dos testes pretendidos.

## **2 PLANO DE AMOSTRAGEM**

### **2.1 Planejamento:**

O planejamento da amostragem tem como objetivo definir as atividades de coleta, preservação, manipulação e transporte das amostras, de forma a garantir todas as informações de interesse com precisão.

Nesta fase de planejamento, devem-se detalhar os procedimentos de coleta das amostras, considerando os métodos de análises que serão empregados, bem como prever recursos financeiros, materiais e humanos necessários para a realização da amostragem.

### **2.2 Amostras:**

De acordo com a NBR ISO/IEC 17.025 (2001) a amostragem é um procedimento definido, pela qual uma parte da substância, material ou produto é retirada para produzir uma amostragem representativa do todo, para realização dos ensaios desejados.

## **3 COLETA DE AMOSTRAS E PROCEDIMENTOS DE CAMPO**

### **3.1 Coletas das Amostras**

É recomendada a criação de uma lista de checagem antes da partida para a coleta das amostras em campo, para evitar que a equipe responsável pela coleta não possa realizá-la devido à falta de algum equipamento ou material durante o trabalho de campo. Os procedimentos de coleta de amostras devem ser seguidos segundo as necessidades da pesquisa.

### **3.2 Frascos coletores**

O material dos frascos coletores pode sofrer pequenas variações dependendo do tipo de amostragem e das análises químicas pretendidas. Os frascos coletores devem ser resistentes, sempre em material inerte. Podem ser de vidro borosilicato, vidro borosilicato âmbar, de polietileno ou de polipropileno. As

tampas devem ser do tipo auto lacráveis, para proporcionar uma boa vedação e maior confiabilidade na amostra.

No LABECO/HAQUATEC do INPE são utilizados frascos de polietileno de alta densidade com tampas auto lacráveis. Os recipientes coletores devem ser sempre enxaguados com água deionizada. É aconselhável que sejam substituídos por recipientes novos, periodicamente ou quando necessário.

Convém levar frascos adicionais ao programado, pois podem ocorrer contaminações ou vazamento, obrigando à substituição do frasco coletor e, em alguns casos a repetição da coleta. Evitar tocar na parte interna dos frascos coletores e nas tampas, bem como evitar deixá-los expostos a poeira, fumaça e outras impurezas, que possam ser fontes de contaminação de amostras.

Recomenda-se aos amostradores adotar a utilização de Equipamentos de Proteção Individual (EPI's), como luvas (as luvas não deverão ser lubrificadas com talco), botas, avental, máscara, óculos, etc., quando necessário, visando à proteção contra contaminação das amostras e também dos amostradores (no caso de águas com suspeita de contaminação). Os frascos coletores devem permanecer abertos somente o tempo necessário para o seu preenchimento e devem ser protegidos da ação direta da luz solar.

### 3.3 Descontaminação de recipientes

Em geral, basta um bom enxágue com água deionizada. Entretanto, em campo, os frascos devem ser enxaguados por no mínimo 3 vezes com a água a ser amostradas, quando possível.

### 3.4 Parâmetros medidos em campo

Dependendo do tipo de amostragens, alguns parâmetros são medidos durante a coleta. As determinações de campo devem ser realizadas em frascos diferentes daqueles que serão enviados ao laboratório, evitando possíveis contaminações. Para determinação de pH, quando possível, deve ser utilizado pHmetro portátil ou papel de pH de boa qualidade. Para a determinação da temperatura deve-se utilizar um termômetro digital portátil com certificado de

calibração ou termômetro calibrado com escala entre 0°C e 50 °C. Além das determinações já citadas, é possível a realização das seguintes análises em campo: turbidez, condutividade e oxigênio dissolvido com utilização de uma sonda.

OBS:

1. Todos os equipamentos a serem utilizados em campo devem estar calibrados e com certificado de calibração emitido por órgão competente. O técnico coletor não deve esquecer as soluções de calibração dos equipamentos.

2. Lembrar que os medidores de campo não fornecerão resultados precisos a menos que sejam calibrados antes de sua utilização. Em particular, oxigênio dissolvido, pH e turbidez frequentemente, variam durante o dia. É recomendado que a calibração seja feita antes de cada evento de amostragem.

3. O oxigênio dissolvido (OD) é uma medida da quantidade de oxigênio disponível dentro de um corpo d'água e é medido em uma escala de 0 a 20 mg. L<sup>-1</sup> ou em porcentagem de saturação. O OD pode ser medido através da utilização de medidores portáteis ou por titulação.

4. Caso não seja possível a medida em campo, as mesmas poderão ser feitas em até 24h após a coleta, desde que os recipientes coletores estejam bem fechados e ao abrigo de luz e do calor.

#### **4 SEPARAÇÃO E PRESERVAÇÃO DE AMOSTRA DE CAMPO**

A quantidade de amostra a ser coletada em campo é determinada pela quantidade de amostra necessária para cada tipo de análise. Durante os trabalhos de campo desenvolvidos pelo LAQUATEC geralmente são coletados 500 ml de amostra de cada ponto de coleta para, posteriormente, em laboratório, as amostras serem divididas para cada tipo de análise.

As alíquotas de amostras para a análise química em laboratório devem ser separadas sabendo-se quais serão as espécies químicas que serão dosadas e a quantidade necessária para cada método empregado.

Para todos os tipos de análise é necessária filtração prévia das amostras para a retirada de possíveis materiais particulado em suspensão. No LAQUATEC as amostras são filtradas em filtros de membrana de 0,22  $\mu\text{m}$  ou 0,45  $\mu\text{m}$  de poro com a finalidade de separar a fração solúvel e esterilizar as amostras pois esse procedimento elimina também bactérias (geralmente maiores do que 0,2  $\mu\text{m}$ ).

Nas alíquotas onde será realizada dosagem de cátions e ânions por cromatografia iônica, as amostras devem ser filtradas em membrana de acetato de celulose com diâmetro de 25mm e poro de 0,22 $\mu\text{m}$  para a separação de possíveis materiais em suspensão, moléculas orgânicas, microrganismos e sementes de fungos (para impedir o desenvolvimento de fungos no interior da coluna danificando-a) e proteger o sistema de injeção do cromatógrafo de íons.

No caso de alíquotas para determinação de espécies orgânicas (determinação de carbono e nitrogênio total via TOC/TN) é recomendado que o procedimento de filtração seja feito em filtros de fibra de vidro previamente calcinados.

Após a separação em alíquotas específicas para cada análise, é necessário preservar cada alíquota (para estabilização química) de acordo com as espécies químicas a serem dosadas. As técnicas de preservação são importantes para minimizar as alterações das amostras. Alguns métodos de preservação estão descritos a seguir:

a. Congelamento: método utilizado para aumentar o intervalo de tempo entre a amostragem e a análise, para a maior parte dos parâmetros de composição química (há perda de gases dissolvidos).

b. Refrigeração: manter as amostras entre 1 e 4°C preserva a maioria das características físicas, químicas e biológicas a curto prazo (até 24 horas) sendo recomendado para todas as amostras entre a coleta e a entrega ao laboratório. O gelo pode ser usado para resfriar rapidamente as amostras para 4°C antes do transporte. Recomenda-se a utilização de barras de gelo reutilizáveis, pois o gelo nunca deve entrar em contato direto com as amostras.

c. Adição de agentes químicos: é um método de preservação mais conveniente, quando possível, pois oferece maior grau de estabilização da amostra e por um tempo maior de estocagem.

Todas as amostras devem ser armazenadas, após a preservação apropriada, em geladeira a 4°C. Caso ocorra algum imprevisto e as amostras tenham que ser armazenadas por um período maior, recomenda-se monitorar um grupo de amostras, principalmente para as espécies menos estáveis como por exemplo, o nitrato.

## **5 IDENTIFICAÇÃO DE AMOSTRA**

Sempre que possível, os pontos de coleta devem ser descritos detalhadamente na ficha de coleta, incluindo, por exemplo, coordenadas, condições meteorológicas no dia da coleta e nas últimas vinte e quatro horas.

### **5.1 Documentação**

Todos os procedimentos de coleta devem ser documentados, através das fichas de coleta, fotos e relatórios. A localização de cada ponto de coleta, se possível, deve ser adquirida através da utilização de um GPS (Global Positioning System – Sistema de Posicionamento Global).

### **5.2 Acondicionamento e transporte das amostras**

Após o procedimento de amostragem, as amostras devem se acondicionadas de forma adequada, para evitar a contaminação das mesmas, e transportadas para o laboratório respeitando o tempo necessário para a análise química ocorrer dentro do prazo de validade da amostra.

As amostras devem ser transportadas em caixas térmicas. Geralmente o transporte é feito à temperatura de 4°C. Caso não exista a possibilidade do uso

de caixas térmicas, o transporte poderá ser feito em caixas de isopor com gelo reciclável, evitando o contato direto entre o gelo e as amostras.

Alguns procedimentos básicos devem ser seguidos para o transporte das amostras:

- a. Colocar os frascos coletores na caixa de transporte de tal maneira que fiquem firmes durante o transporte;
- b. Caso ocorra a utilização de gelo comum para o transporte, certificar-se de que os frascos coletores, ao final do transporte, não fiquem submersos na água formada, aumentando o risco de contaminação.
- c. Evitar colocar frascos de uma mesma amostra em caixas diferentes

## 6 ENSAIOS FÍSICO-QUÍMICOS

Ensaio físico-químico a serem realizados no LabEcoh/LAQUATEC do INPE:

### 6.1 pH

Potencial hidrogeniônico (pH), consiste em uma escala logarítmica que é capaz de medir o grau de acidez, neutralidade ou alcalinidade de uma determinada solução aquosa. Refere-se à concentração de  $[H^+]$  em uma solução aquosa, indicando se uma solução é ácida ( $<7$ ), neutra ( $7$ ) ou alcalina ( $>7$ ).

<i>Técnica</i>	<i>Potenciometria</i>
<i>Equipamento</i>	<i>Medidor de pH/Condutividade modelo 914 marca Metrohm</i>
<i>Condições de análise</i>	<i>- Calibração do peagâmetro com solução tampão pH 7.0 e pH 4.0. - Verificação da calibração com solução de Ácido Sulfúrico 0,001N (pH 4,05 ±0,03). - Medida direta na amostra sem agitação.</i>

Limites para água doce:

**RESOLUÇÃO CONAMA Nº 357, DE 17 DE MARÇO DE 2005**

pH: Valor Máximo: 6,0 a 9,0

**PORTARIA Nº 2.914, DE 12 DE DEZEMBRO DE 2011**

Recomendado: pH: 6,0 a 9,5

## 6.2 Condutividade

A condutividade elétrica é a capacidade que um material possui em conduzir corrente elétrica (CE). Quanto maior for o valor de condutividade, melhor condutor elétrico e quanto menor for o valor, melhor isolante elétrico a solução medida será. Está relacionado com a concentração de íons solúveis em solução.

A condutividade aumenta conforme aumento da temperatura. Portanto, adota-se a temperatura de 25°C com padrão de medição.

<i>Técnica</i>	<i>DDP (Diferença de Potencial). Lei de Ohm</i>
<i>Equipamento</i>	<i>Medidor de pH/Condutividade modelo 914 marca Metrohm</i>
<i>Condições de análise</i>	<i>- Calibração do condutímetro com solução padrão de 24 <math>\mu\text{S/cm}</math> - Medida direta na amostra sem agitação - Unidade de medida: microsiemens por centímetro (<math>\mu\text{S/cm}</math>) - Temperatura: 25°C</i>

## 6.3 Salinidade

Salinidade é a quantidade total de sais dissolvidos presente na composição de uma amostra de água. É obtida através da medida da condutividade. Quanto maior a condutividade, maior será a salinidade.

A salinidade é uma grandeza adimensional. É a razão entre duas massas, ou seja, massa de sal dividido pela massa de solução (e.g.: g de sal/1000g de água) ou (‰).

<i>Técnica</i>	<i>Método indireto através da Condutividade</i>
<i>Equipamento</i>	<i>Medidor de pH/Condutividade modelo 914 marca Metrohm</i>
<i>Condições de análise</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- <i>Calibração do condutímetro com solução padrão de 24 <math>\mu\text{S/cm}</math></i></li> <li>- <i>Medida direta na amostra sem agitação.</i></li> <li>- <i>Unidade de medida: adimensional (razão entre duas massas)</i></li> <li>- <i>Temperatura: 25°C.</i></li> </ul>

Limites para água doce:

**RESOLUÇÃO CONAMA N° 357, DE 17 DE MARÇO DE 2005**

igual ou inferior a 0,5 ‰

**6.4 Sólidos Dissolvidos Totais (TDS)**

O medidor de TDS mede a condutividade dos íons dissolvidos em uma solução em siemens, milisiemens ou microsiemens. Uma vez feita a leitura, uma fórmula é usada para convertê-la em uma estimativa do TDS. Essa conversão é realizada automaticamente pelo medidor de condutividade.

<i>Técnica</i>	<i>Método indireto através da Condutividade</i>
<i>Equipamento</i>	<i>Medidor de pH/Condutividade modelo 914 marca Metrohm</i>
<i>Condições de análise</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- <i>Calibração do condutímetro com solução padrão de 24 <math>\mu\text{S/cm}</math></i></li> <li>- <i>Medida direta na amostra sem agitação.</i></li> <li>- <i>Temperatura: 25°C.</i></li> <li>- <i>Unidade de medida: mg/L.</i></li> </ul>

Limites para água doce:

**RESOLUÇÃO CONAMA N° 357, DE 17 DE MARÇO DE 2005**

Valor Máximo: 500 mg/L

**PORTARIA Nº 2.914, DE 12 DE DEZEMBRO DE 2011**

VMP 1000 mg/L

**6.5 Carbono Orgânico Total Dissolvido (TOC) e Carbono Inorgânico (IC)**

O carbono é quantificado com a utilização de um analisador de carbono. Este equipamento é capaz de quantificar as concentrações de carbono orgânico e carbono inorgânico através da oxidação dos compostos orgânicos presentes na amostra, formando CO<sub>2</sub>. Este CO<sub>2</sub> é determinado por espectroscopia de infravermelho, através de um sensor infravermelho não dispersivo (*nondispersive infrared sensor* – NDIR). A quantidade de CO<sub>2</sub> na amostra é diretamente proporcional à concentração de carbono contido na amostra.

**6.5.1 Carbono Orgânico Total Dissolvido (TOC)**

<i>Técnica</i>	<i>Oxidação por combustão catalítica.</i>
<i>Equipamento</i>	<i>Analisador de Carbono Orgânico Total marca: Shimadzu modelo: TOCVCPN, com injetor automático marca Shimadzu modelo ASI-V.</i>
<i>Condições de análise</i>	<i>- Temperatura do catalizador: 720°C - Amostra filtrada em membrana de fibra de vidro - Remoção do IC: Solução de Ácido Clorídrico 2M Detector: NDIR Gás de arraste: Oxigênio Unidade de medida: mg/L Quantidade de amostra: 40mL</i>

**6.5.2 Carbono Inorgânico Total Dissolvido (IC)**

<i>Técnica</i>	<i>Reação com ácido clorídrico</i>
----------------	------------------------------------

<i>Equipamento</i>	<i>Analisador de Carbono Orgânico Total marca: Shimadzu modelo: TOCVCPN, com injetor automático marca Shimadzu modelo ASI-V</i>
<i>Condições de análise</i>	<i>Amostra filtrada em membrana de fibra de vidro Conversão do IC: Solução de Ácido Clorídrico 2M Detector: NDIR Gás de arraste: Oxigênio Unidade de medida: mg/L Quantidade de amostra: 40mL</i>

## 6.6 Nitrogênio Total Dissolvido (TN)

A amostra contendo nitrogênio é injetada em um forno, a alta temperatura, onde sofre combustão catalítica a 720°C. A pirólise oxidativa causa a conversão de nitrogênio em óxido nítrico (NO).

O NO é oxidado na presença de ozônio a óxido nítrico (NO<sub>2</sub>). Durante esta reação a energia química é transformada em energia eletromagnética (quimiluminescência) e quantificado pelo detector.

<i>Técnica</i>	<i>Combustão quimioluminescente oxidativa</i>
<i>Equipamento</i>	<i>Analisador de Carbono Orgânico Total marca: Shimadzu com unidade de medida de Nitrogênio Total modelo TNM-1, com injetor automático marca Shimadzu modelo ASI-V</i>
<i>Condições de análise</i>	<i>- Amostra filtrada em membrana de fibra de vidro - Conversão do IC: Solução de Ácido Clorídrico 2M - Detector: Quimiluminescência - Gás de arraste: Oxigênio - Unidade de medida: mg/L - Quantidade de amostra: 40mL</i>

## 6.7 Determinação de ânions e cátions por cromatografia de íons

Um pequeno volume de amostra é introduzido dentro do cromatógrafo de íons. Os ânions de interesse são separados e quantificados através da utilização de um sistema composto por uma coluna analítica, pré-coluna, supressor químico (para ânions) e detector de condutividade.

### 6.7.1 Ânions Inorgânicos:

<i>Técnica</i>	<i>Cromatografia Líquida de Íons</i>
<i>Equipamento</i>	<i>Cromatógrafo a Líquido de Íons com supressão química, Modelo: 850 Professional IC, Fabricante: Metrohm com Injetor Automático IC Modelo: 858 Professional Sampler Processor.</i>
<i>Condições de análise</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Volume de injeção (loop): 10 µL</li> <li>- Detector: Condutividade</li> <li>- Tempo de análise: 11 minutos</li> <li>- Integração: Automática</li> <li>- Coluna: Metrosep A Supp 5 (Álcool Polivinílico com grupo de amônio quaternário)</li> <li>- Supressor Químico - Ácido Sulfúrico 100 mM em água ultrapura (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 100 mM)</li> <li>- Eluente: Carbonato de Sódio (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) 3,2mM e Carbonato Ácido de Sódio (NaHCO<sub>3</sub>) 1,0mM em água ultrapura.</li> <li>- Fluxo: 0,7 ml/min</li> <li>- Temperatura: 30°C</li> <li>- Amostra filtrada em membrana de Acetato de celulose</li> </ul>
<i>Ordem de eluição</i>	<i>F<sup>-</sup> / Cl<sup>-</sup> / NO<sub>2</sub><sup>-</sup> / NO<sub>3</sub><sup>-</sup> / PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> / SO<sub>4</sub><sup>2-</sup></i>

Limites para água doce:

#### **RESOLUÇÃO CONAMA N° 357, DE 17 DE MARÇO DE 2005**

Fluoreto: Valor Máximo: 1,4 mg/L F

Nitrato: Valor Máximo: 10,0 mg/L N

Nitrito: Valor Máximo: 1,0 mg/L N

Sulfato total: Valor Máximo: 250 mg/L SO<sub>4</sub>

#### **PORTARIA N° 2.914, DE 12 DE DEZEMBRO DE 2011**

Nitrato: VMP 10,0 mg/L

Nitrito: VMP 1,0 mg/L

Cloreto: VMP 250 mg/L

Sulfato: VMP 250 mg/L

### 6.7.2 Cátions:

<i>Técnica</i>	<i>Cromatografia líquida de íons</i>
<i>Equipamento</i>	<i>Cromatógrafo a Líquido de Íons, Modelo: 850 Professional IC, Fabricante: Metrohm, Módulo de extensão para análise de cátions Modelo: 872 com Injetor Automático IC Modelo: 858 Professional Sampler Processor.</i>
<i>Condições de análise</i>	<i>- Volume de injeção (loop): 100 µL - Detector: Condutividade - Tempo de análise: 20 minutos - Integração: Automática - Coluna: Metrosep C4 (Sílica gel com grupo carboxílico) - Eluente: 0,7mM de Ácido Dipicolínico e 2,8mM de Ácido Nítrico em água ultrapura - Fluxo: 0,9 ml/min - Temperatura: 30°C - Amostra filtrada em membrana de Acetato de celulose</i>
<i>Ordem de eluição</i>	<i>Na<sup>+</sup> / NH<sub>4</sub><sup>+</sup> / K<sup>+</sup> / Ca<sup>2+</sup> / Mg<sup>2+</sup></i>

Limites para água doce:

### **RESOLUÇÃO CONAMA N° 357, DE 17 DE MARÇO DE 2005**

Nitrogênio amoniacal total:

13,3 mg/L N, para pH menor ou igual a 7,5

5,6 mg/L N, para pH entre 7,5 e 8,0

2,2 mg/L N, para pH entre 8,0 e 8,5

1,0 mg/L N, para pH maior ou igual a 8,5

## **PORTARIA Nº 2.914, DE 12 DE DEZEMBRO DE 2011**

Amônia (como NH<sub>3</sub>): VMP 1,5 mg/L

Sódio: VMP 200 mg/L

### **6.8 Determinação de Alumínio por Análise de Injeção em Fluxo (FIA)**

O alumínio pode ser encontrado em águas superficiais e subterrâneas devido a fatores físico-químico e geológicos. Também pode ser fonte de contaminação de alumínio, atividades humanas (antropogênica) como despejo de resíduos industriais ou doméstico.

O método baseia-se em determinação de Alumínio por colorimetria. O Alumínio reage com violeta de pirocatecol em pH 6,2 para formar um complexo colorido que é absorvido a 580nm. Cloridrato de Hidroxilamina e Ortofenantrolina são adicionados para eliminar interferência do íon Ferro.

<i>Técnica</i>	<i>Colorimetria por FIA</i>
<i>Equipamento</i>	<i>Sistema de Análise de Injeção de Fluxo (FIA) QuickChem modelo 8500, marca LACHAT, com injetor automático.</i>
<i>Condições de análise</i>	<i>- Reagentes: Solução de Hexametenotetramina, Solução de Ortofenantrolina, Solução de Violeta de Pirocatecol e solução padrão de Alumínio 1000 mg/L - Comprimento de onda: 580nm - Amostra filtrada em membrana de Acetato de celulose</i>

Limites para água doce:

## **RESOLUÇÃO CONAMA Nº 357, DE 17 DE MARÇO DE 2005**

Valor Máximo: 0,2 mg/L Al

## **PORTARIA Nº 2.914, DE 12 DE DEZEMBRO DE 2011**

VMP: 0,2 mg/L Al

## 6.9 Determinação de Isótopos de água ( $\delta^{18}\text{O}$ e $\delta^2\text{H}$ )

Isótopos estáveis de água (hidrogênio e oxigênio) são traçadores naturais na atmosfera e na hidrosfera, e há muito tempo são usados para melhorar nossa compreensão do ciclo hidrológico e dos processos climáticos (Dansgaard, 1953, 1954; Gat, 1996).

O princípio de medição do CRDS é baseado na absorção de um pulso de laser em um comprimento de onda específico para um determinado isótopo, ou seja, molécula que diferem somente em termos de composição isotópica.

<i>Técnica</i>	<i>Espectroscopia a Laser</i>
<i>Equipamento</i>	<i>Analizador de isótopos marca Picarro modelo L2130-i, vaporizador modelo A0211, com injetor automático.</i>
<i>Condições de análise</i>	<i>- Detector: Cavity RingDown Spectrometer (CRDS) - Temperatura vaporizador: 110°C - Volume de injeção: 2µL - Pressão da cavidade: 50Torr - Temperatura da cavidade: 80°C - Amostra filtrada em filtro PTFE 0,22µm</i>

Limites para água doce: NA

## 7 REFERÊNCIA BIBLIOGRAFICA

ABNT. Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR ISO/IEC 17025: requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro, 2001. 20 p.

Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras, CETESB, Agencia Nacional de Águas (ANA), Disponível em: <https://cetesb.sp.gov.br/wp-content/uploads/2021/10/Guia-nacional-de-coleta-e-preservacao-de-amostras-2012.pdf>. Acesso em: 23/10/2023.

FORTI, M. C.; ALCAIDE, R. L. M. Manual de Procedimentos do Analisador de Carbono Total TOC -V<sub>CPN</sub>. São José dos Campos: INPE, 2012.

SHIMADZU, PC – Controlled Total Organic Carbon Analyser - TOC – VCPH/CPN & TOC – Control V Software. Manual do Usuário. 394p. Shimadzu Corporation – Analytical & Measuring Instruments Division, Kyoto, Japan, 2003.

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th Edition, 4500-N Nitrogen, pages 4-99-110 and 4-124-127.

RESOLUÇÃO CONAMA N° 357, DE 17 DE MARÇO DE 2005.

PORTARIA N° 2.914, DE 12 DE DEZEMBRO DE 2011.