

INFLUÊNCIA DA ETAPA DE DIGESTÃO SOBRE OS RESULTADOS DA ANÁLISE DE NITROGÊNIO TOTAL EM AMOSTRAS DE ÁGUA

AUTORES: Bruno Lemos Nogueira; Luís Felipe Hax Niencheski; Márcio Raimundo Milani

INTRODUÇÃO

A água é o solvente universal da biosfera. A sua capacidade de dissolver as substâncias permite que incontáveis reações ocorram na natureza, formando novos compostos e resultando em diversos fenômenos naturais, permitindo a evolução da vida. Porém, algumas atividades humanas são responsáveis por desequilibrar os ecossistemas. O lançamento de esgoto doméstico sem tratamento prévio, por exemplo, pode aumentar significativamente os teores de nitrogênio e fósforo nos corpos receptores. A maior oferta desses nutrientes leva ao crescimento desordenado de algas, fenômeno conhecido por eutrofização. Quando essas algas entram em decomposição, ocorre aumento do número de microorganismos e a conseqüente deterioração da qualidade da água. Por isso, a determinação da concentração de nitrogênio tem sido usada para avaliar o nível de poluição dos ambientes aquáticos. Uma vez que o nitrogênio pode se apresentar sob diversas espécies químicas, a concentração de nitrogênio total representa a soma das concentrações de nitrato, nitrito, amônio e nitrogênio orgânico.

Neste trabalho, utilizou-se o método da digestão com persulfato de potássio e hidróxido de sódio para oxidar o nitrogênio das amostras para nitrato. A seguir os íons nitrato são reduzidos a nitritos e determinados espectrofotometricamente conforme a reação de Griess-Saltzman.

METODOLOGIA

A digestão de 88 mL de amostra com 12mL de solução de digestão (50 g L^{-1} de persulfato de potássio, 30 g L^{-1} de ácido bórico e 14 g L^{-1} de hidróxido de sódio) é feita em frascos de vidro colocados em autoclave, à 120°C , por 1 hora. Após a digestão, as amostras devem ser diluídas 10 vezes antes da etapa de redução e determinação.

A redução e determinação são realizadas em um sistema de análise em fluxo conforme a Figura 1. É usada solução de digestão como fluido carregador; o reagente 1 é uma solução contendo cloreto de amônio e borato de sódio decahidratado; e o reagente 2 é uma solução contendo sulfanilamida, N-(1-naftil)-etilenodiamôniocloreto e ácido fosfórico.

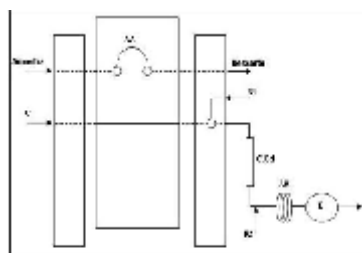


Figura 1. Representação do sistema usado para N-total. C = Carregador, AA = Alça de Amostragem, Cd = Coluna de Cádmio, R1 = Reagente 1, R2 = Reagente 2, AR = Alça de Reação, F = Espectrofotômetro.

Foram adotadas as seguintes vazões: $4,53 \text{ mL min}^{-1}$ para amostra e para solução carregadora; $0,70 \text{ mL min}^{-1}$ para R1, e $1,14 \text{ mL min}^{-1}$ para R2. O tempo de amostragem e de injeção usados são 10 e 30 segundos, respectivamente. O volume da alça de amostragem é $13 \mu\text{L}$ e o comprimento da alça de reação é de 100 cm.

A definição de diferentes parâmetros, bem como a validação, foi feita com base em soluções padrão de EDTA e de Hidroxiquinolina.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Experimentalmente foi verificado que a solução usada na digestão da amostra absorve no mesmo comprimento de onda do complexo de interesse. Para eliminar esse efeito, a solução de digestão foi usada como fluido carregador, em concentração igual a das amostras na análise, ou seja, 1,2 mL de solução de digestão diluída a 100 mL com água destilada. A curva de calibração também deve ser construída pela diluição da solução padrão de nitrato em solução de digestão, observando a mesma proporção das amostras.

Os resultados das análises das soluções padrão de EDTA e Hidroxiquinolina, demonstraram que somente são obtidas recuperações quantitativas se as soluções usadas para construir a curva de calibração sofrerem o mesmo tratamento que as amostras, ou seja, forem digeridas em autoclave. Dessa maneira, as recuperações médias das soluções padrão foram de 100%.

Na Tabela 1 são mostrados os resultados das análises de amostras coletas em um arroio próximo a Rio Grande.

Tabela 1. Resultado da Análise das Amostras

Amostra	N-Total ($\mu\text{mol L}^{-1}$)
1	74,3
2	64,7
3	54,1
4	55,4
5	32,2

CONCLUSÃO

Foram definidas as condições analíticas para a determinação espectrofotométrica do teor de nitrogênio total em amostras de água após a digestão alcalina em presença de persulfato de potássio e redução do nitrato gerado em coluna de cádmio metálico. A etapa de redução e determinação espectrofotométrica foi realizada em um sistema de análise por injeção em fluxo. A recuperação média para soluções padrões foi quantitativa e o procedimento foi aplicado para determinar concentrações de amostras ambientais.

AGRADECIMENTOS:

Ao CNPq/ PIBIC- FURG pelo auxílio financeiro na forma de bolsa.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

APHA 2005 Standart Methods for the Examination of Water and Wastwater. 21th ed. Washinton, DC – EUA: Ed. American Public Health Association.

ROCHA, R. R. A.; MARTIN, E. S. Análise preliminar do estado ambiental do córrego água da lavadeira, rancharia-sp: análise física e química da água. Revista Eletrônica da Associação dos Geógrafos Brasileiros. 2005.