



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
CENTRO DE CIÊNCIAS FÍSICAS E MATEMÁTICAS  
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA  
QMC 5515 – Estágio Supervisionado

**RELATÓRIO DE ESTÁGIO SUPERVISIONADO DESENVOLVIDO NA  
JR HIDROQUÍMICA EM FLORIANÓPOLIS/SC**

**Caroline Lima de Kotona Freitas**

**Orientador: Eduardo S. Chaves**

Florianópolis  
Setembro/2021

Caroline Lima de Kotona Freitas

**ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS DE AMOSTRAS DE ÁGUAS DE POÇOS -  
DETERMINAÇÃO DAS CONCENTRAÇÕES DE ALUMÍNIO, MANGANÊS, FERRO  
E AMÔNIA**

Projeto de Estágio Supervisionado (QMC 5515)  
apresentado ao Departamento de Química da  
Universidade Federal de Santa Catarina  
desenvolvido na JR Hidroquímica em Florianópolis  
supervisionado por Joarez da Silva Vieira Junior.

Florianópolis  
Setembro/2021

## SUMÁRIO

1- Introdução.....	9
2- Justificativa.....	10
3- Apresentação do local de estágio.....	11
4- Atividades realizadas durante o estágio.....	13
5- Revisão da literatura.....	13
5.1- Qualidade da água.....	13
5.2- Aspectos Químicos da água.....	15
5.2.1- Ferro, Manganês, Alumínio, Amônia e sua presença na água.....	15
5.3- Determinação da Concentração.....	18
5.4- Espectrofotometria de absorção molecular na região do ultravioleta.....	19
5.5- Legislação.....	21
6- Objetivos.....	22
6.1- Objetivo Geral.....	22
6.2- Objetivo específicos.....	23
7- Materiais e métodos.....	23
7.1- Preservação das amostras.....	23
7.2- Amostragem da água.....	24
7.3- Análises Físico-Químicas para água.....	24
7.3.1- Determinação Alumínio.....	24
7.3.2- Determinação Manganês.....	25
7.3.3- Determinação Ferro.....	26
7.3.4- Determinação Amônia.....	26
7.4- Segurança no laboratório e destinação dos resíduos.....	27
8- Resultado e discussão.....	28
8.1- Alumínio.....	28
8.2- Manganês.....	30
8.3- Ferro.....	31
8.4- Amônia.....	34
9- Conclusão.....	36
10- Contribuição do estágio à formação profissional.....	36
11- Referências.....	37
12- Anexos.....	39

## LISTA DE ABREVIATURAS E ACRÔNIMOS

IBGE - Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística.

OMS - Organização Mundial da Saúde.

ICP OES – Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado

ICP-MS - Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado.

AAS - Espectrometria de absorção atômica.

UV-Vis - Ultravioleta Visível.

EPI's - Equipamentos de Proteção Individual.

CTAB - Brometo de Cetrimônio.

COD - Carbono Orgânico Dissolvido.

## LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1. Reação de oxidação do Ferro (II)

Equação 2. Oxidação do Alumínio

Equação 3. Lei de Lambert-Beer

Equação 4. Cálculo da Concentração de Alumínio

Equação 5. Cálculo da Concentração de Manganês

Equação 6. Cálculo da Concentração de Ferro Total

Equação 7. Cálculo da Concentração de Amônia

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Rotina no Laboratório.

Figura 2. Classificação das impurezas que podem ser encontradas na água de acordo com as suas características.

Figura 3. Ocorrência de Ferro e Manganês, em suas diferentes formas, nas águas superficiais e subterrâneas.

Figura 4. Requisitos básicos de um espectrofotômetro.

Figura 5. Equação da reação de complexação do  $Al^{3+}$  empregando a quercetina.

Figura 6. Concentração de Alumínio em amostras de Água Subterrânea.

Figura 7. Concentração de Manganês em amostras de Água Subterrânea.

Figura 8. Estrutura sugerida para o complexo de  $Fe^{3+}$ /ácido ascórbico.

Figura 9. Concentração de ferro em amostras de água subterrânea.

Figura 10. Esquema reacional do teste de Berthelot utilizando salicilato para determinação de amônia em água.

Figura 11. Concentração de Amônia nas amostras de Água Subterrânea.

## **LISTA DE TABELAS**

Tabela 1. Concentrações máximas permitidas para parâmetros de potabilidade em água, portaria nº 888, de 04 de maio de 2021.

Tabela 2. Especificações das amostras de água mineral subterrânea.

## RESUMO

A água sempre foi um dos recursos ambientais mais preciosos e escassos da humanidade. É necessário que a preservação dos recursos de água doce sejam uma das prioridades do mundo atual. A atuação do homem impacta diretamente a qualidade da água doce presente na terra. Mesmo com tecnologia e tempos mais modernos, grande parte da população mundial não tem acesso ao abastecimento de água e ao sistema de coleta de esgoto, este despejado muitas vezes em mares, rios e lagos, que causam sérios problemas nos últimos anos, deste modo há a necessidade de se estabelecer padrões de qualidade, embasados por um suporte legal.

O objetivo deste trabalho de conclusão de curso é analisar alguns dos padrões de potabilidade de amostras de água de águas subterrâneas de diferentes locais de Florianópolis. As análises foram realizadas seguindo a metodologia utilizada nas análises está descrita no “*Standard for the Examination of Water and Wastewater*” e/ou utilizando kits de ensaio da Merck.

Foram avaliados quatro parâmetros nas amostras de água de poço: concentração de alumínio, ferro, manganês e amônia. Os resultados obtidos comparando os parâmetros analisados com os limites permitidos pela legislação mostraram que das quinze amostras das águas subterrâneas analisadas, apenas 4 apresentaram concentração desses quatro parâmetros abaixo do permitido pela legislação, nas demais amostras é necessário que se realize um tratamento antes de considerá-las adequada para o consumo.

Como conclusão geral, este trabalho contribuiu para demonstrar que a utilização de análises químicas relativamente simples, podem ser usadas para realizar avaliação de parâmetros importantes para a qualidade da água. Das quinze amostras de águas subterrâneas, onze não se enquadram dentro dos padrões de potabilidade. A realização deste estágio contribuiu significativamente para a formação acadêmica, permitiu a complementação da formação de forma prática em um laboratório de análises.

*Palavras-chave: água, potabilidade, ferro, manganês, alumínio e amônia.*



## 1. INTRODUÇÃO

O homem depende, para viver, de três elementos: ar, alimento e água. Devido a isso o ser humano sempre buscou criar raízes em locais próximos aos cursos d'água, pois ao contrário dos outros elementos, a água não é distribuída de maneira uniforme. Ao longo dos tempos, com o avanço da tecnologia, foi desenvolvido o sistema urbano de abastecimento de água, o qual permite hoje se ter água potável nas residências. As águas utilizadas nesse sistema de distribuição são retiradas de rios, lagos, represas e aquíferos. Entretanto, apesar do planeta possuir um grande volume de água, apenas 1% da água disponível é considerada própria para consumo humano (IBGE), sendo este um recurso esgotável.<sup>1,2,3</sup>

O Brasil possui em seu território uma das maiores reservas subterrâneas de água doce do planeta, porém, ainda há escassez de água potável em diversos estados brasileiros. Por conta da ação do homem, ao longo dos anos, os rios, mares e lagos são degradados. Além do descarte inadequado de resíduos, o desmatamento, urbanização desordenada e até mesmo a expansão industrial, são as principais causas dos impactos qualidade da água.<sup>4</sup>

A falta de fiscalização e ações do poder público também contribuem com a poluição das fontes de água potável. Em Santa Catarina, apenas 25,3% dos catarinenses têm acesso ao sistema de tratamento de esgoto. A cidade de Florianópolis se encontra na 69ª posição do *ranking* de saneamento. Pode-se notar que em diversos pontos da cidade o esgoto é lançado diretamente em rios, córregos e no mar. Esse fato tem reflexo direto na qualidade da água nas praias da cidade, apenas 59 dos 87 locais onde são realizadas as coletas para o monitoramento da qualidade de água estão próprios para banho.<sup>4,5</sup>

Considerando esses problemas, a Organização Mundial da Saúde – OMS criou guias para a qualidade de água potável, como referência para o estabelecimento de normas de cada país, no controle do abastecimento de água.<sup>1,3</sup> No Brasil, os padrões de qualidade da água, segundo as diferentes classes, foram estabelecidos pela Portaria GM/MS nº 888, de 04 de maio de 2021, onde se tem as responsabilidades da qualidade da água e seu padrão de potabilidade.<sup>6</sup> É de extrema importância que o país tenha uma legislação vigente a respeito da qualidade de água que chega para consumo, tendo em vista que muitas substâncias são extremamente prejudiciais à saúde do ser humano. Com regras implantadas e

padrões de qualidade a serem seguidos, os riscos de ter uma água contaminada em sua residência é baixa e a segurança é maior.

## **2. JUSTIFICATIVA**

Na natureza a água está em permanente movimento cíclico – ciclo natural da água ou ciclo hidrológico. Por ação do calor solar, a água da superfície terrestre evapora-se; na atmosfera condensa-se formando nuvens; regressa à Terra sob a forma de chuva, neve ou granizo escoando-se para os rios e mares e, por infiltração no terreno, contribuindo para as reservas subterrâneas de água.<sup>1,2</sup> O ciclo hidrológico é fator determinante na quantidade de água disponível para utilização pelo homem.

A água da Terra, corresponde a aproximadamente 70% da superfície do planeta, esta abundância é apenas aparente já que, apenas 1% desta água está diretamente disponível para ser utilizada.<sup>2,3</sup> Os oceanos e os mares retêm cerca de 97% do total de água, enquanto que a água doce apenas constitui 3%. A água doce encontra-se sob a forma de gelo nos glaciares e calotas polares, sob a forma líquida nos aquíferos profundos, nos rios, nos lagos e no solo, e sob a forma de vapor na atmosfera.<sup>3,4</sup> Assim, a utilização consciente desse recurso essencial à vida, bem como o monitoramento de parâmetros que assegurem a sua qualidade são de fundamental importância.

No Brasil deve-se seguir as normas da Portaria GM/MS nº 888, de 04 de maio de 2021, onde são considerados os seguintes tipos de utilização de água: águas para consumo humano, águas balneares, águas de rega e águas para suporte da vida aquífera. Para cada tipo de utilização é estabelecido um conjunto de parâmetros de referência que permite verificar a adequabilidade da água para o respectivo fim. Caso as características da água não satisfaçam os padrões de qualidade é necessário proceder com o tratamento adequado.<sup>6</sup> A necessidade de tratamentos e processos corretivos da qualidade da água é determinada através de análises físico-químicas e microbiológicas realizadas periodicamente à água em diversos períodos do ano. As tecnologias empregadas para o tratamento da água a utilizar podem ser diversas, incluindo tratamentos físicos, químicos ou biológicos.<sup>4,6</sup>

A garantia da qualidade da água e dos processos de tratamento utilizados é obtida pelo monitoramento de diversos parâmetros de qualidade estabelecidos pela

legislação brasileira. Laboratórios públicos e privados são responsáveis pela realização periódica de análises destinada ao monitoramento dos parâmetros físico-químicos e microbiológicos da água. Em Florianópolis, um desses laboratórios é o da empresa JR Hidroquímica, que realiza diversos tipos de análises físico-químicas e biológicas para determinar a qualidade da água e efluentes. A realização do estágio supervisionado em um laboratório de análises, como o da JR Hidroquímica, possibilitam a aplicação prática do conteúdo aprendido durante a Graduação em Química. O laboratório oferece a possibilidade de realizar análises físico-químicas dos padrões de potabilidade de águas subterrâneas, complementando a formação acadêmica.

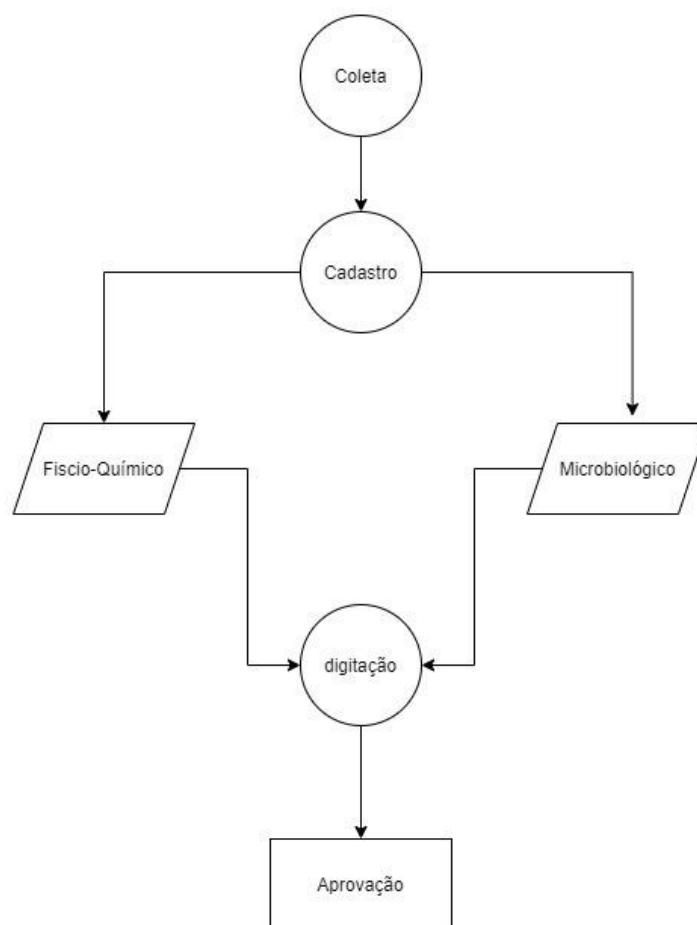
### **3. APRESENTAÇÃO DO LOCAL DE ESTÁGIO**

A empresa JR Hidroquímica - Laboratório de Controle de Qualidade - está situada no bairro Trindade em Florianópolis em Santa Catarina, atua no ramo de análises físico-químicas e microbiológicas de águas e efluentes.

A empresa iniciou as atividades em 1994, com prestação de serviço em responsabilidade técnica na qualidade da água de piscinas coletivas na região da grande Florianópolis. Com o aumento da demanda, começou a prestar serviços relacionados à análises de águas e efluentes líquidos industriais. Atualmente, a JR realiza análise de amostras de efluentes e diferentes tipos de água, como: minerais, poços, purificadas e de distribuição.

Atualmente, a empresa está organizada em três laboratórios específicos. O laboratório de físico-química, onde são realizadas análises dos parâmetros físico-químicos de amostras de águas e efluentes; o laboratório de microbiologia, o qual destina-se a realização das análises para avaliação dos parâmetros microbiológicos e laboratório de medicamentos, que realiza pesagens dos comprimidos e teor do que há dentro deles. As amostras para análises podem ser coletadas por um funcionário da empresa ou também recebidas via correio, sob as condições adequadas de acondicionamento. Na Figura 1, está ilustrado o fluxograma com a rotina de análise, desde o recebimento da amostra até a emissão do laudo da análise.

Todas as análises, utilizam metodologia padronizada, atendendo as exigências da legislação vigente no país.



**Figura 1. Rotina no Laboratório**

Fonte: Autoria própria.

As amostras destinadas para análise são coletadas nos seus respectivos frascos, em seguida ao chegar na empresa é realizado o cadastro delas. Nessa parte do processo, são adicionadas ao sistema Quali Lims as análises que os clientes solicitaram, prazo para entrega de laudos com os resultados, além de destinar a qual setor a amostra deve ser analisada, o físico-químico ou microbiológico.

Ao chegar no setor destinado, são realizadas as análises solicitadas pelo cliente, então, o supervisor faz a digitação dos resultados no sistema de controle, onde estes são posteriormente revisados pelo gerente de laboratório e por fim aprovados para ser entregue o laudo com os resultados das análises ao cliente.

#### **4. Atividades realizadas durante o estágio**

A JR Hidroquímica possui um vasto número de análises, eu tive a oportunidade de realizar estágio não obrigatório nessa empresa por 2 anos. Nesse período, pude vivenciar a rotina de um laboratório de análises e aprender com profissionais e estagiários de diferentes áreas. Durante o estágio tive a oportunidade de realizar análises físico-químicas de amostras de água e efluentes. Além de realizar análises de diversos parâmetros regulamentados para água e efluentes.

Neste período, também adquiri experiência na preparação de soluções e reagentes, como tampão de amônia, ácidos e bases de concentrações diferentes, preparação de frascos para as análises de gás. Além disso, atividades como o correto descarte de amostras e resíduos químicos resultantes das análises foram realizados.

Então, no estágio obrigatório as minhas atividades foram direcionadas para análises físico-químicas de amostras de águas. Entretanto, considerando o grande número de parâmetros monitorados para avaliar a qualidade desse tipo de amostra, optou-se por selecionar alguns parâmetros para apresentar e discutir nesse relatório. Assim, serão apresentados os resultados obtidos para determinação da concentração de ferro, alumínio, manganês e amônia em diferentes amostras de água de poços.

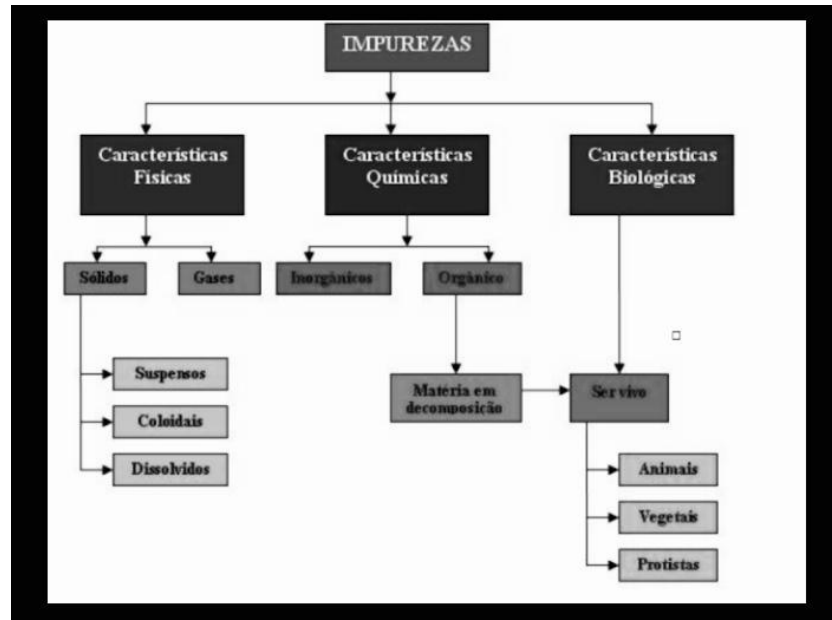
## **5. REVISÃO DA LITERATURA**

### **5.1. Qualidade da Água**

A água totalmente pura não existe na superfície da terra, a expressão “água pura” é usada para indicar água potável, indicando qualidade para ser consumida pelo ser humano.<sup>1</sup> Quimicamente sabe-se que, mesmo sem impurezas, a água é a mistura de 33 substâncias distintas.<sup>2</sup> Ela incorpora diversas impurezas, pois por ser um bom solvente, tem capacidade de transportar partículas, essas impurezas definem sua qualidade.

A qualidade da água que existe no planeta é resultante de fenômenos naturais e da atuação do homem. Infelizmente, a poluição tornou-se marca registrada dos rios. Estima-se que 80% das enfermidades no mundo sejam contraídas por água contaminada.<sup>2</sup> As impurezas encontradas na água podem ser classificadas de acordo com as suas características (Figura 2)<sup>3</sup>. Muitas vezes as

impurezas encontradas na água são inofensivas, porém ainda há algumas perigosas, dentre essas se encontram os vírus, bactérias, parasitas, substâncias e elementos potencialmente tóxicos.<sup>3</sup>



**Figura 2. Classificação das impurezas que podem ser encontradas na água de acordo com as suas características**

**Fonte: Adaptado da Referência 3**

Para análises de água, deve-se considerar os parâmetros a serem analisados de acordo com a mesma, pois cada tipo de água (água purificada, água mineral, água subterrânea) possui uma finalidade e análises obrigatórias.<sup>2,3</sup> Para cada uma delas é necessário que exista um padrão de qualidade e o erro percentual de cada análise e método utilizado.<sup>4</sup>

Padrões de potabilidade classificam a qualidade para as águas de abastecimento, esses padrões são a quantidade limite que, com relação aos diversos elementos, podem ser tolerados nas águas de abastecimento, quantidades essas fixadas, em geral, por leis, decretos ou regulamentos regionais.<sup>5</sup> No Brasil, os padrões de qualidade da água, segundo as diferentes classes, foram estabelecidos pelo Portaria GM/MS nº 888, de 04 de maio de 2021.<sup>6</sup>

## 5.2. Aspectos Químicos da Água

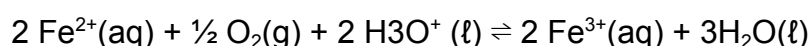
Os aspectos químicos e suas concentrações são as análises mais importantes para se certificar da qualidade de uma água, tendo em vista que muitos componentes químicos em excesso podem causar danos à saúde.<sup>6</sup>

Estes parâmetros permitem:

- I. Classificar a água por seu conteúdo mineral, através de íons presentes.
- II. Determinar o grau de contaminação, permitindo determinar a origem dos poluentes.
- III. Caracterizar picos de concentração de poluentes tóxicos e as possíveis fontes.
- IV. Avaliar o equilíbrio bioquímico que é necessário para a manutenção da vida aquática, permitindo avaliar as necessidades de nutrientes.<sup>5</sup>

### 5.2.1 Ferro, Manganês, Alumínio, Amônia e sua presença na Água.

Em águas naturais, o ferro sempre está presente, podendo estar no estado ferroso ( $\text{Fe}^{2+}$ ) formando então compostos solúveis. Este metal em ambientes oxidantes, é oxidado de  $\text{Fe}^{2+}$  a  $\text{Fe}^{3+}$ , dando origem ao hidróxido férrico, que causa uma precipitação na água, deixando-a com coloração escura.<sup>7,8</sup> A reação de oxidação do  $\text{Fe}^{2+}$  pelo oxigênio pode ser representada pela seguinte equação 1:



**Equação 1. Reação de oxidação do Ferro (II)**

Em águas superficiais, raramente a concentração de ferro ultrapassa 0,3 mg/L.<sup>7,8</sup> Os íons ferrosos podem ser oxidados ao entrar em contato com o oxigênio do ar, por conta disso as águas de poços ao saírem e entrarem em contato com o ambiente externo podem se tornar amarelas.

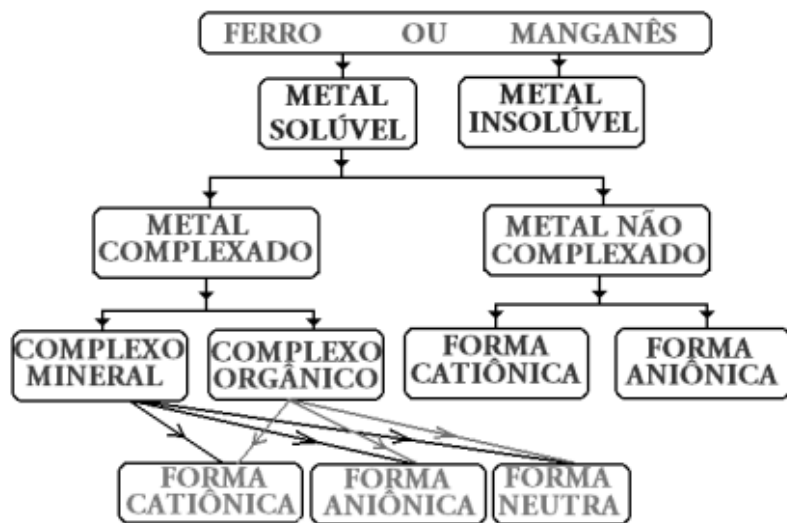
O ferro é um metal indesejado nas águas de consumo humano ou industrial, porque o hidróxido ferroso pode formar depósitos e incrustações, além de coloração indesejável, sabor metálico e causar danos à saúde.<sup>7</sup>

Outro metal prejudicial para consumo humano e que também gera um gosto metálico à água é o manganês.<sup>5</sup> Ele é considerado de extrema importância ao metabolismo humano, porém pode ser perigoso: a ingestão crônica, quantidade diária superior a 3 mg, pode levar a um quadro de intoxicação conhecido por manganismo. Sabe-se hoje que o distúrbio provoca permanentemente tremores, dificuldades de coordenação motora e problemas de memória.

O manganês forma um resíduo negro na água. Altas concentrações destes sedimentos causam manchas vermelhas, marrons ou negras nas roupas, pias, vasos sanitários e em locais que tenham contato.<sup>5,7</sup> A sua presença se deve a solubilidade dos sais do solo pelas bactérias e compostos orgânicos, os quais geram condições anaeróbicas, facilitando a redução de seus compostos na forma manganosa.

Como os outros elementos de transição, devido à sua configuração eletrônica, possui algumas propriedades características: apresenta várias formas e estados de oxidação (0 a 7+).<sup>5,7</sup> É o metal de transição mais abundante após o ferro e o titânio, os compostos mais comuns são formados nos estados de oxidação 2+, 3+ e 7+. O estado de oxidação desse metal pode ser alterado de acordo com a atividade microbiana no solo. Através da oxidação biológica que ocorre, forma divalente é transformada na trivalente que, em seguida, é reduzida a  $Mn^{2+}$  em solos muito ácidos.<sup>5</sup> Ambos os metais citados acima podem estar presentes nas águas subterrâneas em diversas formas conforme representado de forma esquemática na Figura 3.<sup>9</sup>

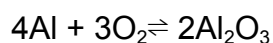




**Figura 3. Ocorrência de Ferro e Manganês, em suas diferentes formas, nas águas superficiais e subterrâneas.**

**Fonte: Adaptado da referência 9.**

Outro metal que está presente de forma natural na água é o alumínio. Este é o metal mais abundante da crosta terrestre. Ele não se encontra sob a forma de metal livre no ambiente, pois possui alta reatividade, por conta disso, está sempre no estado de oxidação 3+.<sup>9</sup> A oxidação do alumínio formando o respectivo óxido é representada pela seguinte equação 2:



**Equação 2. Oxidação do Alumínio**

Os fatores físico-químicos e geológicos do solo impactam na concentração desse metal nas águas subterrâneas. Além disso, é um metal que está presente na chuva ácida, a qual contamina os rios, lagos e mares, afetando desde o solo até os animais. Sua presença em excesso provoca turvação, pois o alumínio precipita em  $\text{Al}(\text{OH})_3$  e esse precipitado em excesso pode alterar a transparência da água.<sup>9,10</sup> Estudos mostram que pessoas com excesso de alumínio no organismo podem ter alterações crônicas de problemas intestinais, como a síndrome do intestino irritável, inchaço abdominal e má digestão.<sup>10</sup>

A condutividade elétrica do alumínio é considerada bem alta e diferente do ferro e manganês, ela não se altera em contato com o ar ou em presença de água, graças à formação de uma fina capa de óxido que o protege de ataques do meio ambiente.<sup>9,10</sup>

Essa camada, com alguns milímetros de espessura, impede que o metal reaja com a água. Quando esta camada é corrompida dá-se uma reação química em que é produzido hidrogênio altamente inflamável.

Além dos metais, outro componente químico presente em águas subterrâneas é a amônia, que é facilmente biodegradável.<sup>11</sup> É um nutriente de imensa importância para as plantas, que a absorvem facilmente. Os níveis de amônia na superfície da água doce crescem com o aumento do pH e temperatura. Em baixos pH e temperatura, a amônia em meio aquoso é protonada formando o íon amônio ( $\text{NH}_4^+$ ) e uma hidroxila ( $\text{OH}^-$ ).<sup>11,12</sup> Em altas concentrações a amônia pode causar danos graves à saúde, já que interfere no transporte do oxigênio pela hemoglobina. Sua concentração em águas subterrâneas é baixa devido à sua fácil absorção por partículas do solo ou à oxidação a nitrito e nitrato.<sup>13</sup> Entretanto, a ocorrência de concentrações elevadas pode ser um indicativo de fontes de poluição próximas.

### **5.3. Determinação da Concentração**

Existem diversas técnicas para determinar a concentração de um metal em amostras de água. Os métodos analíticos comumente utilizados para análise elementar fazem uso de técnicas como a espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES), a espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS), a espectrometria de absorção atômica (AAS) e espectrofotometria na região UV-VIS.

A técnica utilizada ICP OES é uma técnica que permite análise multielementar e utiliza uma fonte de plasma indutivamente acoplado que fornece energia suficiente para excitar os analitos.<sup>14</sup> O plasma, vai atingir a temperatura entre 7000 K a 10000 K, essa energia é suficiente para promover a excitação da maioria dos elementos químicos existentes, possibilitando a quantificação de uma ampla faixa de analitos.<sup>14,15</sup>

Após o processo de excitação, os elétrons retornam aos níveis eletrônicos de menor energia liberando a energia na forma de fótons, em comprimento de onda

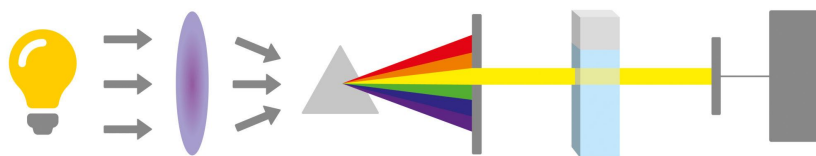
específico. A intensidade da emissão pode ser diretamente relacionada à concentração do elemento na amostra. A técnica de ICP-MS também é uma técnica multielementar e possibilita a determinação de elementos em concentrações muito baixas (ppb e ppt). Nessa técnica o plasma é a fonte de íons, onde após o processo de ionização dos analitos estes são direcionados ao espectrômetro de massas onde são separados em função da razão massa/carga e direcionado ao detector.<sup>16,17</sup> As contagens correspondentes a razão  $m/z$  dos isótopos dos analitos monitorados podem ser correlacionadas a concentração dos analitos na amostra.

A espectrometria de absorção atômica, apesar de convencionalmente não ser uma técnica multielementar, é amplamente utilizada para determinação de metais. O princípio da técnica baseia-se na interação da radiação eletromagnética com átomos livres no estado gasoso.<sup>18</sup> Nessa técnica a intensidade de radiação atenuada (absorvância) pelos átomos livres do analito pode ser correlacionada com a concentração destes nas amostras.

A Espectroscopia de absorção molecular na região do ultravioleta e visível (UV-Vis), é a técnica amplamente utilizada para análise química.<sup>21</sup> Esta estuda o comportamento da matéria quando exposta à radiação eletromagnética na faixa em torno de 200 a 400 nm (ultravioleta) e 400 a 750 nm (visível). Baseia-se em medidas de transmitância ou absorvância apresentada pela solução contendo a espécie capaz de absorver radiação em um dado comprimento de onda e possui grande aplicação em determinações quantitativas de uma grande variedade de espécies orgânicas e inorgânicas. É uma técnica mais prática e com custos menores para os laboratórios. Algumas análises não requerem a determinação dos analitos em baixos níveis de concentração (ug/L, ng/L), portanto não há necessidade de equipamentos com sensibilidade maiores.

#### **5.4. Espectrofotometria de absorção molecular na região do ultravioleta e visível**

Algumas análises requerem pequenas quantidades de amostra, limitando a utilização da técnica de volumetria.<sup>2</sup> Os principais componentes de um espectrômetro de absorção molecular na região do UV-Vis estão apresentados na Figura 4.<sup>21</sup>



**Figura 4. Componentes de um espectrômetro de absorção molecular na região do UV-Vis.<sup>21</sup>**

Fonte: Adaptado da referência 21.

A radiação proveniente de uma fonte de radiação contínua passa por um monocromador, que seleciona uma estreita faixa de comprimento de onda do feixe incidente. Esta radiação é direcionada para a cubeta onde está a amostra, e a energia a radiação transmitida segue para o detector. Por meio da relação entre a radiação incidente a radiação transmitida a absorvância pode ser obtida.<sup>19</sup>

Essa técnica baseia-se na Lei de Lambert-Beer (1870), que observou a relação entre a radiação e a espessura da camada do meio absorvente.<sup>18,19</sup> Quando um feixe de radiação monocromática atravessa um meio transparente homogêneo, cada camada deste meio absorvia igual a fração da radiação que atravessava, independentemente da intensidade da radiação incidente.<sup>20</sup> A partir desta conclusão foi enunciada a seguinte lei:

"A intensidade da radiação emitida decresce exponencialmente à medida que a espessura do meio absorvente aumenta aritmeticamente".

Esta lei, conhecida como Lei de Lambert-Beer,<sup>20</sup> pode ser expressa pela seguinte equação 3:

$$I = I_0 \cdot 10^{-kc}$$

### **Equação 3. Lei de Lambert-Beer**

Onde:  $I$  = Intensidade da radiação transmitida;  $I_0$  = Intensidade da radiação incidente;  $k$  = Constante denominada coeficiente de absorção;  $c$  = Concentração do meio absorvente.

A absorvância é proporcional à concentração da espécie química absorvente, sendo constantes o comprimento de onda, a espessura atravessada pelo feixe luminoso e demais fatores.<sup>19</sup>

Essa técnica é muito utilizada para análises de metais e outras substâncias em água, pois é a maneira mais simples de determinação de concentração dessas substâncias ao serem comparadas com as técnicas de ICP OES e ICP MS, que possuem custos mais elevados.

## **5.5. Legislação**

A qualidade da água a ser consumida pelo ser humano é de extrema importância, tendo em vista que muitas substâncias que podem estar presentes são prejudiciais à saúde. Para isso, é necessário que haja um controle de qualidade, com limites estabelecidos e estudados para que tal quantidade realmente não cause problemas no organismo.

A legislação brasileira determina valores máximos de metais e demais substâncias em água e efluentes.<sup>6</sup> Os parâmetros de potabilidade de água são: Condutividade; Sólidos Totais Dissolvidos; pH; Turbidez; Cor Aparente; Cloro Residual Livre; Alcalinidade; Cloreto; Nitrogênio Nitrito; Alumínio; Amônia; Ferro; Manganês; Fluoreto; Dureza da Água; Gosto e odor.

Os limites máximos permitidas pela legislação brasileira de cada parâmetro citados, segue a portaria nº 888, de 04 de maio de 2021, encontra-se na Tabela 1.<sup>6</sup>

**Tabela 1. Concentrações máximas permitidas para parâmetros de potabilidade em água, portaria nº 888, de 04 de maio de 2021.**

<b>Parâmetro</b>	<b>CAS</b>	<b>Unidade</b>	<b>VMP<sup>(1)</sup></b>
<b>Sólidos Dissolvidos Totais</b>	-	mg/L	<b>500</b>
<b>Turbidez</b>	-	uT	<b>5</b>
<b>Cor Aparente</b>	-	uH	<b>15</b>
<b>Cloro Residual Livre</b>	-	mg/L	<b>0,2</b>
<b>Cloreto</b>	<b>16887-00-6</b>	mg/L	<b>250</b>
<b>Nitrito (como N)</b>	<b>14797-65-0</b>	mg/L	<b>1</b>
<b>Alumínio</b>	<b>7429-9-5</b>	mg/L	<b>0,20</b>
<b>Amônia (como N)</b>	<b>7664-41-7</b>	mg/L	<b>1,2</b>
<b>Ferro</b>	<b>7439-89-6</b>	mg/L	<b>0,3</b>
<b>Manganês</b>	<b>74-39-5</b>	mg/L	<b>0,1</b>
<b>Fluoreto</b>	<b>7782-41-4</b>	mg/L	<b>1,5</b>
<b>Dureza total</b>	-	mg/L	<b>300</b>
<b>Gosto e odor</b>	-	<b>Intensidade</b>	<b>6[ec1]</b>

## 6. OBJETIVOS

### 6.1 Objetivo Geral

Analisar amostras de água subterrânea provenientes de poços localizados na região de Florianópolis quanto às concentrações de ferro, manganês, alumínio, amônia e comparar os resultados com os limites estabelecidos pela legislação brasileira.

### 6.2 Objetivos específicos

- Entender a rotina e o funcionamento do laboratório para análises físico-químicas de amostras de águas.
- Determinar as concentrações de ferro, manganês, alumínio, amônia em amostras de águas de diferentes poços.
- Comparar os resultados como os estabelecidos pela legislação brasileira, segundo a portaria GM/MS nº 888, de 04 de maio de 2021.

## 7. MATERIAIS E MÉTODOS

### 7.1. Preservação das Amostras

A preservação das amostras é necessária para que ações biológicas não ocorram, hidrólise de compostos químicos e também para reduzir a volatilidade, que continuam a ocorrer após a coleta das amostras.<sup>22</sup> Os íons metálicos podem ser adsorvidos nas paredes dos frascos, sofrer precipitação ou oxidação (p.ex.,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ). Esses processos podem ser minimizados por acidificação do meio com ácido nítrico, até  $\text{pH} < 2,0$  (1,0 mL  $\text{HNO}_3$ ), já a amônia também precisa ficar em  $\text{pH}$  baixo, porém sua preservação deve ser feita com ácido sulfúrico (Tabela 2).<sup>22,23</sup>

**Tabela 2. Especificações das amostras de água mineral subterrânea**

**Fonte: Autoria própria.**

<b>Parâmetro</b>	<b>Preservação</b>	<b>Prazo Máximo de Análise</b>
Amônia	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	28 dias
Alumínio	HNO <sub>3</sub>	28 dias
Ferro	HNO <sub>3</sub>	28 dias
Manganês	HNO <sub>3</sub>	28 dias

## **7.2. Amostragem da água**

Para análises físico-químicas a coleta foi realizada em frasco de polietileno ou vidro âmbar. Coletou-se cerca de 1,5 litros de água para realização das análises e suas devidas duplicatas. Os recipientes levados para a coleta foram lavados e depois rinsados com água purificada três vezes. Os fracos foram identificados com sua devida preservação.

A amostra deve vir no recipiente deixando cerca de 3 cm de ar fresco para que haja homogeneização antes de realizar as análises. Até o momento da análise devem ser mantidas sob refrigeração.<sup>22,23</sup>

## **7.3. Análises Físico-Químicas para Água**

Os métodos utilizados para análise das amostras de água foram baseados na metodologia para análises de água e efluente líquido industrial que estão descritas no “*Standard for the Examination of Water and Wastewater*”. Entretanto, utiliza kits da Merck para análises dos metais e da amônia, onde muitos reagentes são codificados. Assim, na descrição dos procedimentos não foi possível especificar todos os reagentes utilizados.

### **7.3.1. Determinação Alumínio**

Para determinação da concentração de alumínio as amostras foram coletadas em frasco de polietileno contendo 1,0 mL de ácido nítrico com concentração 1:1 v/v para que seu pH fosse mantido menor que 2,0. Para realizar a análise, ajustou-se o



pH da amostra na faixa de valor entre 3 e 10. As análises foram realizadas utilizando o kit Spectroquant Merck - Alumínio, para faixa de concentração de Al entre 0,020 a 1,20 mg/L .

Em um tubo de ensaio adicionou-se uma alíquota 5,0 mL da amostra, uma medida do reagente codificado como Al-1 ( $\approx$  0,1380 g), em seguida agitou-se até que o reagente fosse totalmente dissolvido. Adicionou-se 1,2 mL do reagente Al-2, agitando a amostra novamente e por fim, 250  $\mu$ L do reagente Al-3. Para a reação se completar deve-se esperar 2 minutos e em seguida fazer as medições em uma cubeta de vidro com caminho óptico de 20 mm em um espectrofotômetro Spectroquant Prove 300 UV-Vís no comprimento de onda em 550 nm.

A quantidade de Alumínio foi calculada pela equação 4 e o resultado expresso em mg/L.

$$\text{Alumínio} = M \times (Va/Vb) \text{ mg/L Al}$$

#### **Equação 4. Cálculo da Concentração de Alumínio**

Onde:  $M$  = medição fornecida pelo equipamento;

$Va$  = volume de amostra na diluição;

$Vb$  = volume total de amostra diluída.

#### **7.3.2. Determinação Manganês**

A amostra foi preservada em frasco de vidro âmbar ou polietileno com 1,0 mL de ácido nítrico na concentração 1:1 para que seu pH seja mantido abaixo de 2,0. Para realizar a análise o pH da amostra foi ajustado para faixa entre 3 e 10. Nesse ensaio utilizou-se o kit spectroquant merck - manganês de leitura de concentração mínima de 0,005 mg/L Mn e concentração máxima de 2,0 mg/L Mn.

Em tubo de ensaio adicionou-se 8 mL da amostra e uma medida do reagente Mn-1 ( $\approx$  12,1 mg), agitou-se até que o pó foi totalmente dissolvido. Em seguida adicionou-se 2,0 mL do reagente Mn-2 e três gotas do reagente Mn-3, e agitou-se novamente. Por fim, adicionou-se 250  $\mu$ L do reagente Mn-4, este foi agitado delicadamente para que não haja formação de espuma. O tempo de reação é de 10 minutos e em seguida as medições foram realizadas em uma cubeta de vidro com caminho óptico de 50 mm em um espectrofotômetro Spectroquant Prove 300 UV-Vis no comprimento de onda em 525 nm.

A quantidade de Manganês foi calculada pela equação 5 e o resultado expresso em mg/L.

$$\text{Manganês} = M \times (V_a/V_b) \text{ mg/L Mn}$$

**Equação 5. Cálculo da Concentração de Manganês**

Onde:  $M$  = medição fornecida pelo equipamento;

$V_a$  = volume de amostra na diluição;

$V_b$  = volume total de amostra diluída

### 7.3.3. Determinação Ferro

Assim como os outros metais, para analisar a concentração presente de ferro na amostra, a mesma deve ser preservada em frasco de polietileno ou vidro âmbar com 1,0 mL de ácido nítrico de concentração 1:1. Para essa análise utilizou-se o kit spectroquant merck - ferro com leitura de concentração entre 0,0025 a 5,0 mg/L Fe.

Em um béquer de 250 mL adicionou-se com o auxílio de uma proveta, 50 mL da amostra. Em seguida, adicionou-se o 250  $\mu$ L de ácido sulfúrico 25% e três medidas de persulfato de amônio ou persulfato de potássio e por fim, foi levado à chapas de aquecimento na temperatura de 250°C durante 1h, tampando o béquer com um vidro relógio.

Após 1h, esperou-se a amostra adquirir temperatura ambiente e foi verificado se o pH estava entre 1-10. Transferiu-se a amostra para uma proveta, completando-a até 50 mL com água purificada.

Em seguida, em um tubo de ensaio, adicionou-se 5,0 mL da amostra e três gotas do reagente Fe-1. O tempo de reação é de 3 minutos, após isso foram realizadas as medições em uma cubeta de vidro com caminho óptico de 20 mm em um Espectrofotômetro Spectroquant Prove 300 UV-VIS no comprimento de onda em 510 nm.

A quantidade de Ferro foi calculada pela equação 6 e o resultado expresso em mg/L.

$$\text{Ferro total} = M \times (V_a/V_b) \text{ mg/L Fe}$$

**Equação 6. Cálculo da Concentração de Ferro Total**

Onde:  $M$  = medição fornecida pelo equipamento;

$V_a$  = volume de amostra na diluição;

$V_b$  = volume total de amostra diluída.

#### 7.3.4. Determinação de Amônia

A amostra deve ser preservada com 1,0 mL de ácido sulfúrico 25%, em frasco de polietileno ou vidro âmbar. Para realizar a análise a amostra foi ajustada para que seu pH estivesse na faixa de 4-13. Para esse ensaio utilizou-se o kit spectroquant merck - amônia com leitura de concentração entre 0,010-3,0 mg/L  $\text{NH}_4\text{-N}$ .

Em um tubo de ensaio adicionou-se 5 mL da amostra e 600  $\mu\text{L}$  do reagente  $\text{NH}_4\text{-1}$ , agitando-o no vortex. Em seguida, adicionou-se 1 medida do reagente  $\text{NH}_4\text{-2}$  ( $\approx 0,1380$  g), agitou-se até que o pó esteja totalmente dissolvido, deixando-o de repouso por 5 minutos. Após esse tempo, foram adicionadas 4 gotas do reagente  $\text{NH}_4\text{-3}$  e novamente o tempo de reação é de 5 minutos. Por fim, foram realizadas as medições espectrofotômetro Spectroquant Prove 300 UV/VIS utilizando uma cubeta de caminho óptico de 20 mm, no comprimento de onda em 410 nm.

A quantidade de amônia foi calculada pela equação 7 e o resultado expresso em mg/L.

$$\text{Amônia} = M \times (V_a/V_b) \text{ mg/L NH}_4$$

#### Equação 7. Cálculo da Concentração de Amônia

Onde:  $M$  = medição fornecida pelo equipamento;

$V_a$  = volume de amostra na diluição;

$V_b$  = volume total de amostra diluída.

#### 7.4. Segurança no laboratório e destinação dos resíduos

O laboratório físico-químico da empresa JR Hidroquímica segue as regras de segurança, onde é permitido a entrada apenas dos funcionários com o uso de calças longas, sapatos fechados, jaleco, luvas e cabelo preso.

Os reagentes são rotulados com etiqueta de identificação e os reagentes preparados em laboratório são identificados com as informações de data de preparo, validade, sua concentração e lote.

O laboratório dispõe de EPIs de segurança como máscara, óculos de proteção, luvas, capela de exaustão para a manipulação de reagentes e solventes P.A. Os resíduos químicos e de efluentes são separados dispensados em barriletes de descarte, os quais são enviados a uma empresa especializada que faz o tratamento adequado do resíduo.

## **8. RESULTADO E DISCUSSÃO**

### **8.1. Alumínio**

A abundância média na crosta terrestre é de 8,1%; em solos é de 0,9 a 6,5%; em fluxos é de 400 µg / L; e nas águas subterrâneas é < 0,1 µg / L. A ocorrência do alumínio em águas naturais é controlada pelo pH e por partículas minerais finamente suspensas. O cátion  $Al^{3+}$  predomina em condições de pH menor que 4, enquanto acima do pH neutro, a forma dissolvida predominante é  $Al(OH)$ .

Em um dos métodos para determinação da concentração de alumínio, os íons de alumínio ao serem colocados em uma solução tamponada de acetato vão reagir com o outro reagente presente na solução, o cromo azurol S. Nessa reação é formado um composto azul-violeta que indica a presença de alumínio na amostra, este é determinado por espectrofotometria. Devido à coloração laranja intrínseca do branco do reagente, a solução de medição apresenta coloração que varia do laranja-vermelho ao vermelho.

Um outro método utilizado para determinação do alumínio em Água é utilizando a quercetina. O método é baseado na reação do  $Al^{3+}$  com a quercetina e o CTAB, produzindo um complexo de coloração amarela em meio tamponado com acetato.<sup>24</sup> A quercetina é um flavonoide distribuído no reino vegetal, é conhecido como um reagente colorimétrico para determinação de Alumínio em água, ela forma um complexo estável com o metal. Em ambos os métodos o comprimento de onda monitorado é de 550 nm. A Figura 5<sup>24</sup> apresenta um mecanismo proposto para explicar a complexação da quercetina com o alumínio.

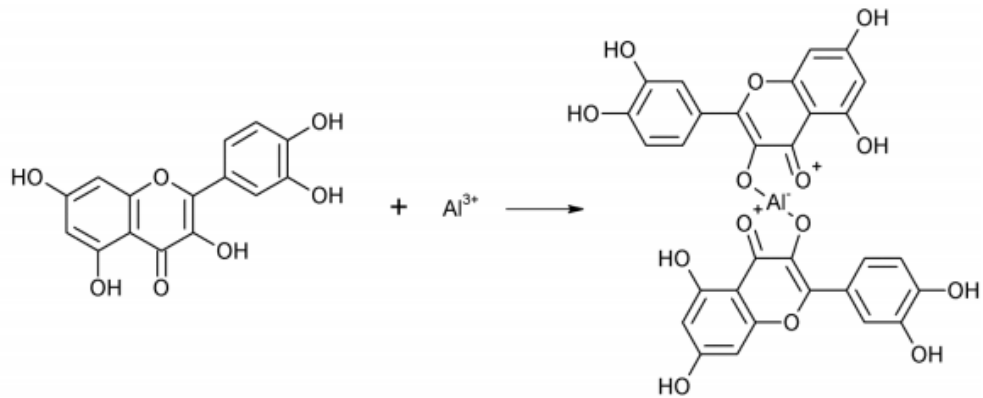


Figura 5. Equação da reação de complexação do  $\text{Al}^{3+}$  empregando a quercetina.<sup>24</sup>

O método utilizado para determinação de alumínio foi com o kit da Merck, onde os reagentes são o que emprega a utilização do cromo azurol S em uma solução tamponada com acetato. As amostras foram monitoradas em comprimento de onda de 550 nm.

Os resultados obtidos da concentração de alumínio em 15 amostras de água subterrânea de diferentes localidades em Florianópolis estão representados no Figura 6.

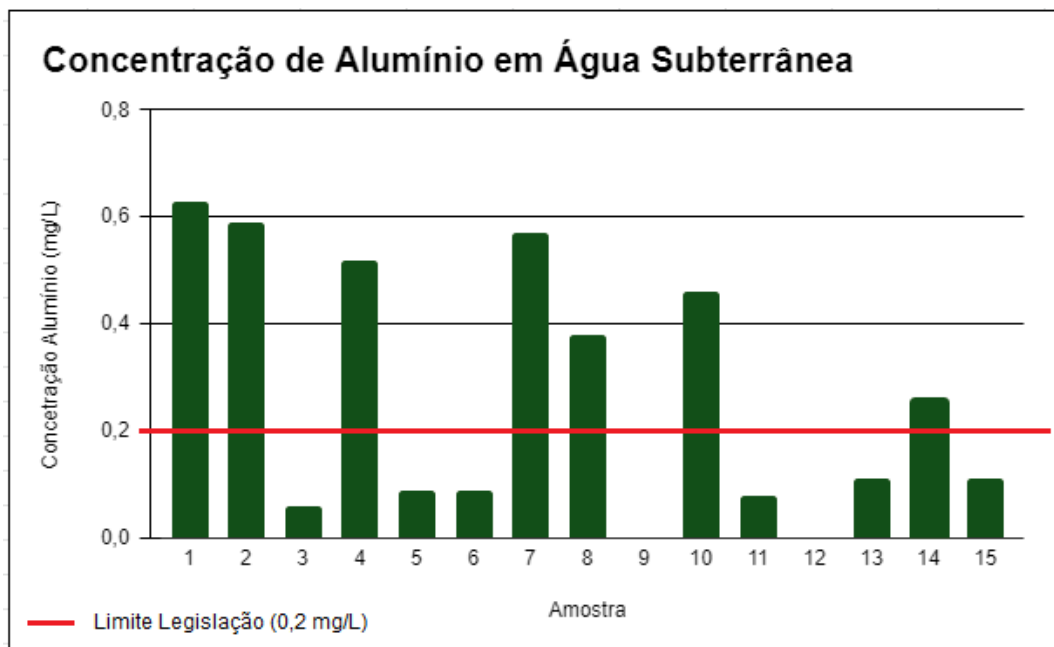


Figura 6. Concentração de Alumínio em amostras de Água Subterrânea.

O limite estabelecido pela portaria GM/MS nº 888/2021 é de 0,20 mg/L de alumínio. Pode-se notar que as amostras a maioria das amostras estão acima desse valor, sendo estas as amostras 1, 2, 4, 7, 8, 10 e 14. As demais se encontram abaixo do valor limite, sendo as amostras 9 e 12 com menor valor (abaixo de 0,05 mg/L).

As concentrações altas de alumínio nessas amostras podem estar relacionadas ao transporte do alumínio já presente nos solos, que pode estar condicionado por diversos fatores, como o fluxo hidrológico, as interações solo-água ou as características geológicas. Sendo o maior constituinte de uma variedade de componentes atmosféricos, particularmente das poeiras do solo e das partículas derivadas da combustão do carbono.<sup>9,10</sup> Os níveis, por vezes elevados, de alumínio no ambiente podem ser causados pela mineração e consequente processamento de minérios.

A maioria dos compostos que contêm alumínio não têm grande solubilidade em água, exceto em água ácida ou muito alcalina. No entanto, quando ocorrem chuvas ácidas, para além das partículas presentes na atmosfera serem arrastadas, os compostos de alumínio no solo, podem também, dissolver-se e serem arrastados para lagos e rios, aumentando a concentração de alumínio na água captada (superficial ou subterrânea).<sup>9,10</sup>

Outras possíveis causas para as concentrações de alumínio nas amostras de água estarem acima do limite estabelecido, podem estar associadas como o valor do pH do solo e o nível de carbono orgânico dissolvido (COD), os quais podem ter influenciado na concentração de alumínio presente nas amostras.<sup>10</sup>

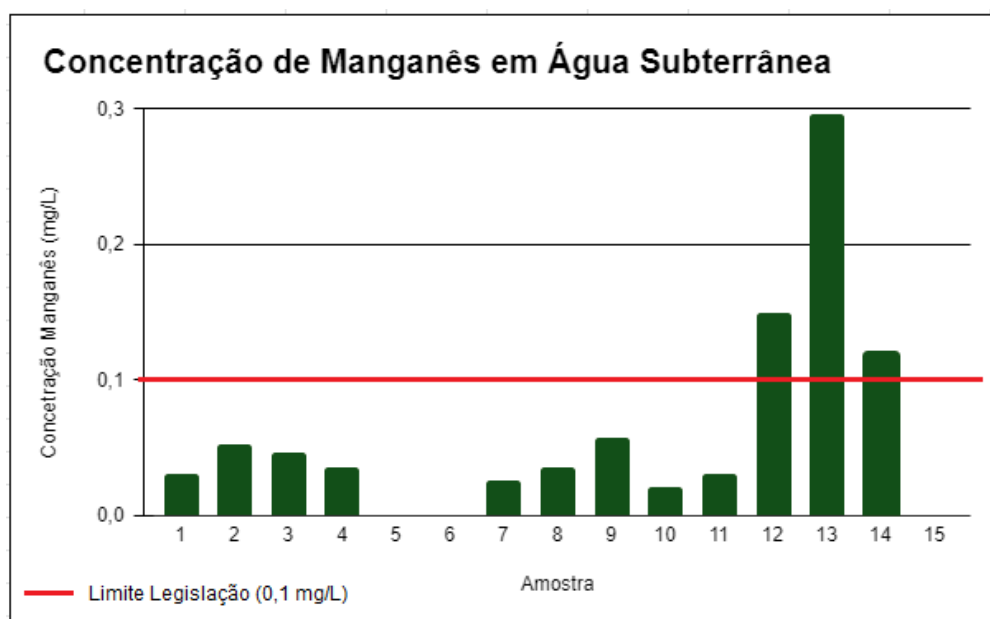
## **8.2. Manganês**

O manganês reage com água produzindo hidrogênio e pode, também, reagir com materiais oxidantes e com nitrogênio, se aquecido a temperaturas acima de 200°C. É um metal abundante, compreendendo aproximadamente 0,1% da crosta terrestre.

Em um dos métodos para determinação de manganês, todos os íons de manganês são reduzidos a íons de manganês 2+ com ácido ascórbico. Em solução alcalina fraca, eles reagem com 1-(2-piridilazo)-2-naftol (PAN) para formar um complexo vermelho que é determinado por espectrofotometria<sup>25</sup>. Estas reações são sensíveis a alterações do solvente, temperatura, força iônica e concentração do metal ou do ligante.

O método utilizado foi com o kit da Merck que utiliza os reagentes descritos acima. As amostras adquirem um tom alaranjado devido a formação do complexo, em águas com maior concentração de manganês presente, a coloração fica mais próxima do vermelho. O comprimento de onda monitorado para essa análise é de 525 nm.

Os resultados da concentração de manganês nas 15 amostras de água subterrânea estão apresentados na Figura 7.



**Figura 7. Concentração de Manganês em amostras de Água Subterrânea.**

O limite de concentração de manganês é de 0,1 mg/L. Nota-se no gráfico que a maioria das águas analisadas ficaram abaixo do valor limite, apenas três de 15 amostras ultrapassaram o valor, sendo estas as amostras 12, 13 e 14. Destaca-se a amostra 13 que apresentou valor três vezes superior ao valor máximo permitido e para as amostras 5 e 6 que tiveram valores abaixo de 0,0 (<0,005).

A água, ao se infiltrar pelo solo e pelas rochas, dissolve o manganês e, dessa forma, este contaminante passa a fazer parte da água subterrânea. Normalmente as águas superficiais não possuem altas concentrações desse metal, por possuírem alta concentração de oxigênio, fazendo com que este elemento se oxide, sedimentando-se. Uma provável causa para a alta concentração do manganês nessas amostras é a falta de oxigênio na água.<sup>5,7</sup>

### 8.3. Ferro

O ferro é um metal de elevada abundância na crosta terrestre, sua abundância na natureza acarreta uma poluição dos mananciais devido à lixiviação de solos e rochas cristalinas. É um elemento presente em quase todas as águas subterrâneas.

Em um dos métodos propostos para determinação de ferro, todos os íons de íons são reduzidos a íons de ferro 2+. Estes em meio tamponado de tioglicolato formam com um derivado de Triazina, um complexo violeta avermelhado que se pode determinar por espectrofotometria. Quando submetida a uma digestão oxidativa ácida, os íons de ferro provenientes de óxidos, hidróxidos e de complexos também ficam livres em solução e podem reagir com a triazina.

Um outro método que pode ser utilizado para determinação de ferro em amostras de água é realizando uma reação de complexação deste metal com ácido ascórbico. O ácido ascórbico forma complexos com íons metálicos, dependendo do pH do meio, mas esses complexos são relativamente instáveis. A estrutura de complexação deste metal está representada na Figura 8.<sup>26</sup>

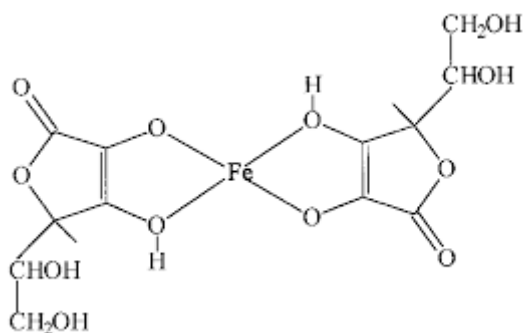


Figura 8. Estrutura sugerida para o complexo de Ferro(III)/ácido ascórbico.

O método utilizado para determinação de ferro nas amostras de água utilizou o kit da Merck que utiliza os reagentes tioglicolato de amônio e ácido tioglicólico que reagem com a triazina, sendo compatível com primeiro método descrito para determinação de ferro. Acredita-se que esta seja a reação que ocorre devido à coloração que as amostras adquiriram ao final da reação. Um tom roxo é visto nas



amostras devido a formação do complexo. O comprimento de onda monitorado para essa análise foi 510 nm. Os resultados obtidos estão representados na Figura 9.

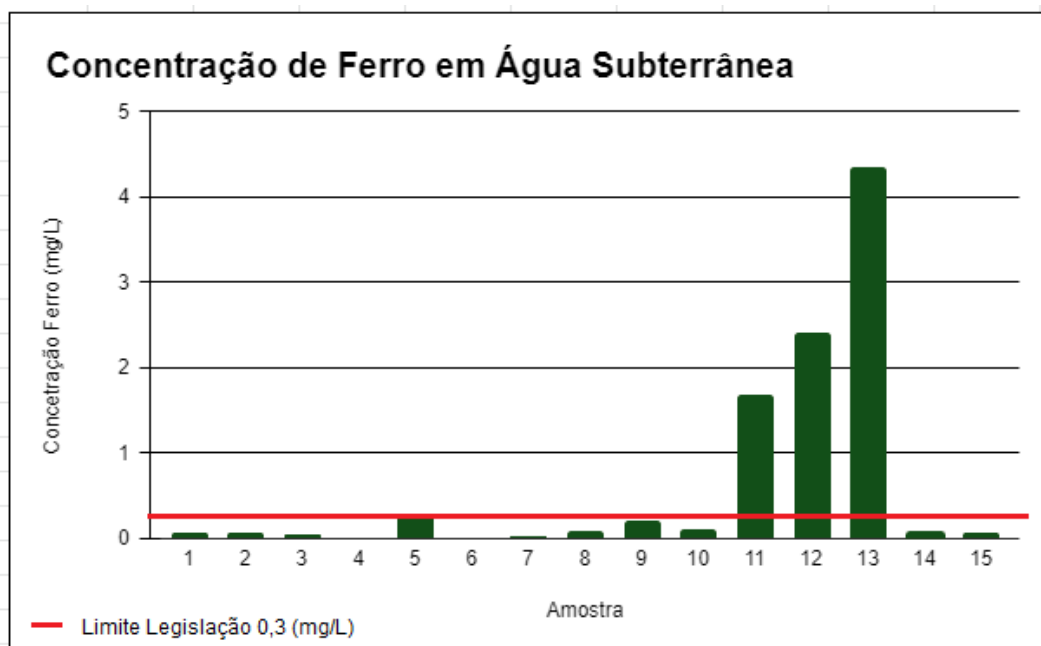


Figura 9. Concentração de ferro em amostras de água subterrânea.

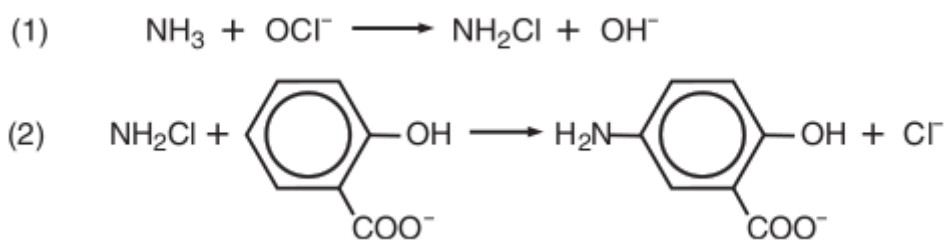
As amostras 11, 12 e 13 ultrapassaram o limite de concentração de ferro estabelecido pela portaria de 0,3 mg/L. A amostra 13, assim como na concentração de manganês, obteve a maior concentração de ferro, os dois metais podem estar relacionados, pois ambos os metais aumentam de concentração com a falta de oxigênio presente na água.<sup>7</sup>

Altas concentrações de ferro em águas subterrâneas são comuns no Brasil devido à estrutura geológica do país que contém magnetita, biotita, pirita, piroxênios e anfibólios. A alta concentração desse elemento pode estar relacionada a depósitos orgânicos, detritos de plantas, podendo associar-se a colóides ou húmus, o que dá a cor amarelada à água.<sup>27</sup> Concentrações elevadas de ferro são também encontradas, com maior frequência, em águas subterrâneas com matéria orgânica, nas quais o ferro se apresenta ligado ou combinado com a matéria orgânica. Outra possível causa é devido ao período de repouso da água no reservatório, quando a água possui ferro em excesso, o mineral reage com o oxigênio e altera a cor da água, que fica amarelada, a falta de oxigênio também pode influenciar nas altas concentrações desse metal.<sup>7,8,27</sup>

#### 8.4. Amônia

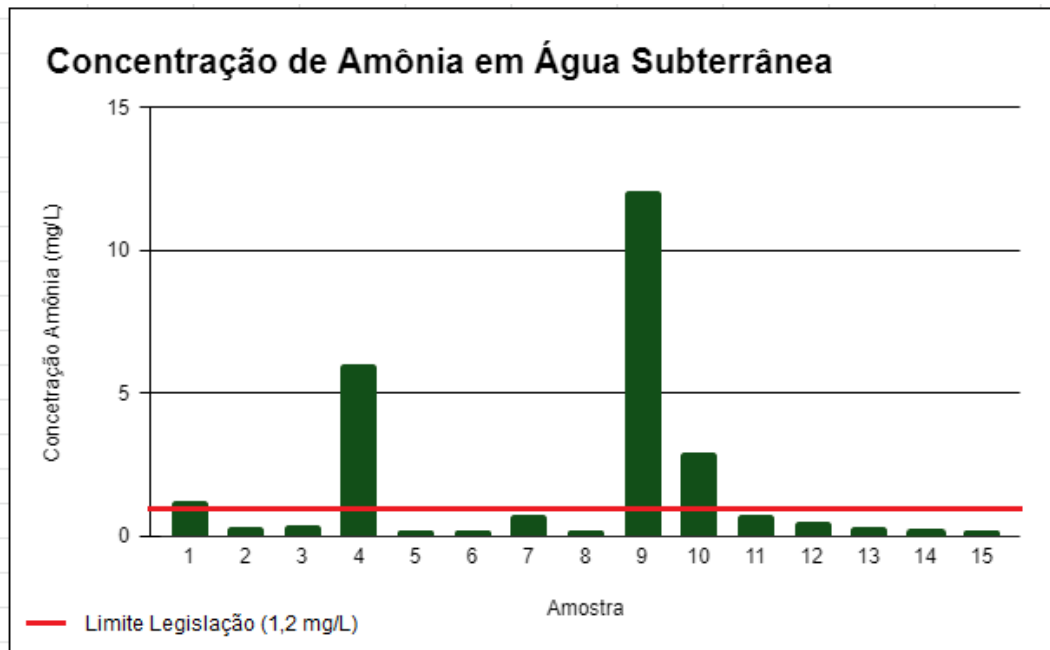
O nitrogênio amoniacal ( $\text{NH}_4\text{-N}$ ) ocorre parcialmente na forma de íons amônio e em parte como amônia. Existe um equilíbrio dependente do pH entre as duas formas. O teste de Berthelot é um teste utilizado em química analítica, na quantificação de amoníaco. O reagente usado neste teste é composto por uma solução alcalina de fenol e hipoclorito, o qual reage com o amoníaco e forma um produto de cor azul (indofenol). Devido ao amarelo intrínseco à coloração do branco do reagente, a solução de medição é verde-amarelo para de cor verde.

O fenol pode ser substituído por diversos compostos fenólicos, sendo o salicilato de sódio o substituto mais comum, pois é significativamente menos tóxico que o fenol. A reação está descrita na Figura 10.<sup>28,29</sup>



**Figura 10. Esquema reacional do teste de Berthelot utilizando salicilato para determinação de amônia em água.**

O método utilizado para realização deste ensaio foi utilizando o kit da Merck que utiliza os reagentes descritos acima. As amostras adquirem um tom esverdeado devido a formação do complexo da amônia com o fenol ou seu substituto. É importante que as vidrarias utilizadas estejam bem limpas, pois este método de análise é bem sensível à contaminação. O comprimento de onda monitorado para essa análise foi 410 nm. Os resultados das concentrações de amônia nas 15 amostras de água subterrânea estão representados no Figura 11.



**Figura 11. Concentração de Amônia nas amostras de Água Subterrânea.**

A amostra 1 ultrapassou o limite de 1,20 mg/L de  $\text{NH}_4$  por apenas 0,04 mg/L, ao contrário das amostras 4, 9 e 10, sendo a amostra 9 a que teve maior concentração, sendo 10 vezes maior do que o permitido pela legislação.

A amônia pode estar presente naturalmente em águas subterrâneas, sendo que usualmente sua concentração é bastante baixa devido à sua fácil adsorção por partículas do solo ou à oxidação a nitrito e nitrato. Porém, uma das possíveis causas que as amostras estão com sua concentração alta dessa substância pode ser resultante de fontes de poluição próximas, bem como da redução de nitrato por bactérias ou por íons ferrosos presentes no solo.<sup>11,12</sup> Esta característica das águas está relacionada com os dejetos recentes de matéria orgânica em decomposição e que pode alterar também a composição microbiológica que ocorre na água. Os níveis de amônia na superfície da água doce crescem com o aumento do pH e temperatura, em baixos pH e temperatura, a amônia se combina com a água para produzir um íon amônio ( $\text{NH}_4^+$ ) e um íon hidróxido ( $\text{OH}^-$ ), sendo esta outra possível explicação para as concentrações altas de amônia nas amostras.<sup>12,13</sup>

## **9. CONCLUSÕES**

Com o estágio tive conclusões satisfatórias, pois tive oportunidade de conhecer como funciona o processo de análise de potabilidade de águas subterrâneas. Com os conhecimentos adquiridos no decorrer do Curso de Química, pude desenvolver atividades e aplicar estes conhecimentos na JR Hidroquímica, destacando a importância do estudo em ambas as disciplinas, tanto teóricas como práticas.

Tendo em vista os resultados obtidos com as análises físico químicas dos metais e amônia, conclui-se que encontram-se dentro dos padrões de potabilidade exigidos pela portaria GM/MS nº 888/2021, apenas as amostras de águas identificadas como 3, 5, 6 e 15.

Pode-se relacionar-se às altas concentrações de ferro e manganês presentes nas amostras 12 e 13 analisadas devido o contato direto dessas águas aos materiais presentes no solo e nas rochas. Tendo em vista que os metais e amônia, analisados em alta concentração são prejudiciais à saúde, as amostras que tiveram o valor ultrapassado do limite estabelecido, não devem ser consumidas e devem passar por um tratamento para que esses valores fiquem de acordo com a portaria vigente.

## **10. CONTRIBUIÇÃO DO ESTÁGIO À FORMAÇÃO PROFISSIONAL**

Após estagiar na empresa JR Hidroquímica em 2018, optei em seguir a formação no curso de Bacharel em Química Tecnológica. Tendo em vista que nessa modalidade do curso deve-se realizar a disciplina obrigatória de estágio supervisionado, com carga horária de 450 horas, realizei no mesmo local que trabalhei por dois anos, sendo supervisionada pelo Químico Joarez da Silva Vieira Junior.

A realização deste estágio tanto no modo não obrigatório, quanto no modo obrigatório, foi de suma importância para a minha formação, me permitindo viver experiências fora do ambiente acadêmico e podendo aprender como é trabalhar em uma empresa privada, podendo colocar em prática os conhecimentos adquiridos durante a graduação, além de novos aprendizados que apenas a prática é possível ensinar.

## 11. REFERÊNCIAS

- 1- NETO, J.M. e A, et al. **Técnica de Abastecimento e Tratamento de Água**, v. 1, 2º ed. São Paulo: CETESB/ACETESB, 1987.
- 2- [www.aguaesp.com.br](http://www.aguaesp.com.br), acesso em 12 de agosto de 2021.
- 3 - VON SPERLING, M., **Introdução à qualidade das águas e ao tratamento de esgotos**. 2º ed. Belo Horizonte:DESA-UFGM, 1996.
- 4- BOTELHO, CLÁUDIO GOUVÊA., **Recursos Naturais Renováveis e Impacto Ambiental: Água**. 1º ed. Lavras: UFLA/FAEPE, 2001.
- 5- MACÊDO, JORGE ANTÔNIO BARROS DE., **Águas & Águas**. São Paulo: Livraria Varela, 2001.
- 6- **PORTARIA GM/MS Nº 888, DE 4 DE MAIO DE 2021 (\*) - PORTARIA GM/MS Nº 888, DE 4 DE MAIO DE 2021 (\*) - DOU** .
- 7 - FREITAS, DJAN PORRUA., **Projeto Útil**. Florianópolis: FETESC, 2000.
- 8- [www.meioambiente.pro.br](http://www.meioambiente.pro.br) , acesso em 28 de agosto de 2021.
- 9- CETESB, **Operação e Manutenção De ETA**, v. 1 e 2, São Paulo: Tilibra, 1973.
- 10- GOLTERMAN, H. L., et. al. **Methods for Physical and Chemical Analysis of Fresh Waters**, 2º ed., Oxford: Blackwell Scientific Publications, 1978.
- 11- BITTON, G. **Wastewater microbiology**. John Wiley & Sons, inc. Publication. 1994.
- 12- LEGUA, C. M.; LLORET, S. M.; MARTINEZ, Y. M.; FALCO, P. C.; **Análise de Traço de Tendência**, 282, 25, 2006.
- 13- GIROTTO, M. V. F. **Efeitos da amônia sobre Litopenaeus vannamei juvenis**, 1931.
- 14- A. Montaser e DW Golightly, eds. (1992). **Plasmas indutivamente acoplados em espectrometria atômica analítica** . VCH Publishers, Inc., New York.
- 15- Dunnivant, FM; Ginsbach, JW (2017). **Espectrometria de absorção e emissão atômica com chama e plasma acoplado por indução - espectrometria de massa** . Whitman College. Página visitada em 28 de agosto de 2021.
- 16- R. Thomas, **A Beginner's Guide to ICP-MS Spectroscopy** 2001.
- 17- Houk, Fassel, Flesch, Svec, Gray & Taylor, **Inductively coupled argon plasma as an ion source for mass spectrometric determination of trace elements** – Anal. Chem.,1980
- 18- VOGEL, A.R.; MENDHAM, J.; DENNEY, R.C.; BARNES, J.D.; THOMAS, M. **Análise Química Quantitativa**, 6ª edição, Editora LTC, 2002.

- 19- SKOOG, D.A.; LEARY, J.J. **Principles of instrumental analysis**. Editora Saunders, 1992.
- 20- PAVIA, D.L.; LAMPMAN, G.M.; KRIZ, G.S.; VYVYAN, J.R. **Introdução à espectroscopia**. Cengage Learning, 2016.
- 21- [www.prociencias.com.br](http://www.prociencias.com.br), acesso em 29 de agosto de 2021.
- 22- GOTHERMAN, H.L.; CLYMO, R.S.; OHNSTAD, M.A.M. **Methods for physical and chemical analysis of fresh water**. Osney Mead: Blackwell Sei., 1978. 216 p. (IBP Handbooks n.8).
- 23- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION; AMERICAN WATER WORKERS ASSOCIATION; WATER ENVIRONMENTAL ASSOCIATION. (USA) **Standard methods for the examination of water and waste water**. Washington, 1992. IIOOp.
- 24- CORNARD, J.P.; MERLIN, J.C. **Spectroscopic and structural study of complexes of quercetin with Al(III)**, J. Inorg. Biochem. 92:19, 2002.
- 25- OMAR, M.M.; MOHAMED, G.G. **Potentiometric, spectroscopic and thermal studies on the metal chelates of 1-(2-thiazolylazo)-2-naphthalenol**, Spectrochimica Acta Part A, 61, p. 929-936, 2005.
- 26- Martinez, P.; Uribe, D.; Z. Naturforsch., B: **Anorg. Chem., Org. Chem.** 1982, 37B, 1446. Apud: Davies, M. B.; Polyhedron 1992, 11, 285.
- 27- . YUCE, G.; ALPTEKIN, C. **In situ and laboratory treatment tests for lowering of excess manganese and iron in drinking water sourced from river-groundwater interaction**. Environmental Earth Sciences, 2013, pp.1-1.
- 28- Rhine, ED; Mulvaney, RL; Pratt, EJ; Sims, GK (1998). "**Melhorando a reação de Berthelot para determinação de amônio em extratos de solo e água**". *Jornal da Sociedade de Ciências do Solo da América*. **62**(2): 473.
- 29- Sims, GK; Ellsworth, TR; Mulvaney, RL (1995). "**Determinação em microescala de nitrogênio inorgânico em extratos de água e solo**". *Comunicações em Ciência do Solo e Análise de Plantas* . **26** (1-2): 303-316.

## 12. Anexos

Declaração de realização do estágio emitida pelo supervisor do local do estágio atestando o cumprimento das 450h referentes ao estágio supervisionado obrigatório.



### Declaração de Estágio Obrigatório

O Laboratório JR Hidroquímica, inscrito no CNPJ n. 85.314.086/0001-80 localizado na Rua Santa Luzia, número 75, bairro Trindade, na cidade de Florianópolis/SC, declara que a aluna, Caroline Lima de Kotona Freitas CPF [REDACTED] número de matrícula da UFSC 15200013, realizou estágio OBRIGATÓRIO, referente a disciplina Estágio Supervisionado (QMC 5515), no Laboratório JR Hidroquímica entre o período de 31/05/2021 à 04/10/2021, totalizando 450 horas.

A instituição de ensino UFSC em que a aluna estuda possui vínculo com esta empresa e aluna tem seu projeto de estágio de conclusão de curso supervisionado pelo Químico Joarez da Silva Vieira Junior, CRQ 13200002 CPF [REDACTED]

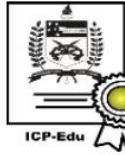
Atenciosamente,

  
\_\_\_\_\_  
Joarez da Silva Vieira Junior

Assinaturas:



Supervisor de estágio Joarez Da Silva Junior



Documento assinado digitalmente

Caroline Lima de Kotona Freitas

Data: 09/09/2021 12:49:36-0300

CPF: 469.794.638-37

Verifique as assinaturas em <https://v.ufsc.br>

**Caroline Lima de Kotona Freitas**



Documento assinado digitalmente

Eduardo Sidinei Chaves

Data: 09/09/2021 13:55:25-0300

CPF: 004.185.439-09

Verifique as assinaturas em <https://v.ufsc.br>

**Eduardo S. Chaves**