



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DA TERRA
INSTITUTO DE QUÍMICA

ANDRÉ LEMOS FONSECA

**DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE NITRATO, NITRITO E NITROGÊNIO
AMONÍACAL NA ÁGUA DA LAGOA DE EXTREMOZ/RN**

Natal/RN
Junho/2017

André Lemos Fonseca

**DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE NITRATO, NITRITO E NITROGÊNIO
AMONÍACAL NA ÁGUA DA LAGOA DE EXTREMOZ/RN**

Trabalho de conclusão apresentado ao Instituto de Química da Universidade Federal do Rio Grande do Norte, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Química do Petróleo.

Orientador: Prof. Dr. Henrique Eduardo Bezerra da Silva

Natal/RN
Junho/2017

DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE NITRATO, NITRITO E NITROGÊNIO
AMONÍACAL NA ÁGUA DA LAGOA DE EXTREMOZ/RN

ANDRÉ LEMOS FONSECA

Aprovado em ____/____/____

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Henrique Eduardo Bezerra da Silva

Orientador

Profa. Dra. Maria de Fátima Vitória de Moura

Co-orientadora

Prof. Dr. Jailson Vieira de Melo

Examinador

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus primeiramente por estar concluindo mais uma etapa da minha vida.

Aos meus pais, Anchieta e Maruza, por ter me apoiado nos meus estudos e na minha educação.

Aos meus colegas e amigos que fiz durante os anos de graduação pelos conselhos e diversão.

Ao Prof. Dr. Henrique Eduardo Bezerra da Silva, pela sua orientação, na execução deste trabalho.

À Profa. Dra. Maria de Fátima Vitória de Moura pela co-orientação.

Ao IQ – Instituto de Química, por ter liberado o laboratório para análise das amostras.

Ao LAQUANAP – Laboratório de Química Analítica Aplicada e aos colegas Joadir e Jonatas pelo apoio.

E finalmente, agradeço a todos que ajudaram direta ou indiretamente para o desenvolvimento deste trabalho.

RESUMO

Este trabalho apresenta as análises feitas em amostras de águas coletadas na lagoa de Extremoz/RN. Foram avaliados os teores de nitrato, nitrito e nitrogênio amoniacal de cinco pontos coletados. A metodologia utilizada no trabalho foi da ABNT com o uso de curvas de calibração para cada parâmetro monitorado e a avaliação dos resultados com base na Portaria de número 2914, de 12 de dezembro de 2011, do Ministério da Saúde que determina um valor máximo permitido de amônia ($1,5 \text{ mg L}^{-1}$), nitrato (10 mg L^{-1}) e nitrito (1 mg L^{-1}) para água de consumo.

Palavras-chave: nitrato, nitrito, nitrogênio amoniacal, água superficial.

ABSTRACT

This work presents as analyzes in samples of water collected in the lagoon of Extremoz / RN. The levels of nitrate, nitrite and ammoniacal nitrogen of five collected points were recommended. A methodology used in the work of ABNT with the use of calibration tests for each parameter monitored and evaluation of the results based on Ordinance number 2914, of December 12, 2011, of the Ministry of Health (1.5 mg L^{-1}) ,Nitrate (10 mg L^{-1}) and nitrite (1 mg L^{-1}) for drinking water.

Keywords: Nitrate, nitrite, ammoniacal nitrogen, surface water.

LISTA DE ABREVIATURAS

CONAMA	Conselho Nacional de Meio Ambiente
EMPARN	Empresa de Pesquisa Agropecuária do Rio Grande do Norte
GPS	Posicionamento Geográfico por Satélite
PET	Polietileno
R	Coeficiente de Correlação
S	Sul
SEMARH	Secretaria de Meio Ambiente e Recursos Hídricos
W	Oeste
X	Concentração
Y	Absorbância

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Mapa da Lagoa de Extremoz	14
Figura 2. Volume (m ³) da Lagoa de Extremoz nos últimos 12 meses.....	15
Figura 3. Fluxograma de desenvolvimento da parte experimental	23
Figura 4. Frascos de Polietileno	25
Figura 5. Caixa de Isopor	25
Figura 6. Curva de calibração da amônia.....	27
Figura 7. Curva de calibração do nitrito.....	28
Figura 8. Curva de calibração do nitrato.....	29
Figura 9. Resultado das concentrações (mg L ⁻¹) de amônia	31
Figura 10. Resultado das concentrações (mg L ⁻¹) de nitrito	32
Figura 11. Resultado das concentrações (mg L ⁻¹) de nitrato	33
Figura 12. Resultados dos parâmetros monitorados	34
Figura 13. Ponto A (5,42'19"S 35,54'8"W).....	40
Figura 14. Ponto B (5,42'39"S 35,17'57,8"W).....	40
Figura 15. Ponto C (5,42'39,8"S 35,18'02,1"W).....	40
Figura 16. Ponto D (5,42'39,8"S 35,38'59"W).....	41
Figura 17. Ponto E - 57,05'280"S - 35,28'188"W).....	41
Figura 18. Padrões de amônia com formação do reagente de cor	42
Figura 19. Reagente de cor indofenol	42
Figura 20. Padrões de nitrito com presença do reagente de cor	42
Figura 21. pHmetro de bancada (MS TECNOPON Instrumentação)	43
Figura 22. Condutímetro de bancada (MS TECNOPON Instrumentação).....	43
Figura 23. pHmetro e Condutímetro com eletrodos de medida	43
Figura 24. Espectrofotômetro UV/VIS	44

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Parâmetros e seus respectivos valores máximos, de acordo com a Portaria de número 2914/2011.....	17
Tabela 2. Pontos de coleta	24
Tabela 3. Diluição da curva padrão de amônia.....	26
Tabela 4. Diluição para curva de nitrito.....	27
Tabela 5. Diluição para curva de nitrato	28
Tabela 6. Resultados das absorvâncias de amônia obtidos para 1ª e 2ª coletas	30
Tabela 7. Resultados das absorvâncias de nitrito obtidos para 1ª e 2ª coletas	32
Tabela 8. Resultados das absorvâncias de nitrato obtidos para 1ª e 2ª coletas.....	33
Tabela 9. Resultados de pH e Temperatura para os pontos no momento da coleta das amostras.....	45
Tabela 10. Resultados das amostras após serem coletadas e armazenadas em caixa de isopor para análise em laboratório (1ª coleta: 09/06/2017).....	46
Tabela 11. Resultados das amostras após serem coletadas e armazenadas em caixa de isopor para análise em laboratório (2ª coleta: 23/06/2017).....	47

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	11
2. OBJETIVOS.....	13
3. REFERENCIAL TEÓRICO.....	14
3.1. Lagoa de Extremoz.....	14
3.2. Nitrato.....	15
3.3. Nitrito.....	16
3.4. Nitrogênio Amoniacal.....	16
3.5. Colorimetria e espectrofotometria.....	18
4. METODOLOGIA.....	19
4.1. REAGENTES, MATERIAIS E EQUIPAMENTOS.....	19
4.2. PREPARAÇÃO DAS SOLUÇÕES.....	20
4.2.1 Análise do Nitrogênio Amoniacal (N-NH ₃ + N-NH ₄ ⁺)	20
4.2.1.1 Preparação da curva de calibração amônia	21
4.2.2 Análise do Nitrogênio-Nitrito (N-NO ₂ ⁻).....	21
4.2.2.2 Preparação da curva de calibração de nitrito.....	22
4.2.3 Análise do Nitrogênio-Nitrato (N-NO ₃ ⁻).....	22
4.2.3.3 Preparação da curva de calibração do nitrato	23
4.4 Limpeza e uso de materiais.....	23
4.5 Localização dos pontos de coleta e coleta das amostras.....	24
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	26
5.1 Curvas de calibração.....	26
5.1.1 Curva de calibração da amônia.....	26
5.1.2 Curva de calibração do nitrito.....	27
5.1.3 Curva de calibração do nitrato.....	28
5.2 Cálculos.....	29
5.2.1 Concentração de amônia (NH ₃).....	29

5.2.2 Concentração de nitrito (NO₂⁻).....	29
5.2.3 Concentração de nitrato (NO₃⁻).....	30
5.3 Resultados das coletas.....	30
5.3.1 Resultados de amônia.....	30
5.3.2 Resultados de Nitrito.....	31
5.3.3 Resultados de nitrato.....	33
6. CONCLUSÕES.....	35
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	36
ANEXOS.....	37

1. INTRODUÇÃO

A água é um dos mais importantes recursos naturais ou por que não dizer o mais importante recurso natural que existe no planeta, pois dela depende toda a vida existente no planeta terra. O Brasil possui uma rede hidrográfica riquíssima com seus rios e lagos que ocupa grandes áreas do nosso território; como no caso da região Norte do país e que se desenvolve cidades e contribui para o comércio local através da pesca ou até mesmo atividades turísticas ou recreativas. (Baird, Cann, & Grassi, 2011).

Em se tratando de um bem tão importante como a água como foi mencionado, não se dá a devida importância para a preservação de rios, lagos e lagoas que contribuem para o abastecimento de cidades; ocasionando com isso a morte de diversas vidas aquáticas e, sobretudo ao aparecimento de doenças em seres humanos caso essa água seja utilizada para consumo humano. (Baird, Cann, & Grassi, 2011).

A série nitrogenada (N-NO₃⁻, N-NO₂⁻, N-NH₃, N-Orgânico) é de grande relevância para monitorar e diagnosticar parâmetros que podem causar a eutrofização de corpos aquáticos. A presença excessiva desses compostos pode levar a doenças como no caso da Metaemoglobinemia em crianças, oriundos do Nitrato (N-NO₃⁻); o Nitrito (N-NO₂⁻) é a forma intermediária de oxidação do nitrogênio, é uma forma instável, podendo ser oxidada, facilmente, a nitrato; a amônia (N-NH₃) é presente naturalmente em águas superficiais e esgotos, sendo, também, oriunda de determinados processos industriais como os observados em indústrias siderúrgicas; o nitrogênio orgânico (N-Orgânico) é definido como um composto orgânico que possui o nitrogênio na forma trivalente negativo, podendo ser na forma de proteínas, peptídeos, ácidos nucleicos e ureia. (Garcez", 2004).

A **Lagoa de Extremoz** fica no município de mesmo nome do interior do Rio Grande do Norte. Está localizada na parte do litoral leste do Estado e apenas a 15 quilômetros de Natal.

Ao todo são 4,2 quilômetros quadrados de extensão pertencente à Lagoa de Extremoz e que suportam até 14.6 milhões de metros cúbicos de água. Devido à qualidade de suas águas, localização privilegiada e outros fatores, esta lagoa fica responsável pela grande parte do abastecimento da cidade de Natal. Cerca de 70%

da população natalense, principalmente ao norte da cidade, recebe água desta lagoa.

Além do fator abastecimento, na época da colonização do Rio Grande do Norte a Lagoa de Extremoz foi bem influente, ajudando no desenvolvimento da região. A cidade de Extremoz fica na região de Ceará Mirim, onde você encontra diversas outras lagoas.

Apesar de um grande ponto turístico, a Lagoa de Extremoz vem diminuindo desde o ano de 2013. Isso foi percebido quando órgãos competentes precisaram medir a qualidade da água, já que ela abastece a cidade de Natal. Estudos informam que a estiagem da região atuando juntamente com o crescimento desordenado de Natal tem causado esse fenômeno.

2. OBJETIVOS

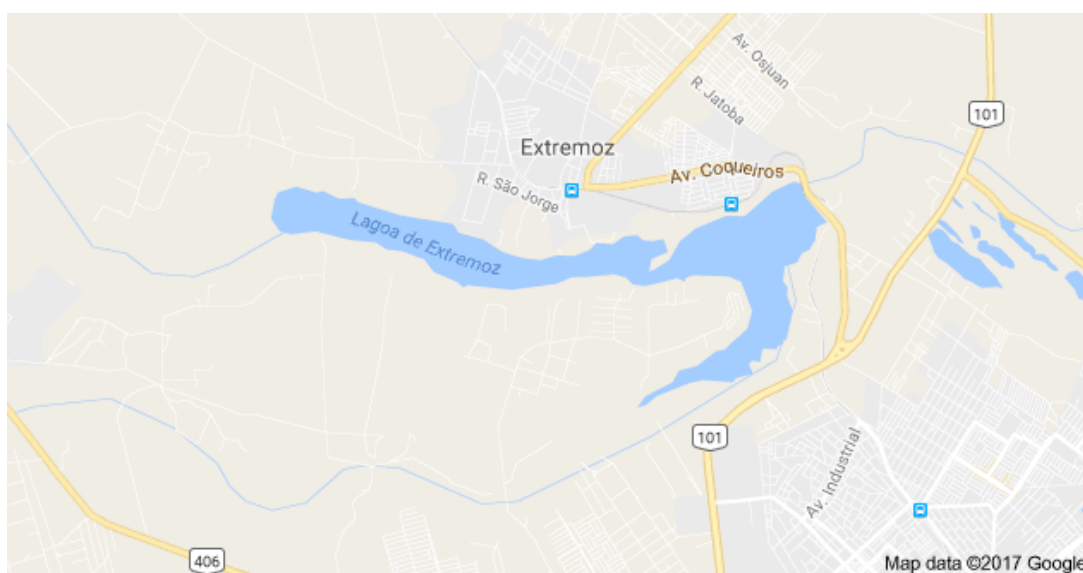
Determinação dos índices da serie nitrogenada: nitrato, nitrito e nitrogênio amoniacal na água da lagoa de Extremoz/RN sendo este um parâmetro de qualidade químico para especificação de águas superficiais; e seus valores comparados com os da portaria 2914 do Ministério da Saúde de dezembro de 2011.

3. REFERENCIAL TEÓRICO

3.1. Lagoa de Extremoz

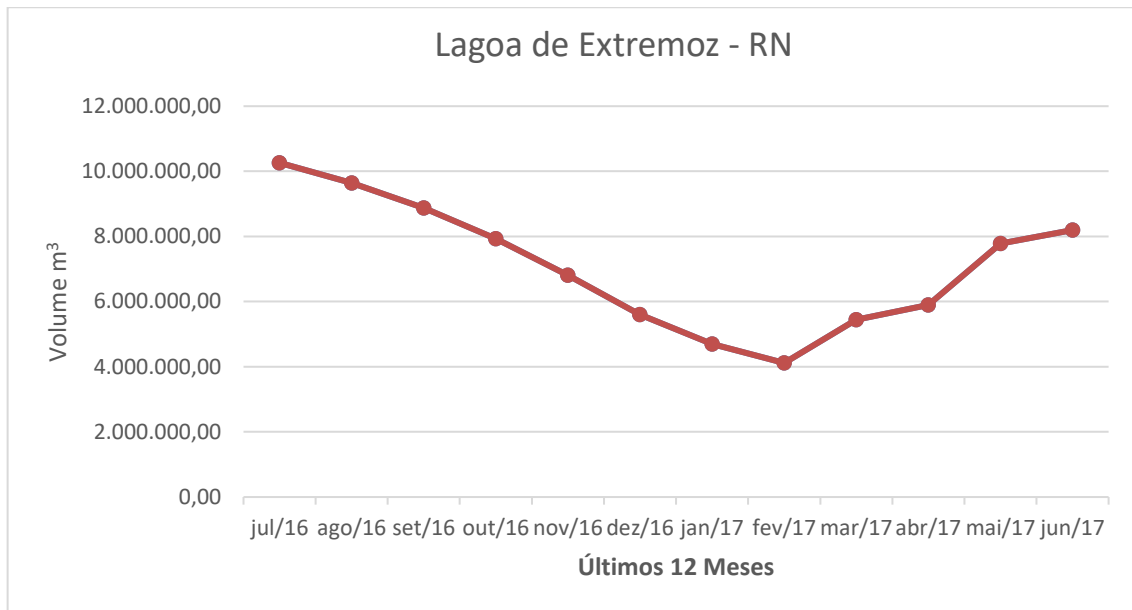
A lagoa de Extremoz (Figura 1) fornece água para cerca de 220.000 habitantes da cidade de Natal-RN, Brasil. O manancial está localizado a 15 km de Natal ($35^{\circ}18'26''W$ e $05^{\circ}42'20''S$) e possui capacidade de quase 14 milhões de metros cúbicos em $4,2 \text{ km}^2$ com uma profundidade média de 4 m (SEMARH, 2012). A sua carga aquífera se dá por infiltração de água subterrânea oriunda dos tabuleiros arenosos que predominam em sua bacia hidrográfica de $387,8 \text{ km}^2$ com uma média de precipitação pluviométrica anual de $1.500 \text{ mm ano}^{-1}$. (EMPARN, 2011).

Figura 1. Mapa da Lagoa de Extremoz



Fonte: Google Maps, 2017

Figura 2. Volume (m³) da Lagoa de Extremoz nos últimos 12 meses



Fonte: Secretária de Meio Ambiente e Recursos Hídricos (SEMARH)

A lagoa de Extremoz possui uma capacidade de quase 14 milhões de metros cúbicos sendo que sua capacidade como pode ser observado na (Figura 2) vem diminuindo desde julho de 2016 devido à falta de chuvas o que acarreta num baixo nível da lagoa na qual leva ao racionamento de água por parte dos moradores da Zona Norte de Natal que é abastecida por suas águas.

3.2. Nitrato

A uma preocupação com o aumento nos níveis dos íons nitrato na água de consumo, especialmente em áreas rurais; onde a principal fonte deste nitrato é o escoamento que ocorre de terras agrícolas para rios e riachos devido ao uso de fertilizantes. De início, pensou-se que resíduos oxidados de animais (esterco) juntamente com nitrato de amônia não absorvido e outros fertilizantes nitrogenados eram os principais culpados. Atualmente acredita-se que o cultivo intensivo de terra, mesmo sem a aplicação de fertilizantes ou esterco, facilita a oxidação para nitrato do nitrogênio reduzido presente na matéria orgânica decomposta no solo pelo efeito da aeração e da umidade (Baird, Cann, & Grassi, 2011).

O nitrato geralmente ocorre em baixos teores nas águas superficiais, mas pode atingir altas concentrações em águas profundas (Freitas, Brilhante, & Almeida, 2001).

O excesso de nitrato na água de consumo constitui um risco para a saúde, visto que pode resultar em metaemoglobinemia tanto em bebês recém-nascidos, como em adultos com determinada deficiência enzimática (Baird, Cann, & Grassi, 2011).

O excesso de íon nitrato na água de consumo pode levar a um aumento na incidência de câncer de estômago em seres humanos, uma vez que parte desses íons pode ser convertido em nitrito no estômago; segundo a OMS e portaria 2914 do Ministério da Saúde a concentração de nitrato permitido na água é de 50mg/L NO_3^- . (Baird, Cann, & Grassi, 2011).

3.3. Nitrito

O nitrito é uma forma química do nitrogênio normalmente encontrado em pequenas quantidades nas águas superficiais e subterrâneas, pois o nitrito é instável na presença de oxigênio, ocorrendo como uma forma intermediária. A presença do íon nitrito indica a ocorrência de processos biológicos ativos influenciados por poluição orgânica. (Bastos, Bezerra, & Bevilacqua, 2007).

O nitrito quando presente na água de consumo humano teria efeito mais rápido que o nitrato. A cloração com compostos que deixam resíduos de cloro livre convertem nitrito a nitrato. (Batalha & Parlatore, 1993).

Os íons nitratos quando convertidos em parte a íons nitritos no estomago através de ingestão de água de consumo pode reagir com aminas e formar as N-nitrosaminas (-N=O), compostos conhecidos por ser cancerígenos em animais. (Baird, Cann, & Grassi, 2011).

3.4. Nitrogênio Amoniacal

A amônia pode estar presente naturalmente em águas superficiais ou subterrâneas sendo que usualmente sua concentração é bastante baixa devido a sua fácil adsorção por partículas do solo ou a oxidação a nitrito e nitrato. Entretanto a ocorrência de concentrações elevadas pode ser resultante de fontes de poluição

próximas, bem como da redução de nitrato por bactérias ou por íons ferrosos presentes no solo. A presença de amônia produz efeito significativo no processo de desinfecção da água pelo cloro, através da formação de cloraminas, que possuem baixo poder bactericida. (Alaburda & Nishihara, 1998)

A ocorrência se dá como produto da degradação de compostos orgânicos e inorgânicos do solo e da água, resultado da excreção da biota, redução do nitrogênio gasoso da água por micro-organismos ou por trocas gasosas com a atmosfera. A amônia é, também, constituinte comum no esgoto sanitário, resultado direto de descargas de efluentes domésticos e industriais, da hidrólise da ureia e da degradação biológica de aminoácidos e outros compostos nitrogenados. (REIS e MENDONÇA, 2009)

Altas concentrações do íon amônio podem ter grandes implicações ecológicas como, por exemplo: influência fortemente a dinâmica do oxigênio dissolvido no meio; que dependendo de sua concentração pode ser tóxica para a comunidade dos peixes. Em condições naturais a concentração da amônia atinge muito raramente, níveis letais. Outro aspecto ecológico importante do processo de formação de amônia é que, por esse composto ser um gás, difunde-se para a atmosfera, podendo acarretar significativas perdas de nitrogênio do ecossistema aquático. (Esteves, 1998).

De acordo com os valores apresentados na Tabela 1 podemos comparar os resultados obtidos neste trabalho com os da Portaria 2914/2011 do Ministério da Saúde e verificar a ocorrência de uma maior ou menor concentração desses íons no manancial.

Tabela 1. Parâmetros e seus respectivos valores máximos, de acordo com a Portaria de número 2914/2011.

Parâmetro	VMP (mg/L)
Amônia	1,5
Nitrito	1,0
Nitrato	10,0

Fonte: O Autor, 2017

3.5. Colorimetria e espectrofotometria

A variação de cor de um sistema, com a modificação da concentração de certo componente, denomina-se análise colorimétrica. A cor é provocada pela formação de um composto corado, resultante da adição de um reagente apropriado, ou pode ser intrínseca ao constituinte analisado. A intensidade da cor pode ser comparada com o que se obtém pelo tratamento idêntico de uma quantidade conhecida de substância.

A colorimetria tem como objetivo determinar a concentração de uma substância pela medição da absorção relativa de luz, tomando como referência a absorção da substância numa concentração conhecida.

Na espectrofotometria a fonte de radiação emite até a região do ultravioleta do espectro. Quando uma luz (monocromática ou heterogênea) incide sobre um meio homogêneo, uma parcela da luz incidente é refletida, uma outra parcela é absorvida no meio e o restante é transmitido.

As partes essenciais de um espectrofotômetro são:

- a) Uma fonte de energia radiante;
- b) Um monocromador, ou seja, um dispositivo que isola um feixe de luz monocromática, ou mais exatamente, uma faixa estreita de radiação de luz proveniente da fonte;
- c) Células ou cubetas, de vidro ou quartzo para o solvente e a solução problema;
- d) Dispositivo para receber ou medir o feixe, ou os feixes, de energia radiante que passar pelo solvente e pela solução.

4. METODOLOGIA

4.1. REAGENTES, MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

A. Reagentes

- Fenol
- Álcool Etílico
- Nitroprussiato de Sódio
- Citrato de Sódio
- Água destilada
- Hipoclorito de Sódio
- Cloreto de Amônio
- N-(1-naftil etilenodiamina dicloroidrato)
- Ácido Fosfórico
- Sulfanilamida
- Nitrito de Potássio
- Nitrito de Sódio
- Ácido Clorídrico

B. Materiais

- Agitador magnético
- Balão Volumétrico de 100 mL
- Bastão de vidro
- Béckeres de 250 mL e 500 mL
- Conta Gotas
- Espátula
- Pipetas graduadas de 2 mL e 10 mL
- Erlenmeyers de 250 mL
- Frascos de vidro âmbar de 100 mL
- Caixa térmica de isopor
- Garrafas coletora de polietileno de 500 mL

C. Equipamentos

- Balança analítica TECNAL modelo mPA-210

- Capela de exaustão de gases
- Espectrofotômetro UV/VIS (Figura 18 Anexo D)
- pH-metro de bancada - MS TECNOPON Instrumentação (Figura 15 Anexo D)
- Condutivimetro de bancada - MS TECNOPON Instrumentação (Figura 16 Anexo D)

4.2. PREPARAÇÃO DAS SOLUÇÕES

4.2.1 Análise do Nitrogênio Amoniacal (N-NH₃ + N-NH₄⁺)

A. Solução Alcoólica de Fenol

Misturou-se 1g de fenol, de pureza $\geq 89\%$, com álcool etílico a 95% até completar 100 mL medidos em balão volumétrico.

B. Solução de Nitroprussiato de Sódio

Dissolveu-se 0,5 g de nitroprussiato de sódio em água destilada, até completar 100 mL em balão volumétrico. A solução foi guardada em frasco escuro ficando estável por um mês.

C. Solução de Hipoclorito de Sódio

Dissolveu-se 1,20 g de hipoclorito de sódio em água destilada até completar 100 mL em balão volumétrico. A validade da solução é de 2 meses.

D. Solução Oxidante

Misturou-se 2 g de Citrato de sódio, 1 g de hidróxido de sódio e 2,5 mL de hipoclorito de sódio preparado em C. A solução foi completada com água destilada até 100 mL em balão volumétrico.

E. Solução Estoque de Amônio

Pesou-se 0,3819 g de cloreto de amônio. Dissolveu-se o sólido em água destilada, até completar 100 mL balão volumétrico.

4.2.1.1 Preparação da curva de calibração amônia

Para analisar as amostras de água da lagoa, preparou-se padrões com concentrações de 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 e 0,5 mg L⁻¹, usando-se a solução padrão de amônio e a preparação do branco foi feito substituindo a solução padrão de amônio, pela água destilada mais os reagentes para desenvolver a cor do indofenol. Para preparar esses padrões, realizaram-se os seguintes passos:

A. Solução Padrão de Amônio

Diluiu-se 2 mL da solução estoque de amônio até completar 100 mL medidos em balão volumétrico.

B. Preparação dos padrões

Em balões volumétricos de 100 mL, a temperatura ambiente, preparou-se cinco padrões de concentrações 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 e 0,5 mg L⁻¹ de N-NH₃, usando-se como base a solução padrão de amônio. Acrescentaram-se os reagentes para desenvolver a cor azul do indofenol, na ordem sendo: 2 mL de solução de fenol, 2 mL de solução de nitroprussiato de sódio e 5 mL de solução oxidante. O volume de cada padrão foi completado com água destilada até o volume de 100 mL.

4.2.2 Análise do Nitrogênio-Nitrito (N-NO₂⁻)

A. Solução padrão de íons nitrito

Em um béquer de 100 mL, pesou-se 0,15 g de nitrito de sódio puro, previamente secos por 2 horas em estufa a 105 °C e resfriado em dessecador por uma hora. O nitrito de sódio pesado foi transferido para um balão volumétrico de 1000 mL com água destilada e seu volume completado.

B. Reagente de cor

Em um balão volumétrico de 250 mL, adicionou-se um pouco de água destilada, 25 mL de ácido fosfórico a 85%, 2,5 g de sulfanilamida até dissolver completamente. Após a dissolução completa da sulfanilamida adicionou-se 0,25 g de

N-(1-naftil)etilenodiamina diclorohidratado; a solução foi homogeneizada para dissolver completamente e o seu volume completado com água destilada. A solução foi armazenada em frasco escuro, na geladeira com validade de 1 mês.

4.2.2.2 Preparação da curva de calibração de nitrito

Preparou-se padrões com concentrações de 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 e 0,5 mg L⁻¹, usando-se a solução de uso de nitrato de sódio e a preparação do branco para calibrar o equipamento com água destilada mais o reagente de cor. Para preparar esses padrões, realizaram-se os seguintes passos:

A. Solução de uso de Nitrito de Sódio

Pipeta-se 10 mL da solução padrão num balão volumétrico de 100 mL e o volume foi completado com água destilada (1 mL desta solução, de uso, de NaNO₂ contém 0,01 mg de NO₂⁻).

B. Preparação dos padrões

Em balões volumétricos de 100 mL, a temperatura ambiente, preparou-se cinco padrões de concentrações 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 e 0,5 mg L⁻¹ de N-NO₂⁻ usando-se como base a solução de uso de nitrato de sódio mais 4 mL do reagente de cor, aguardando de 30 a 45 minutos.

4.2.3 Análise do Nitrogênio-Nitrato (N-NO₃⁻)

A. Solução de ácido clorídrico 1 mol L⁻¹

Em um balão volumétrico de 1000 mL adicionou-se 85 mL de ácido clorídrico, completando o volume com água destilada.

B. Solução estoque de nitrato a 100 mg L⁻¹

Pesou-se 0,1629 g de nitrato de potássio, seco a 105 °C transferiu-se para um balão volumétrico de 1000 mL e o volume completado com água destilada.

4.2.3.3 Preparação da curva de calibração do nitrato

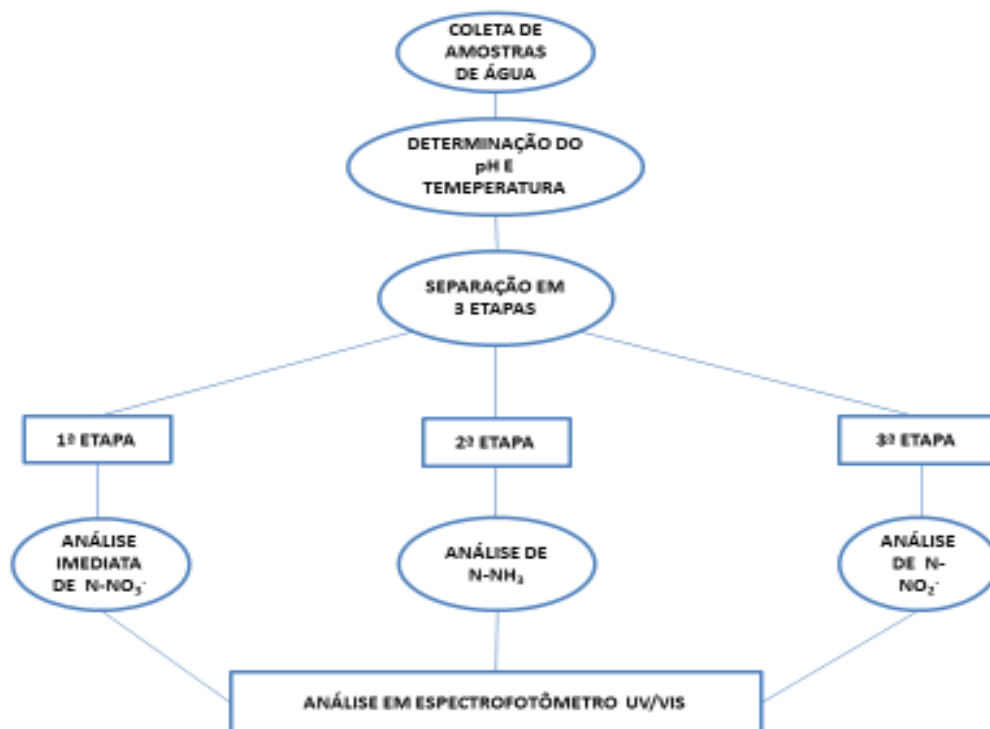
Preparou-se padrões com concentrações de 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 e 0,5 mg L⁻¹ de nitrato a partir da solução estoque em balões volumétricos de 100 mL com alíquotas de 1, 2, 3, 4 e 5 mL completando seu volume com água destilada. Adicionou-se em cada balão volumétrico 1 mL de ácido clorídrico 1,0 mol L⁻¹ e homogeneizou a solução.

4.3 Limpeza e uso de materiais

Todas as vidrarias e frascos utilizados no preparo e armazenamento de soluções e reagentes foram previamente lavados com detergentes e depois com água destilada.

As soluções e os reagentes foram armazenadas em frascos de vidro âmbar de 100 mL.

Figura 3. Fluxograma de desenvolvimento da parte experimental



Fonte: O Autor, 2017

4.4 Localização dos pontos de coleta e coleta das amostras

Os pontos de coleta foram determinados por GPS segundo as seguintes coordenadas de cada ponto:

Tabela 2. Pontos de coleta

Pontos de Coleta	A	B	C	D	E
Coordenadas	5,42'19"	5,42'39"	5,42'39,8"	5,42'39,8"	-57,05'280"
	S	S	S	S	S
	35,54'8"	35,17'57,8"	35,18'02,1"	35,38'59"	- 35,28'188"
	W	W	W	W	W

Fonte: O Autor, 2017

As imagens referentes a cada ponto e com suas coordenadas encontram-se no Anexo B.

As amostras foram coletadas em garrafas de 500 mL. Após a coleta as amostras foram identificadas e armazenadas para serem analisadas em laboratório. A temperatura ambiente no dia da coleta variou entre 24 °C e 26 °C.

Materiais utilizados para coleta:

- a) Frascos de polietileno (Garrafas PET de 500 mL)

Figura 4. Frascos de Polietileno



Fonte: O Autor, 2017

b) Caixa de isopor

Figura 5. Caixa de Isopor



Fonte: Google, 2017

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Curvas de calibração

5.1.1 Curva de calibração da amônia

A curva de calibração da amônia foi preparada a partir da solução estoque de amônia com as diluições da curva padrão conforme cada concentração evidenciada na Tabela 3.

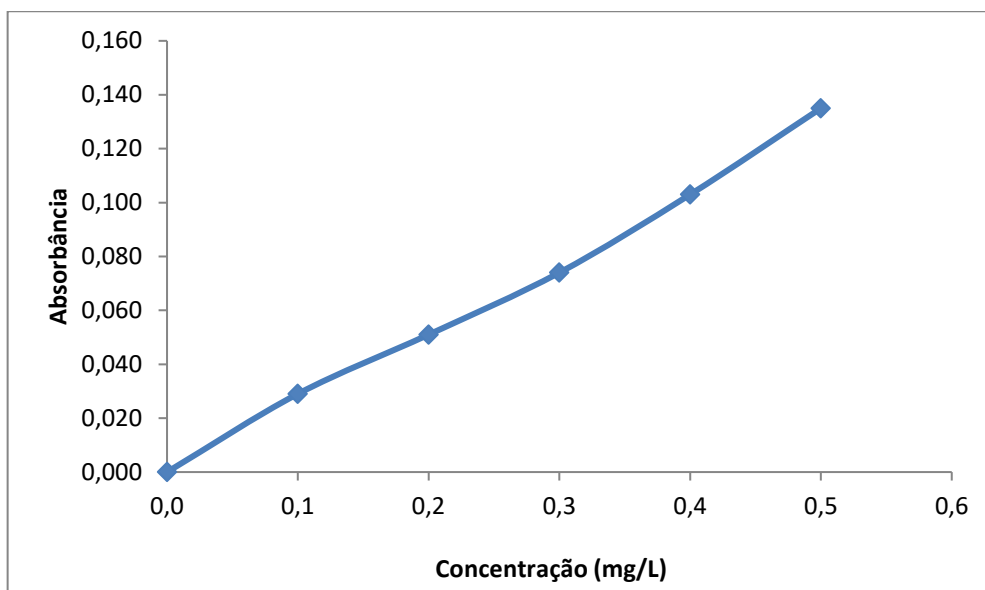
A partir dos resultados obtidos da leitura dos padrões, foi obtido a curva de calibração para análise da amônia possuindo a seguinte equação da reta $y = 0,2629x - 0,0004$ (Figura 6).

Tabela 3. Diluição da curva padrão de amônia

Concentração de amônia N-NH₃ (mg L⁻¹)	Volume de diluição (mL)	Absorbância
Branco	0	0
0,1	1	0,029
0,2	2	0,051
0,3	3	0,074
0,4	4	0,103
0,5	5	0,135

Fonte: O Autor, 2017

Figura 6. Curva de calibração da amônia



Fonte: O Autor, 2017

5.1.2 Curva de calibração do nitrito

A curva de calibração foi preparada a partir da solução estoque de nitrito de acordo com a Tabela 4.

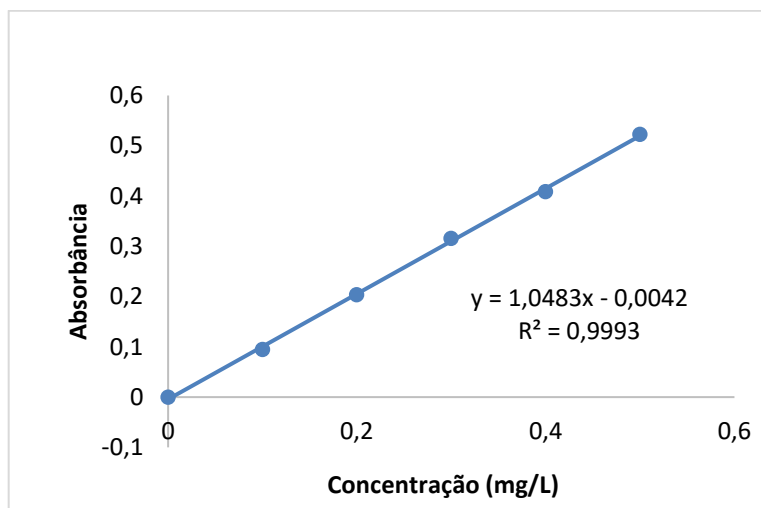
Tabela 4. Diluição para curva de nitrito

Concentração de NO ₂ ⁻ em N (mg L ⁻¹)	Volume de diluição (mL)	Absorbâncias
Branco	0	0
0,1	1	0,095
0,2	2	0,204
0,3	3	0,316
0,4	4	0,409
0,5	5	0,523

Fonte: O Autor, 2017

A partir dos resultados obtidos das soluções padrões na acima, foi obtida a curva de calibração do nitrito possuindo a seguinte equação da reta $y = 1,0483x - 0,0042$ (Figura 7).

Figura 7. Curva de calibração do nitrito



Fonte: O Autor, 2017

5.1.3 Curva de calibração do nitrato

A curva de calibração foi preparada a partir da solução estoque de nitrato de acordo com a tabela abaixo.

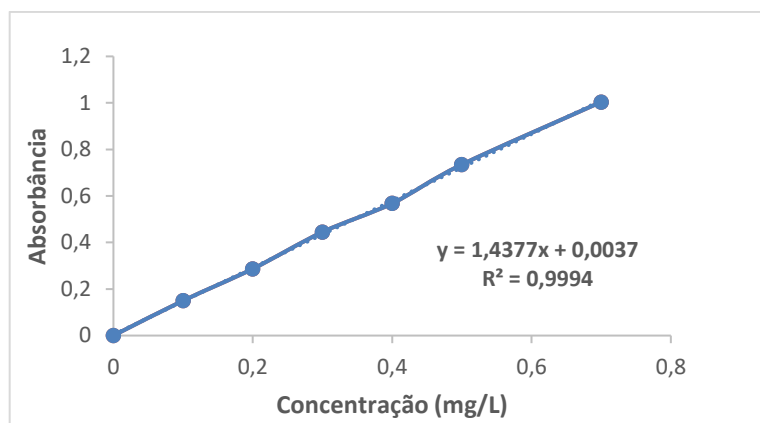
Tabela 5. Diluição para curva de nitrato

Concentração de NO_3^- em N (mg L^{-1})	Volume de diluição (mL)	Absorbâncias
Branco	0	0
0,1	1	0,150
0,2	2	0,287
0,3	3	0,445
0,4	4	0,568
0,5	5	0,735

Fonte: O Autor, 2017

A partir dos resultados obtidos das soluções padrões na Tabela 5, foi obtida a curva de calibração do nitrato possuindo a seguinte equação da reta $y = 1,4377x + 0,0037$ (Figura 8).

Figura 8. Curva de calibração do nitrato



Fonte: O Autor, 2017

5.2 Cálculos

A seguir são apresentados os cálculos para as concentrações de amônia, nitrito e nitrato conforme cada equação.

5.2.1 Concentração de amônia (NH₃)

Os resultados de amônia são obtidos através da equação da reta resultante e obtidos para a curva de calibração preparada.

$$\text{mg L}^{-1} \text{ de NH}_3 = \text{absorbância} + 0,0004 / 0,2629$$

5.2.2 Concentração de nitrito (NO₂⁻)

Os resultados de nitrito foram obtidos através da equação da reta resultante e obtidos para a curva de calibração.

$$\text{mg L}^{-1} \text{ de NO}_2^- = \text{absorbância} + 0,0042 / 1,0483$$

5.2.3 Concentração de nitrato (NO₃⁻)

Os resultados de nitrato foram obtidos através da equação da reta resultante e obtidos para a curva de calibração preparada.

$$\text{mg L}^{-1} \text{ de NO}_3^- = \text{absorbância} - 0,0037 / 1,4377$$

5.3 Resultados das coletas

5.3.1 Resultados de amônia

Os resultados de amônia foram obtidos através da equação da reta resultante de curva de calibração, apresentada na Figura 6.

Tabela 6. Resultados das absorbâncias de amônia obtidos para 1ª e 2ª coletas

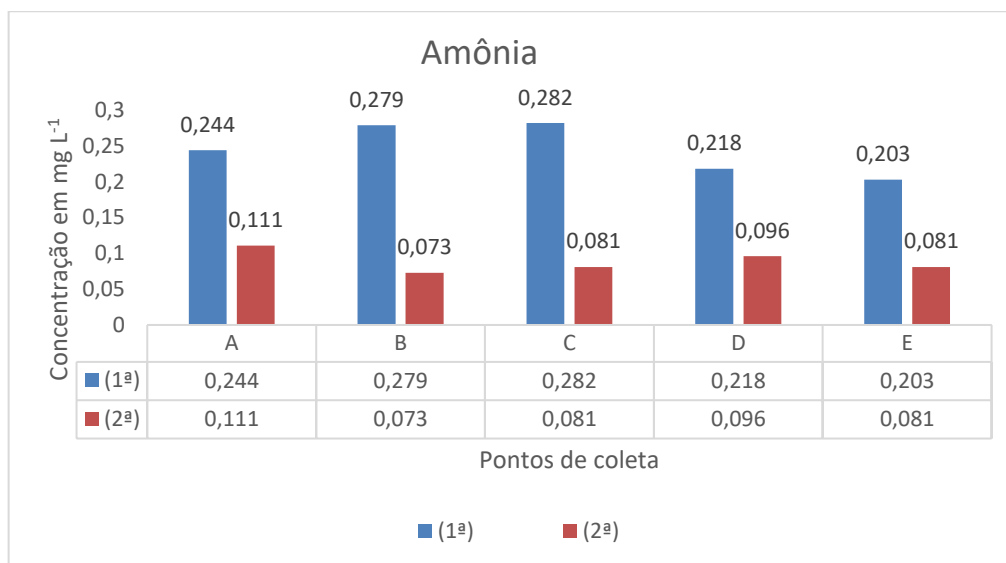
Ponto de Coleta	1ª coleta de amostras	2ª coleta de amostras
A	0,064	0,029
B	0,073	0,019
C	0,074	0,021
D	0,057	0,025
E	0,053	0,021

Fonte: O Autor, 2017

As diferenças nas absorbâncias conforme Tabela 6 pode ter sido em decorrência a algum tipo de contaminação no momento da análise.

O branco foi utilizado para zerar o equipamento e eliminar possíveis erros de leitura do aparelho.

Figura 9. Resultado das concentrações (mg L⁻¹) de amônia



Fonte: O Autor, 2017

De acordo com o CONAMA 357 os valores de nitrogênio amoniacal total estão de acordo o pH correspondente sendo: 3,7 mg L⁻¹ N , para pH ≤ 7,5 ; 2,0 mg L⁻¹ N, para 7,5 < pH ≤ 8,0; 1,0 mg L⁻¹ N, para 8,0 < pH ≤ 8,5 e 0,5 mg L⁻¹ N, para pH > 8,5.

Os resultados apresentados na Figura 9 mostram que as concentrações de amônia estão dentro dos parâmetros citados pela portaria 2914 do Ministério da Saúde que é amônia ≤ 1,5 mg L⁻¹ (para 7,5 < pH ≤ 8,5, CONAMA 357).

Os resultados dos cinco pontos coletados apresentaram diferenças podendo ser atribuído às condições de coletas das amostras, armazenamento de amostras, relevo da lagoa podendo ter uma parte mais acidentada que outra facilitando com isso uma maior oxidação da amônia ou aporte de matéria orgânica em algum trecho oriundo de esgotos domésticos ou industriais.

5.3.2 Resultados de nitrito

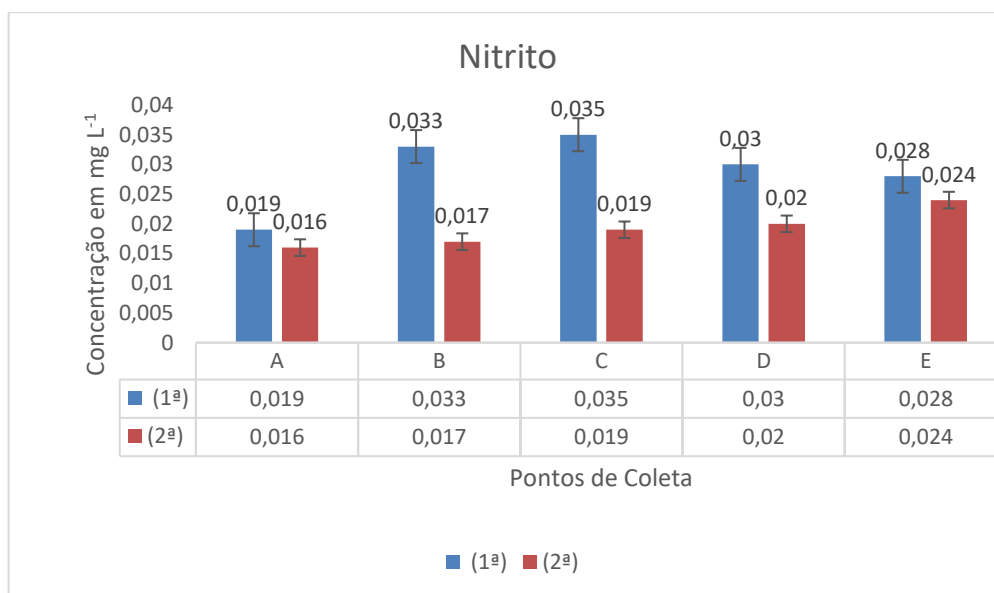
Os resultados de nitrito foram obtidos através da equação da reta resultante de curva de calibração, apresentada na Figura 7.

Tabela 7. Resultados das absorvâncias de nitrito obtidos para 1ª e 2ª coletas

Ponto de Coleta	1ª coleta de amostras	2ª coleta de amostras
A	0,016	0,013
B	0,031	0,014
C	0,033	0,016
D	0,028	0,017
E	0,026	0,021

Fonte: O Autor, 2017

Figura 10. Resultado das concentrações (mg L⁻¹) de nitrito



Fonte: O Autor, 2017

Conforme os resultados apresentados na Tabela 7 e Figura 10, observa-se que todas as amostras apresentaram resultados dentro dos parâmetros estabelecidos pela portaria 2914 (12/2011) do Ministério da Saúde que estabelece um teor de nitrito $\leq 1 \text{ mg L}^{-1}$.

Os pontos B e C apresentaram resultados semelhantes devido às amostras de ambos terem sido coletadas próximas bem como as diferenças das outras amostras por causa da ocorrência de chuva no local antes da coleta que pode

ocasionar o carreamento de contaminantes para dentro da lagoa e interferir no resultado das análises.

5.3.3 Resultados de nitrato

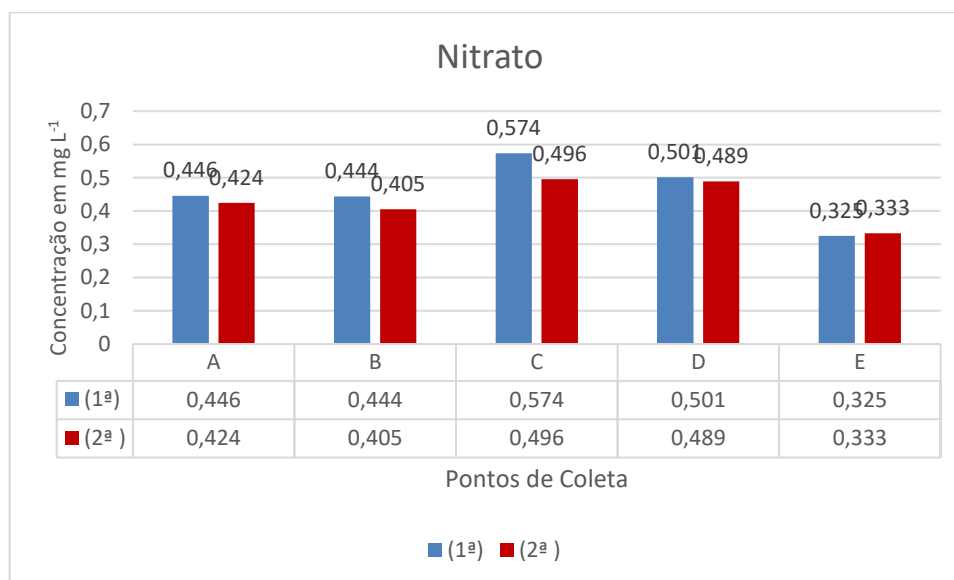
Os resultados de nitrato foram obtidos através da equação da reta resultante de curva de calibração, apresentada na Figura 8.

Tabela 8. Resultados das absorvâncias de nitrato obtidos para 1ª e 2ª coletas

Ponto de Coleta	1ª coleta de amostras	2ª coleta de amostras
A	0,645	0,614
B	0,643	0,587
C	0,829	0,718
D	0,724	0,708
E	0,471	0,483

Fonte: O Autor, 2017

Figura 11. Resultado das concentrações (mg L⁻¹) de nitrato



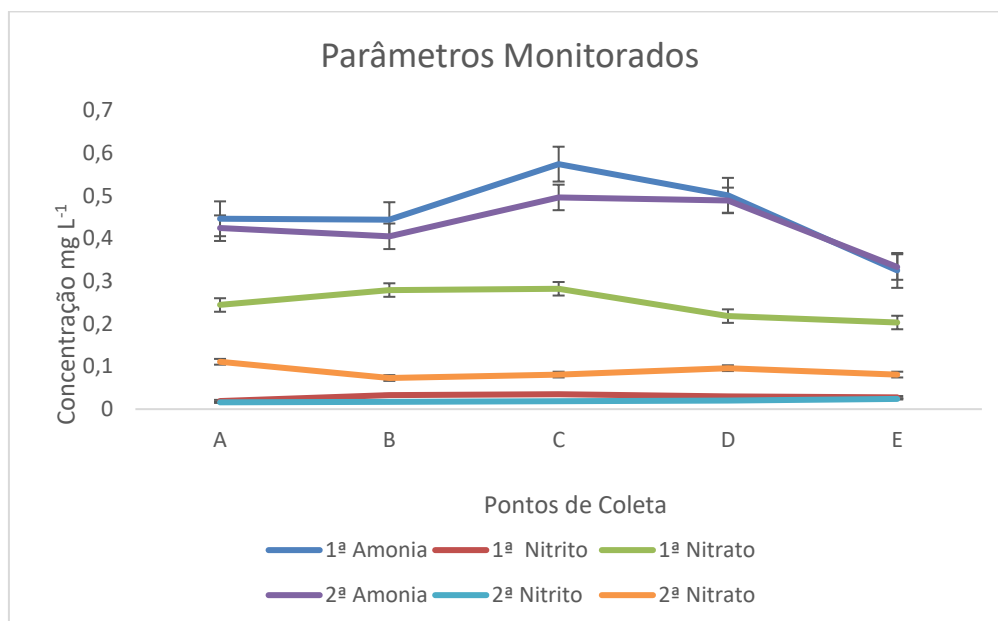
Fonte: O Autor, 2017

Como pode ser verificado na Tabela 8 e os resultados da Figura 11, observa-se que todas as amostras apresentaram resultados dentro dos parâmetros citados na portaria que é de nitratos $\leq 10 \text{ mg L}^{-1}$.

As amostras apresentaram resultados distintos como no caso dos pontos C, D e E; semelhantes no caso dos pontos A e B; podendo essa variação ser atribuída ao fato de que as análises de nitrato das amostras de água foram feitas um dia após a coleta, sendo essas amostras armazenadas sob refrigeração para posterior análise.

Os parâmetros analisados podem ser comparados de acordo com a Figura 12 mostrando uma maior concentração do teor de amônia que pode ser devido a ocorrência de esgotos; o nitrito ocorrendo em baixas quantidades na qual é instável e oxidado na presença de oxigênio e o nitrato na qual apresentou uma diminuição de na sua concentração devido o tempo de análise bem como a ocorrência de chuva nos pontos de coleta das amostras que podem interferir na sua concentração.

Figura 12. Resultados dos parâmetros monitorados



Fonte: O Autor, 2017

6. CONCLUSÕES

As amostras coletadas apresentaram parâmetros de qualidades dentro dos Valores Máximos Permitidos (VMP) pela portaria 2914/2011 do Ministério da Saúde.

Os cinco pontos analisados da água da lagoa de Extremoz podem ser considerados como potável de acordo com os parâmetros inorgânicos do CONAMA 357 para classe 1 de águas doces, nas duas datas de análise.

O volume da água na lagoa aumentou no período entre as duas coletas das amostras, o que pode justificar uma baixa concentração dos resultados obtidos como uma influencia maior que uma possível contaminação em relação ao carreamento de contaminantes.

Um levantamento dos mesmos pontos de coletas ou diferentes pontos seria interessante para o monitoramento do teor de amônia, nitrito e nitrato na água da lagoa.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Alaburda, J., & Nishihara, L. (1998). Presença de compostos de nitrogênio em águas de poços. *Caderno de Saúde Pública*, 32(3).
- Baird, C., Cann, M., & Grassi, M. T. (2011). *Química Ambiental* (4ª ed.). São Paulo, São Paulo, Brasil: Bookman.
- Bastos, R. K., Bezerra, N. R., & Bevilacqua, P. D. (2007). Planos de Segurança da Água: Novos Paradigmas em Controle de Qualidade da Água para Consumo Humano em Nítida Consonância com a Legislação Brasileira. *Congresso Brasileiro de Engenharia Sanitária e Ambiental*, (p. 391). Belo Horizonte.
- Batalha, B. L., & Parlatore, A. C. (1993). Controle da qualidade da água para consumo humano: bases conceituais e operacionais. 198.
- Cirilo, J. A. (2008). Políticas públicas de recursos hídricos para o semi-árido. 22(63), pp. 61-82.
- Esteves, F. d. (1998). Fundamentos de limnologia. *Interciência*(2ª), 602.
- Freitas, M. B., Brilhante, O. M., & Almeida, L. M. (Junho de 2001). Importância da análise de águas para a saúde pública em duas regiões do estado do Rio de Janeiro: enfoque para coliformes fecais, nitrato e alumínio. 17(3), pp. 651-660.
- Garcez", L. d. (2004). *Manual de procedimentos e técnicas laboratoriais voltado para análises de águas e esgotos sanitário e industrial*. São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.
- Google Maps. (2017). Acesso em Março de 2017, disponível em <https://www.google.com.br/maps/place/Lagoa+do+Bonfim/@-6.037266,-35.2418717,13z/data=!4m5!3m4!1s0x7b2f5f2c67bafb5:0x551d64b52d986633!8m2!3d-6.0515361!4d-35.2011079?hl=pt-BR>
- Nutrição de Safras. (2014-2015). Acesso em Março de 2017, disponível em Mosaic Fertilizantes do Brasil: <http://www.nutricaodesafras.com.br/>
- Praias de Natal: Guia de viagens do Rio Grande do Norte. (s.d.). Acesso em Março de 2017, disponível em <http://www.praiasdenatal.com.br/lagoa-do-bonfim/>
- Reis, J. A., & Mendonça, A. S. (s.d.). Teores limites para compostos amoniacais em efluentes e corpos receptores - conflitos e interrelações. *Associação Brasileira de Engenharia Sanitária e Ambiental - ABES*, 6, 1965-1974.

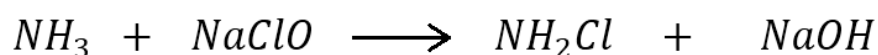
ANEXOS

ANEXO A: Métodos utilizados nas análises

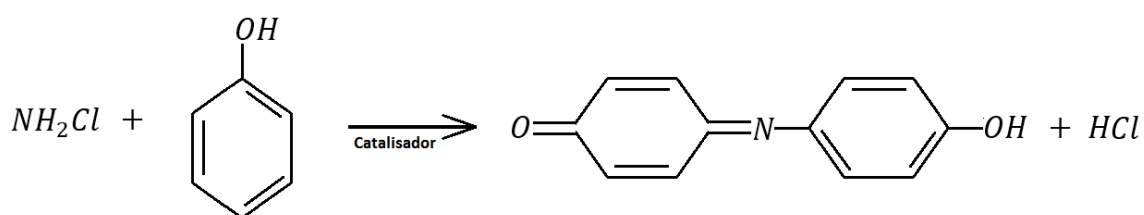
1) Análise de amônia (Método espectrofotométrico com formação de indofenol)

- Custo barato em relação a outros métodos
- Medidas de concentração de 0,0007 mg/L até 1,4 mg/L
- Leituras em cubetas de 1 cm
- Reagente de cor Indofenol: corante azul com absorção máxima em 640 nm
- Formação de Indofenol

1ª etapa:



2ª etapa:

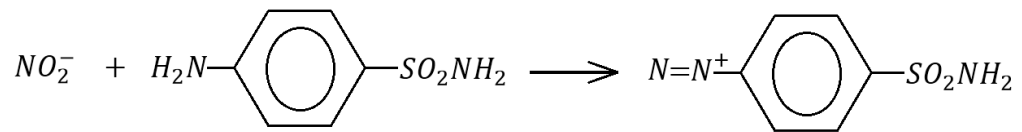


2) Análise de nitrito (Método espectrofotométrico através da formação de um azo composto)

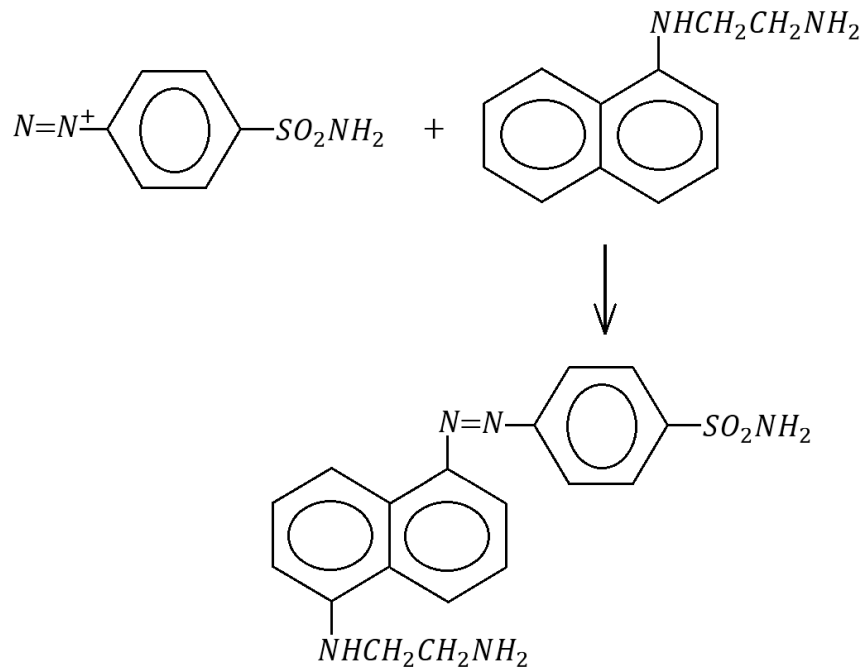
Leitura das absorbâncias de cada amostra

- Presença de um azo-composto: composto colorido de absorção máxima em 540 nm
- Reagentes: sulfanilamida e N-1- naftil etileno diamina
- Absorção em 540 nm
- Formação de um azo composto

1ª etapa:



2ª etapa:



3) Análise de nitrato (Método espectrofotométrico na região do ultravioleta)

- Leitura direta da absorbância da amostra
- Adição de ácido clorídrico 0,1 M
- Absorção em 205 nm
- Método feito para análises em águas de fornecimento, mineral e hemodiálise

Anexo B: Pontos de coleta das amostras

Figura 13. Ponto A (5,42'19"S 35,54'8"W)



Fonte: O Autor, 2017

Figura 14. Ponto B (5,42'39"S 35,17'57,8"W)



Fonte: O Autor, 2017

Figura 15. Ponto C (5,42'39,8"S 35,18'02,1"W)



Fonte: O Autor, 2017

Figura 16. Ponto D (5,42'39,8"S 35,38'59"W)



Fonte: O Autor, 2017

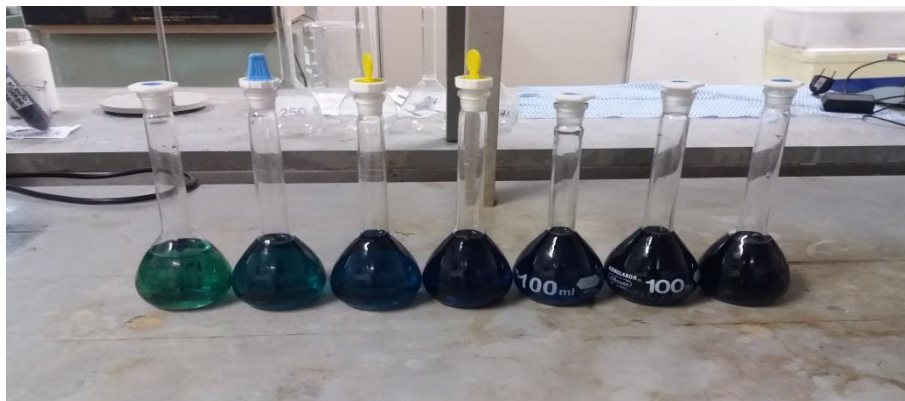
Figura 17. Ponto E - 57,05'280"S - 35,28'188"W)



Fonte: O Autor, 2017

ANEXO C: Formação de padrões com reagentes de cor

Figura 18. Padrões de amônia com formação do reagente de cor



Fonte: O Autor, 2017

Figura 19. Reagente de cor indofenol



Fonte: O Autor, 2017

Figura 20. Padrões de nitrito com presença do reagente de cor



Fonte: O Autor, 2017

ANEXO D: Equipamentos

Figura 21. pHmetro de bancada (MS TECNOPON Instrumentação)



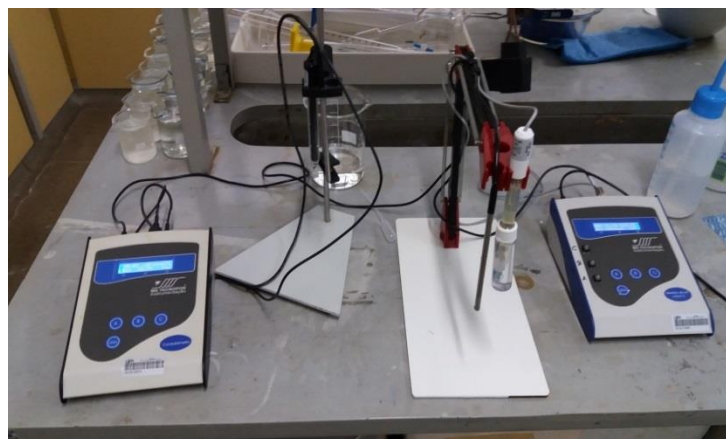
Fonte: O Autor, 2017

Figura 22. Condutivímetro de bancada (MS TECNOPON Instrumentação)



Fonte: O Autor, 2017

Figura 23. pHmetro e Condutivímetro com eletrodos de medida



Fonte: O Autor, 2017

Figura 24. Espectrofotômetro UV/VIS



Fonte: O Autor, 2017

Anexo E: Resultados dos parâmetros físicos antes e depois das coletas das amostras

Tabela 4. Resultados de pH e Temperatura para os pontos no momento da coleta das amostras

Data	Pontos de Coleta	pH	Temperatura (°C)
09/06/2017	A	6	-
	B	6	-
	C	6	-
	D	7	-
	E	6	-
23/06/2017	A	6	27
	B	7	26
	C	6	27
	D	7	27
	E	6	29

Fonte: O Autor, 2017

Tabela 10. Resultados das amostras após serem coletadas e armazenadas em caixa de isopor para análise em laboratório (1ª coleta: 09/06/2017)

Pontos de Coleta	Amostras	pH	Temperatura (°C)	Condutividade (µS/Cm)
A	1	7,77	11,7	232,3
	2	7,75	9,9	233,5
	3	7,72	10,0	238,8
B	4	7,19	18,9	273,7
	5	7,20	13,8	198,9
	6	7,28	10,2	241,8
C	7	7,23	20,3	288,5
	8	7,15	16,8	218,6
	9	7,20	19,7	277,1
D	10	7,60	14,5	256,2
	11	7,55	15,5	245,1
	12	7,33	17,3	256,7
E	13	7,50	21,9	249,6
	14	7,52	20,1	236,3
	15	7,60	20,9	240,2

Fonte: O Autor, 2017

Tabela 11. Resultados das amostras após serem coletadas e armazenadas em caixa de isopor para análise em laboratório (2ª coleta: 23/06/2017)

Pontos de Coleta	Amostras	pH	Temperatura (°C)	Condutividade (µS/Cm)
A	1	7,78	8,2	236,1
	2	7,66	7,7	42,86
	3	7,76	6,9	241,3
B	4	7,62	12,6	254,7
	5	7,71	11,1	244,7
	6	7,67	11,8	255,0
C	7	7,36	20,9	260,4
	8	7,40	11,1	67,21
	9	7,49	11,6	256,0
D	10	7,56	15,4	99,0
	11	7,47	15,5	266,5
	12	7,60	7,3	233,4
E	13	7,80	15,0	227,7
	14	7,69	18,9	228,4
	15	7,79	13,3	215,6

Fonte: O Autor, 2017