

## **PADRONIZAÇÃO DE METODOLOGIAS ANALÍTICAS PARA ANÁLISE DA QUALIDADE DA ÁGUA NA BACIA HIDROGRÁFICA MIRIM-SÃO GONÇALO**

**ANNA NACHTIGALL DA CRUZ<sup>1</sup>; EMANUELE KOSCHIER PINTO<sup>2</sup>; IDEL CRISTIANA BIGLIARDI MILANI<sup>3</sup>; MAYARA DA SILVA DUARTE<sup>4</sup>; GILBERTO LOGUERCIO COLLARES<sup>5</sup>**

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas – [anna.ndcruz@gmail.com](mailto:anna.ndcruz@gmail.com)

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – [emanuelekoschier@gmail.com](mailto:emanuelekoschier@gmail.com)

<sup>3</sup>Universidade Federal de Pelotas – [idelmilani@gmail.com](mailto:idelmilani@gmail.com)

<sup>4</sup>Universidade Federal de Pelotas – [mayaraduarte2@gmail.com](mailto:mayaraduarte2@gmail.com)

<sup>5</sup>Universidade Federal de Pelotas – [gilbertocollares@gmail.com](mailto:gilbertocollares@gmail.com)

### **1. INTRODUÇÃO**

A qualidade das águas superficiais desempenha um papel crucial nas atividades econômicas, na saúde humana, na preservação dos ecossistemas e da biodiversidade. Nesse contexto, a análise de parâmetros físico-químicos e biológicos torna-se indispensável para garantir a qualidade dos corpos hídricos (VLIET et al., 2021 apud OLIVEIRA et al., 2025).

De acordo com o Sistema de Informações Integradas de Recursos Hídricos – SIIRH (2025) a Bacia Hidrográfica da Lagoa Mirim-São Gonçalo (BHMSG) é uma bacia hidrográfica transfronteiriça e está localizada na região sudeste do estado do Rio Grande do Sul (Brasil) e leste do Uruguai. A BHMSG possui diversos usos da água, destacando-se a irrigação, o abastecimento humano e dessedentação animal, os quais podem impactar sua qualidade.

O monitoramento da Bacia Hidrográfica da Lagoa Mirim-São Gonçalo (BHMSG) é essencial devido à sua grande biodiversidade e usos múltiplos. Existem algumas instituições brasileiras e uruguaias realizando monitoramento em alguns pontos distribuídos ao longo da bacia como a Fundação Estadual de Proteção Ambiental (FEPAM), a Agência de Desenvolvimento da Bacia da Lagoa Mirim (ALM) e o Departamento de Monitoreo de Componentes Ambientales (DSCA) de la División de Calidad Ambiental (DINACEA).

O Núcleo de Ensino, Pesquisa e Extensão em Hidrometria e Sedimentos para o Manejo de Bacias Hidrográficas (NEPE-HidroSedi) em parceria com o Laboratório de Hidroquímica e Limnologia do curso de graduação em Engenharia Hídrica da Universidade Federal de Pelotas vem estabelecendo iniciativas para implementar uma rede de monitoramento de qualidade da água na BHMSG, em estações distribuídas tanto na porção brasileira quanto uruguaia. Para tanto, se faz necessária a implementação de metodologias analíticas para avaliação de diferentes parâmetros de qualidade de água, confiáveis e passíveis de comparação com os dados publicados por outras instituições ao longo do tempo.

O presente estudo teve por objetivo apresentar as principais metodologias analíticas já implementadas ou adaptadas para determinação de parâmetros físico, químicos ou biológicos, detalhando a determinação do parâmetro nitrogênio amoniacal total como forma a exemplificar as etapas metodológicas executadas para obter confiabilidade analítica.

## 2. METODOLOGIA

Inicialmente foram definidos os parâmetros a serem inseridos na rede de monitoramento de qualidade da água na BHMSG, baseado em diferentes critérios como os parâmetros inseridos nas legislações vigentes e nos parâmetros historicamente avaliados por diferentes grupos pertencentes aos dois países. Foram identificadas as metodologias analíticas para determinação desses parâmetros e iniciaram-se os diferentes ensaios analíticos.

A implementação ou adaptação das metodologias analíticas iniciou pelo ensaio analítico dos parâmetros que já possuíam metodologias em rotina no laboratório, através de ensaios de checagem e/ou validação para adaptá-las às condições das amostras a serem coletadas na BHMSG. Para os parâmetros que ainda não estavam em rotina analítica foram realizados diversos ensaios preliminares no Laboratório de Hidroquímica, seguido de visitas técnicas ao Laboratório de Ensino de Oceanografia Química (LEOQuím), laboratório com experiência analítica em diversos parâmetros de interesse a serem inseridos na rotina laboratorial. As visitas foram realizadas nos dias 15 de abril e 6 de maio de 2025, momento no qual foram realizados treinamentos teórico-práticos em ensaios para determinação de parâmetros como demanda bioquímica de oxigênio (DBO), fósforo total, fosfato, nitrogênio amoniacal total, nitrito e nitrato. Os ensaios analíticos basearam-se em metodologias padronizadas no Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (APHA, 2023) e no Manual de Análises em Oceanografia Química (BAUMGARTEN et al., 2010).

Dos parâmetros que foram implementados ou adaptados, este trabalho abordará a análise de nitrogênio amoniacal total pelo método espectrofotométrico, como forma a exemplificar uma das metodologias a serem utilizadas na rede de monitoramento ambiental da BHMSG.

Inicialmente foi realizado o preparo das soluções utilizadas na análise sendo elas a solução de fenol-nitroprussiato ( $R_1$ ), a solução de citrato trissódico ( $R_2$ ), solução alcalina oxidante ( $R_3$ ), solução padrão estoque de amônio (SE): 10.000 uM  $N-NH_4^+$ , solução padrão trabalho de amônio (ST): 100 uM  $N-NH_4^+$ . Para o preparo da curva de calibração, foram preparados padrões de concentrações de 1, 2, 4, 8, 16 e 24 uM de  $N-NH_4^+$ . Para uma maior confiabilidade no teste foram realizados triplicadas do branco e da amostra. O equipamento utilizado para a determinação analítica foi o espectrofotômetro (marca Kasvi e modelo K37-VIS), fazendo a leitura da absorbância corrigida ( $A_{cor}$ ) a 630nm de comprimento de onda.

Após a obtenção dos dados absorbâncias corrigidas ( $A_{cor}$ ) referentes a cada padrão foi feito o cálculo da equação da reta padrão de  $N-NH_4^+$ , usando os valores calculados para as constantes “a” e “b” da reta. Para obter a concentração de  $N-NH_4^+$  da amostra o seu valor de absorbância ajustada ( $A_{aj}$ ) foi inserido na equação da reta padrão de nitrogênio amoniacal total. Para teste da curva foi utilizada uma amostra coletada no Canal São Gonçalo no dia 29 de julho de 2025.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na tabela 1 podem ser observadas as principais metodologias analíticas adaptadas ou implementadas no Laboratório de Hidroquímica e Limnologia da Universidade Federal de Pelotas. Cabe destacar na primeira coluna da Tabela 1 pode-se verificar se o parâmetro avaliado foi implementado na íntegra, ou seja, não havia nenhum ensaio sendo realizado no laboratório até o início desse projeto e foi implementado. Constam também alguns parâmetros cujas metodologias

necessitaram de adaptações como forma a aumentar a confiabilidade analítica ou sofrer ajustes que permitam avaliar uma faixa mais ampla de concentrações ou salinidades distintas. Já o parâmetro nitrato dissolvido ainda está em fase de testes preliminares, mas que logo entrará em rotina laboratorial.

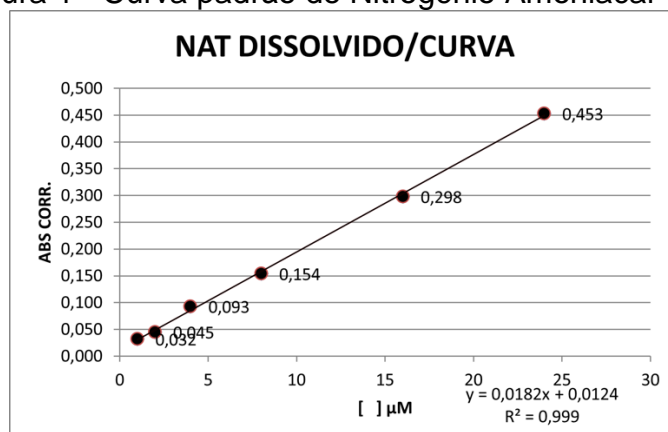
Tabela 1 – Parâmetros de qualidade da água implementados na íntegra ou adaptados

Fase	Parâmetro	Equipamento/método
Implementado na íntegra	Nitrogênio amoniacal total	Espectrofotométrico
	Demanda bioquímica de oxigênio	Titrimetria
	Fósforo total	Espectrofotométrico
	Fosfato dissolvido	Espectrofotométrico
	Nitrito dissolvido	Espectrofotômetro
	Coliformes totais	Múltiplos tubos - NMP
	Coliformes termotolerantes	Múltiplos tubos - NMP
	Clorofila a	Espectrofotométrico
Adaptado	Turbidez	Turbidímetro
	pH	pHmetro
	Salinidade, temperatura, sólidos totais dissolvidos	Termocondutivímetro
	Oxigênio dissolvido	Oxímetro
	Transparência	Disco de secchi
	Condutividade elétrica	Condutivímetro
Em teste	Nitrato dissolvido	Espectrofotométrico

Fonte: Autores (2025).

Na figura 1 pode ser visualizada a curva padrão de nitrogênio amoniacal obtida através do ensaio espectrofotométrico. O ensaio produziu uma equação da reta ( $y = 0,0182x + 0,0124$ ), com coeficiente de determinação  $R^2=0,999$ , evidenciando a forte relação linear entre a concentração e a absorbância e alta precisão do ensaio analítico para determinação do parâmetro avaliado.

Figura 1 - Curva padrão de Nitrogênio Amoniacal Total



Fonte: Autores (2025).

A curva permitiu o cálculo da concentração de nitrogênio amoniacal total na amostra que foi de 15,68 μM, com absorbâncias dentro da curva de calibração, não necessitando diluição, o que indica que o intervalo da curva possa ser utilizado para boa parte das amostras a serem coletadas durante o monitoramento na BHMSG.

#### 4. CONCLUSÕES

O trabalho possibilitou a implementação e a padronização de metodologias analíticas no Laboratório de Hidroquímica e Limnologia em parceria com o Núcleo de Ensino, Pesquisa e Extensão em Hidrometria e Sedimentos para o Manejo de Bacias Hidrográficas (NEPE-HidroSedi), destacando-se a análise de nitrogênio amoniacal total como parâmetro de referência. Os resultados demonstraram confiabilidade, com leituras consistentes das triplicatas e ausência de interferência dos brancos. A curva de calibração apresentou forte correlação linear ( $R^2 = 0,999$ ), garantindo confiabilidade estatística e robustez ao método.

A padronização metodológica contribui diretamente para o fortalecimento das práticas laboratoriais e amplia a capacidade de monitoramento da qualidade da água da Bacia Hidrográfica Mirim–São Gonçalo. Nesse sentido, os avanços alcançados neste estudo representam uma base sólida para futuras análises e para a construção de uma rede de monitoramento mais precisa e integrada, favorecendo a preservação ambiental e a gestão sustentável dos recursos hídricos.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

APHA/AWWA/WEF. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. 24<sup>a</sup> ed. Washington DC: APHA Press. 2023.

BAUMGARTEN, M. da G. Z.; KERSANACH, M. W.; NIENCHESKI, L. F. H. **Manual de Análises em Oceanografia Química**. 2<sup>o</sup> ed. Ver. E aum. Rio Grande. Editora da Furg, 2010.

CORDEIRO, J. L. P.; HASENACK, H. Cobertura vegetal atual do Rio Grande do Sul. In: PATTA PILLAR, V. et al. (Ed.) **Campos Sulinos - conservação e uso sustentável da biodiversidade**. Brasília: MMA, 2009. p.285-99.

FERNANDES, F. D. M., COLLARES, G. L. & CORTELETTI, R. (2021). **A água como elemento de integração transfronteiriça: o caso da Bacia Hidrográfica Mirim-São Gonçalo**. Estudos Avançados, 35(102), 59–77. <https://doi.org/10.1590/s0103-4014.2021.35102.004>

OLIVEIRA, F. G. de; SANTOS, L. L. dos; PALMEIRO, A. S; **Occurrence and Environmental Risk Assessment of Contaminants of Emerging Concern in Brazilian Surface Waters**. Environmental Toxicology and Chemistry, v. 43, n. 10, p. 2199–2210. 2025. 10.1016/j.envpol.2025.126295.

SIIRH – Sistema de Informações Integradas de Recursos Hídricos. **Núcleo de Ensino, Pesquisa e Extensão em Hidrometria e Sedimentos para o Manejo de Bacias Hidrográficas (NEPE- HidroSedi)**. Disponível em: <http://www.hidrosedi.com/siirh>. Acesso em: 24 ago. 2025.

VLIET, M.T.H.V et al., 2021. **Global water scarcity including surface water quality and expansions of clean water technologies**. Environ. Res. Lett. 16, 024020. <https://doi.org/10.1088/1748-9326/abbfc3>.