



*Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Centro de Pesquisa de Pecuária do Sudeste
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento*

*ISBN 85-86764-08-6
Novembro, 2005*

***Manual de Laboratórios: Solo, Água, Nutrição Vegetal,
Nutrição Animal e Alimentos***

Editores:

***Ana Rita de A. Nogueira
Gilberto Batista de Souza***

CAPÍTULO 2 - ÁGUA

Amoacy Carvalho Fabrício¹

Ana Cândida Primavesi²

César de Rosso³

Celso João Alves Ferreira⁴

Hélio Teixeira Prates⁵

Marcos Roberto Ferraz⁶

Maria José Aguirre Armelin⁷

Mário Miyazawa⁸

Odo Primavesi²

Paule Jeanne Mendes⁹

Pedro L. O. de A. Machado¹⁰, coordenador

Vera Lúcia Ferracini³

1. INTRODUÇÃO

O objetivo de amostragem é coletar volume de água pequeno o bastante para ser transportado convenientemente e manuseado no laboratório e que represente, o mais acuradamente possível, o material coletado. Isso significa que as proporções relativas ou as concentrações de todos os componentes na amostra correspondam àquelas no material sendo amostrado e que a amostra seja manuseada de tal forma que nenhuma mudança significativa em composição ocorra antes de as determinações serem realizadas. Desse modo, deve-se procurar sempre transportar as amostras do local de coleta para o laboratório em recipientes (caixas de isopor, caixas térmicas) que protejam as amostras da luz e do aumento de temperatura. Se o tempo necessário para a coleta e o transporte superar algumas horas, o uso de gelo pode ser uma alternativa.

Entende-se por material sendo amostrado a água de abastecimento doméstico e industrial, rios, lagoas, represas, estuários, chuva, água subterrânea, solução de solo (extratores, piezômetros), água de escoamento superficial, água de irrigação, água de refrigeração, água de caldeiras ou de alimentação de caldeiras, efluentes de estações de tratamento de esgoto doméstico e efluentes industriais e de atividades extrativas minerais.

Algumas determinações devem ser realizadas no campo, tais como pH, odor,

Etiquetar as amostras, fornecendo número, coletor, data, hora e local de amostragem. Utilizar etiquetas e marcadores resistentes à água, ao manuseio e à estocagem. Registrar também o tipo de amostra, o amostrador utilizado e as condições climatológicas.

A quantidade de amostra é função das variáveis que serão analisadas, mas o volume de 1 L pode ser suficiente para a maioria das determinações. Utilizar frascos separados para determinações microbiológicas, de pesticidas, de oxigênio dissolvido, físicas e químicas. Dentro do grupo das análises químicas, usar frascos plásticos e de vidro, quando as variáveis a serem medidas exigirem tal separação.

2. QUANDO, ONDE E COMO AMOSTRAR

Para se obter amostras representativas, é necessário levar em consideração que existe grande variedade de condições sob as quais as amostras são coletadas. Assim, torna-se difícil estabelecer o procedimento que seja unânime e ideal em todas as situações.

A composição de amostras geralmente é considerada como a mistura, em proporções iguais, de amostras obtidas em diferentes instantes durante determinado período. Esse período pode ser estabelecido em função das características de operação (especialmente para efluentes industriais) ou do tipo de material amostrado.

Algumas águas só serão representativas se a amostragem for realizada no tempo e no espaço. Se houver interesse no conhecimento de valores máximos e mínimos, as amostras deverão ser coletadas e analisadas separadamente. Se o material que estiver sendo amostrado for considerado suficientemente constante em composição ao longo do tempo ou espacialmente uniforme em uma área representativa, amostras simples poderão ser coletadas. Exemplos que podem ser enquadrados nesse caso são a água de abastecimento urbano, a água subterrânea e algumas águas superficiais.

Quando o material investigado se mostrar variável no espaço, como no caso de rios que apresentem variações horizontais e em função da profundidade, integradores de amostras tornam-se necessários. Amostras podem ser integradas da superfície para o fundo, no meio do canal, ou transversalmente, de lado a lado, à meia profundidade. A velocidade de movimento do amostrador deve ser ajustada de acordo com a velocidade da água. Nos rios, evitar áreas de excessiva turbulência ou remanso, procurando trabalhar nos trechos mais lineares.

Em lagos, a variabilidade espacial é geralmente investigada em pontos de coleta distintos, tanto à superfície quanto à profundidade. Variação diurna em lagos é objeto de estudo, e portanto, não é feita composição de amostras, como é o caso, normalmente, de efluentes. Coletas em profundidades específicas podem ser realizadas com auxílio de amostradores do tipo “Van Dorn” ou “Kemmerer”. O bombeamento, normalmente utilizado para amostrar águas subterrâneas, também pode ser adotado na coleta em profundidade em lagos e grandes rios.

Para a coleta de água de chuva, coletores devem ser instalados em pontos estratégicos e as amostras devem ser coletadas após um período de precipitação. Em geral, determina-se deposição atmosférica (chuva, poeira, cinza, etc.). Exceção ocorre com amostradores modernos, que são capazes de se manter fechados e abrir apenas com as primeiras gotas de chuva.

Tomar os cuidados necessários na coleta de material tóxico, volátil ou inflamável. Nesses casos, utilizar equipamentos de segurança, tais como luvas, máscaras e óculos, durante o manuseio da amostra. Nunca fumar durante a operação.

3. ACONDICIONAMENTO DE AMOSTRAS: TIPOS E PROCEDIMENTOS DE LIMPEZA

Os tipos de frasco mais freqüentemente utilizados são os de vidro de borossilicato ou os plásticos, inertes e de preferência escuros e resistentes a álcalis. Tampas plásticas rosqueáveis constituem-se na melhor forma de vedação. As tampas de borracha podem se desintegrar ou liberar metais-traço, quando na presença de solventes orgânicos, e tampas de vidro não são adequadas para soluções alcalinas. A Tabela 1 apresenta os frascos ideais para cada variável e o respectivo tipo de preservação recomendado.

Para a determinação de oxigênio dissolvido, os frascos do tipo “DBO”, claros ou escuros, são os recomendados para o método de Winkler (APHA, 1992). Os frascos a serem utilizados devem estar rigorosamente limpos e sempre vedados.

Para a determinação de coliformes, lavar com detergente e água quente, enxaguar com água quente e depois com água destilada, esterilizar por, no mínimo, 60 min a 170°C (vidro) ou em autoclave a 121°C por 15 min (plástico e vidro).

Para a determinação de metais, utilizar detergentes apropriados (p. ex., Extran[®]) e enxaguar com água destilada. Os frascos mais indicados são os de polietileno (Nalgene[®] ou similar), que geralmente apresentam baixa contaminação por íons

metálicos. Deixar pelo menos 24 h em ácido nítrico, p.a., a 10% (v/v), ou ácido clorídrico, p.a., a 10% (v/v), e enxaguar novamente com água bidestilada.

Para a determinação de formas de fósforo e de compostos nitrogenados (amônia, nitrato, nitrito e nitrogênio total), utilizar detergentes apropriados (Extran[®] ou similar) e enxaguar com água destilada, deixar por algum tempo em ácido clorídrico, p.a., a 10% (v/v), e enxaguar novamente com água desionizada. Não utilizar detergentes que contenham fósforo em sua fórmula.

Na determinação de pesticidas, lavar os frascos com detergente apropriado e enxaguar com água desionizada, seguido de acetona, e finalmente com hexano de alta pureza.

Para determinação de carbono orgânico, o ideal é que o frasco de vidro seja aquecido a 550°C e mantido vedado com Parafilm[®], para isolar o líquido da tampa, se essa for de borracha.

Para o restante das determinações, lavar os frascos com detergente e enxaguá-los com bastante água destilada. Deixar, por algum tempo (≥ 24 h) em ácido clorídrico, p.a., a 10% (v/v), ou ácido nítrico, p.a., a 10% (v/v), e enxaguar novamente com bastante água destilada e desionizada.

4. PRESERVAÇÃO DAS AMOSTRAS

Técnicas de preservação são utilizadas para retardar as ações biológicas e a hidrólise de compostos químicos e reduzir a volatilidade, que continuam a ocorrer após a coleta das amostras. Entretanto, é importante ter em mente que a completa estabilidade dificilmente será alcançada.

O tempo máximo permitido entre a coleta de uma amostra e sua análise depende da variável a ser determinada, da característica da amostra e das condições de armazenamento. Quanto menor for o tempo, tanto menor será o risco de alterações. O armazenamento de amostras no escuro e em baixa temperatura (gelo em cubos) ajuda a evitar o crescimento de microrganismos.

Certas características não são estáveis e, portanto, devem ser determinadas imediatamente, como temperatura da água e gases dissolvidos. O ideal é que as amostras sejam mantidas refrigeradas e que as determinações sejam efetuadas o mais brevemente possível. Caso a preservação seja inevitável, escolher o método mais adequado às determinações que serão realizadas (Tabela 1). Usar preservativos

químicos somente quando houver certeza de que não haverá interferência nas determinações previstas.

Íons metálicos podem ser adsorvidos na parede do frasco, sofrer precipitação ou oxidação (p. ex., Fe^{2+} , Mn^{2+}). Esses processos podem ser minimizados por acidificação do meio com ácido nítrico, até $\text{pH} < 2,0$ (1,0 mL de HNO_3 , p.a., concentrado, em 1 L de água).

Para material em suspensão não existe método de preservação ideal. Assim, manter as amostras refrigeradas e analisar o mais rapidamente possível.

Para determinação de carbono orgânico, preservar com cloreto de mercúrio, p.a., a 2% (m/v), na proporção de 0,1 mL para 10 mL de amostra, ou acidificar com ácido fosfórico, p.a., a 10% (v/v), ou ácido sulfúrico, p.a., a 10% (v/v), até reduzir o $\text{pH} \leq 2,0$.

TABELA 1. Tipo de frasco e modo e tempo máximo de preservação para algumas características selecionadas.

CARACTERÍSTICA	FRASCO*	PRESERVAÇÃO	ARMAZENAGEM
Acidez	P, V	Refrigerar	24 h
Alcalinidade	P	Refrigerar	24 h
Alumínio	P	Refrigerar	28 d
Amônia	P, V	Congelar	28 d
Boro	P	Refrigerar	28 d
Carbono orgânico total	V	Refrigerar, acidificar	28 d
Cloro residual	P, V	Analisar imediatamente	
Cloreto	P, V	Refrigerar	28 d
Clorofila	P, V	Congelar filtros	30 d, no escuro
Coliformes	P, V	Refrigerar	24 h
Condutividade	P, V	Refrigerar	28 d
Cor	P, V	Refrigerar	48 h
DBO	P, V	Refrigerar	24 h
DQO	P, V	Refrigerar, acidificar	24 h
Dureza	P, V	Refrigerar, acidificar	180 d
Fósforo solúvel	V	Congelar	28 d
Fósforo total	V	Refrig/Acid	28 d
Metais:Ca, Mg, Na, K, Cu, Zn, Mn, Fe, Ni, Hg	P, V	Refrigerar, acidificar	28 d
Nitrato	P, V	Congelar	28 d
Nitrito	P, V	Congelar	28 d
Nitrogênio Kjeldahl	P, V	Refrigerar, acidificar	28 d
Odor	V	Analisar imediatamente	
*O ₂ dissolvido Winkler	V (DBO)	Fixar	24 h

Pesticidas	V	Congelar	7 d
PH	P, V	Analisar imediatamente	
Sílica solúvel	P	Refrigerar	28 d
Sólidos suspensos	P, V	Refrigerar	7 d
Sulfato	P, V	Congelar	28 d
Turbidez	P, V	Refrigerar	24 h

* P = plástico; V = vidro; V (DBO) = frasco de DBO.

DBO = Demanda biológica de oxigênio.

DQO = Demanda química de oxigênio.

Fonte: APHA (1992).

Os filtros para determinação de clorofila deverão ser mantidos no escuro, congelados e na presença de sílica-gel.

Amostras para determinação de sílica não devem ser congeladas. Mantê-las sob refrigeração e analisar o mais rapidamente possível.

Para a determinação de compostos nitrogenados e fósforo dissolvido, congelar a amostra imediatamente após a filtração. A acidificação pode ser aceita em alguns casos, desde que não interfira nas determinações.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION; AMERICAN WATER WORKERS ASSOCIATION; WATER ENVIRONMENTAL ASSOCIATION. (USA) **Standard methods for the examination of water and waste water**. Washington, 1992. 1100p.

BARTZ, H.R., coord. **Recomendações de adubação e de calagem para os estados do Rio Grande do Sul e de Santa Catarina**. 3. ed. Passo Fundo: SBCS/Núcleo Regional Sul, 1995. 224 p.

DE-POLLI, H., coord. **Manual de adubação para o estado do Rio de Janeiro**. Itaguaí, Rio de Janeiro: Universidade Rural, 1988. 179 p.

FERREIRA, M.E.; CRUZ, M.C.P. **Amostragem de solo para avaliação da sua fertilidade**.

