

DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE NITROGÊNIO AMONIAL PELO MÉTODO DE NESSLER

ALESI TEIXEIRA MENDES¹, MARCELO MENDES PEDROZA²

¹Engenheiro Civil, Mestrando em Gestão de Recursos Hídricos, UFT, alesitmendes@gmail.com;

²Dr. em Engenharia Química Universidade Federal do Rio Grande do Norte, professor do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Ambiental da Universidade Federal do Tocantins, mendes@ifto.edu.br.

Apresentado no
Congresso Técnico Científico da Engenharia e da Agronomia – CONTECC
Palmas/TO – Brasil
17 a 19 de setembro de 2019

RESUMO: Os compostos de nitrogênio além de pôr em risco a qualidade do meio-ambiente podem constituir risco também a saúde humana. A resolução 430/2011 do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA), que dispõe sobre as condições e padrões de lançamento de efluentes, determina que o limite máximo de nitrogênio amoniacal total em lançamentos é de 20,0 mg/L. O objetivo deste trabalho foi determinar a concentração de nitrogênio amoniacal em uma amostra de efluente, por meio do método colorimétrico de Nessler. A concentração de nitrogênio amoniacal encontrado na amostra de efluente analisada foi de 27,9 mgN/L, caracterizando-o como inadequado para lançamentos, caso não haja tratamento.

PALAVRAS-CHAVE: nitrogênio amoniacal, concentração, lançamento de efluentes.

DETERMINATION OF THE CONCENTRATION OF AMMONIACAL NITROGEN BY NESSLER'S METHOD

ABSTRACT: Nitrogen compounds in addition to endangering the quality of the environment can also pose a risk to human health. Resolution 430/2011 of the National Environmental Council of Brazil, which provides for the conditions and standards for effluent releases, determines that the maximum limit of total ammoniacal nitrogen in launches is 20.0 mg / L. The objective of this work was to determine the concentration of ammoniacal nitrogen in an effluent sample, using the Nessler colorimetric method. The concentration of ammoniacal nitrogen found in the analyzed effluent sample was 27.9 mgN / L, characterizing it as unsuitable for launches, if there is no treatment.

KEYWORDS: ammoniacal nitrogen, concentration, effluent discharge.

INTRODUÇÃO

O aumento na demanda de uso das águas é um fenômeno em constante crescimento no país, e esse cenário tem estimulado a discussão de diversos assuntos no que diz respeito a gestão dos recursos hídricos, como por exemplo, a preservação da qualidade desses recursos. Dentre as ações que põem em risco a qualidade do meio-ambiente está o lançamento de águas residuárias contendo compostos nitrogenados em corpos hídricos (ZOPPAS; BERNARDES; MENEGUZZI, 2016).

O nitrogênio é um elemento de vital importância para a vida na Terra, aparecendo em diversas formas e estados de oxidação, e indispensável nos processos de crescimento de todos os organismos do planeta. Contudo, é também um dos contaminantes mais importantes presentes nas águas residuais (HULTH et al, 2005; ZOPPAS; BERNARDES; MENEGUZZI, 2016).

Quando o nitrogênio oriundo dos efluentes de esgotos sanitários e de águas residuárias industriais, são lançados nos corpos hídricos, passam a ser nutrientes disponíveis para plantas aquáticas, tornando-se os principais responsáveis pela eutrofização de lagos e represas (IAMAMOTO, 2006).

Os compostos de nitrogênio além de pôr em risco a qualidade do meio-ambiente podem constituir risco também a saúde humana. Esses compostos podem ser encontrados em seus diferentes estados, mas os mais comuns são: o nitrogênio amoniacal, o nitrito e o nitrato. No entanto, a forma

mais comum em que o nitrogênio é encontrado em efluentes oriundos de esgotos domésticos brutos é na de amônia (NH₃) (ALABURDA; NISHIHARA, 1998; VON SPERLING, 2002).

O processo de remoção de nitrogênio começa por meio da aeração e da atividade de bactérias nitrificantes. O objetivo do processo é transformar o nitrogênio orgânico em nitrogênio molecular e as etapas desse processo são: a transformações do nitrogênio amoniacal em nitrito (NO₂-), e posteriormente a de nitrito em nitrato (NO₃-), e por fim, em condições anoxicas, a conversão em nitrogênio molecular (N₂) (VON SPERLING, 2002).

A presença de amônia, em concentrações bastante baixas, em águas superficiais ou subterrâneas é natural, entretanto, quando sua concentração é elevada pode ser indício de fontes poluidoras próximas ao local de análise. A ingestão do íon nitrato, por meio das águas de abastecimento, está associada ao surgimento de: metemoglobinemia, em crianças, e de elementos com potencial cancerígeno. Já o nitrito, se ingerido diretamente pode ocasionar metemoglobinemia independente da faixa etária do consumidor (ALABURDA; NISHIHARA, 1998).

A resolução 430/2011 do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA), que dispõe sobre as condições e padrões de lançamento de efluentes, determina que o limite máximo de Nitrogênio amoniacal total em lançamentos é de 20,0 mg/L (BRASIL, 2011). O objetivo deste trabalho foi determinar a concentração de nitrogênio amoniacal em uma amostra de efluente, por meio do método colorimétrico de Nessler.

MATERIAL E MÉTODOS

O experimento foi realizado no Laboratório de Águas e Efluentes do Instituto Federal do Tocantins – IFTO, campus Palmas; e consistiu na análise da reação proveniente da aplicação do reagente de Nessler em um recipiente contendo efluente com concentração de amônia, e determinação dessa concentração com base em uma equação matemática obtida pelo modelo gerado na análise espectrofotométrica.

A curva de calibração foi elaborada por meio do preparo de cinco amostras padrões do reativo de Nessler (1 mL) aplicado a uma solução padrão de amônia com concentração de 10 mgN/L. Foram preparadas cinco amostras contendo concentrações de 1, 2, 3, 4 e 5 mgN/L (Figura 1A). Em cada uma das amostras padrão foram acrescidas de respectivamente: 5, 10, 15, 20 e 25 mL da solução padrão e, por fim, completadas com água destilada até atingir um volume de 50 mL, o volume padrão do tubo Nessler.

Figura 1. Amostras padrão para calibração do espectrofotômetro.



Para a calibração foi ainda preparada uma solução contendo apenas o reativo de Nessler (1 mL) e água destilada, também no tubo Nessler totalizando 50 ml, essa solução padrão é conhecida como Branco. A Figura 1 apresenta os procedimentos para a realização do experimento.

A Figura 1B apresenta os tubos de Nessler com as amostras padrão. As amostras foram postas em repouso e sob a proteção da luz por um período de 10 minutos. Após o repouso as amostras foram postas, uma a uma, em uma cubeta para a leitura da absorvância. (Figura 1C). As absorvâncias foram obtidas em um espectrofotômetro modelo Novainstruments Serie 2000, a 450 nm. (Figura 1D).

O procedimento foi repetido para cada uma das amostras e as absorvâncias registradas foram relacionadas as concentrações de amônia de cada amostra, para a determinação da equação matemática do modelo.

Após a calibração da curva, a amostra do efluente foi preparada para a determinação da concentração de amônia. Foi transferido para um becker (250 mL) 100 mL do efluente rico em amônia, no qual foram adicionados 1 mL de sulfato de zinco à 10% e quatro gotas de NaOH 6N – solução oriunda da dissolução de 240 g de hidróxido de sódio (NaOH) em 1000 mL de água destilada – após as adições o becker foi agitado em movimento circulares e posto em repouso por 5 minutos.

Do sobrenadante da solução foram retirados 5 ml e postos em um tubo de Nessler, onde foram repetidos os procedimentos realizados nas amostras padrão, adição de 1 mL do reativo de Nessler e água destilada até atingir o volume de 50 mL. O tubo foi posto em repouso por 10 minutos, por fim, foi realizada a leitura e registro da absorvância da amostra de efluente no espectrofotômetro.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

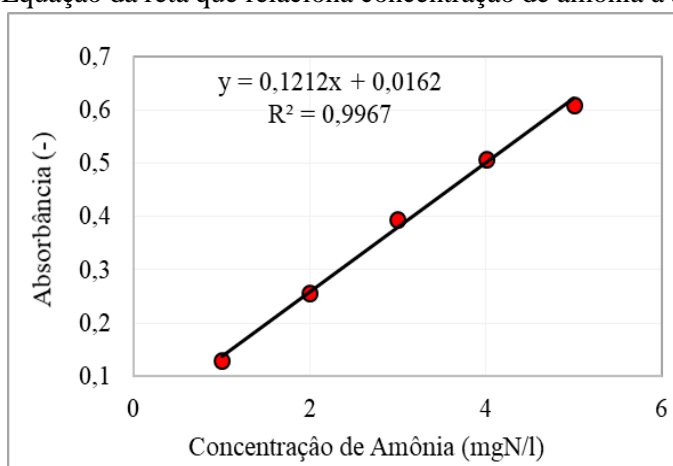
Os valores das absorvâncias obtidas são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Relação entre concentração de amônia e absorvância.

Amostra Padrão (mgN/L)	Absorvância (-)
1	0,13
2	0,256
3	0,395
4	0,508
5	0,61

Em posse dos valores das absorvâncias e conhecendo as concentrações de amônia de cada amostra foi possível traçar um gráfico que represente o modelo realizado e definir uma equação que relacione a concentração de amônia à absorvância. (Gráfico 1).

Gráfico 1. Equação da reta que relaciona concentração de amônia à absorvância.



Portella et al. (2015) afirma que o grau de confiança entre variáveis depende da proximidade do seu coeficiente de correlação de 1, quanto mais próximo de 1 mais confiável é a correlação. Logo, é possível notar que o coeficiente de correlação da equação obtida no ensaio tem nível de confiança elevado. (Tabela 2).

Tabela 2. Intervalos do coeficiente de correlação.

Intervalor	Correlação
$0 < r < 0,3$	Existe fraca correlação
$0,3 < r < 0,6$	Existe moderada correlação
$0,6 < r < 0,9$	Existe forte correlação
$0,9 < r < 1,00$	Existe correlação linear muito forte

Fonte: Portella et al., 2015.

A amostra de efluente analisada apresentou absorvância de 0,355, aplicando esse valor a equação obtemos um valor de concentração de 2,79 mgN/L. Contudo, a amostra analisada apresenta um fator de diluição de 10, uma vez que 5 mL da amostra foi diluída com 50 ml de água destilada. Logo, a concentração de nitrogênio amoniacal da amostra de efluente é de 27,9 mgN/L.

A concentração de amônia em corpos hídricos influencia diretamente na qualidade das águas e por consequência no habitat de diversas espécies. Em concentrações baixas os compostos derivados de nitrogênio são substâncias tóxicas não persistentes e não cumulativas, mas que podem atingir concentrações tóxicas para os peixes. A amônia se difunde nas membranas respiratórias dos peixes dificultando as trocas gasosas entre o animal e a água (PIEDRAS, 2006). Segundo Urbinati e Carneiro (2004) o nitrogênio amoniacal pode atingir rapidamente concentrações tóxicas em sistemas intensivos mal manejados, causando redução da sobrevivência, do crescimento e até mesmo a morte dos animais. As determinações do CONAMA quanto as concentrações de amônia objetivam assegurar a qualidade das águas dos corpos hídricos protegendo-os da eutrofização e a preservando a vida de peixes.

Nessa concentração esse efluente é impróprio para o lançamento em corpos hídricos, uma vez que desrespeita o limite máximo determinado pelo CONAMA, de 20 mgN/L de nitrogênio amoniacal total. A remoção dos compostos de nitrogênio na água é comumente realizada por meio de tecnologias biológicas. Essas tecnologias se sustentam em dois processos: a nitrificação e a desnitrificação. Esses processos, tradicionalmente, operam a remoção de nitrogênio em etapas separadas de aeração e não-aeração (ZOPPAS; BERNARDES; MENEGUZZI, 2016).

Alguns autores abordam as vantagens e desvantagens do método de Nessler. Para Santos (2007) o método é rápido e de simples operação, contudo tem pouca reprodutibilidade e não é sensível quando as concentrações de amônia são baixas. Para Borges et al. (2014) a precisão dos resultados nesse método depende das concentrações de amônia, uma vez que esse método é mais adequado para concentrações que variam entre 1 a 20 mgN/L, além disso, deve-se ter muito cuidado na sua realização pois exige o emprego de mercúrio, um reagente tóxico. Jeong et al., 2013, aponta que esse método pode sofrer interferência caso haja a presença de alguns elementos nas amostras analisadas, como a presença de Fe²⁺, que em concentrações maiores que 1 mg/L gera alterações nos resultados. Para Catani et al. (1969) método de Nessler é bastante sensível e apresenta boa precisão, mas a condução da reação precisa atender rigoroso controle do tempo e temperatura.

CONCLUSÃO

A concentração de nitrogênio amoniacal encontrado na amostra de efluente analisada foi de 27,9 mgN/L, superior ao limite máximo determinado pelo CONAMA, de 20 mgN/L. Logo, trata-se de um efluente impróprio para o lançamento, necessitando de tratamento para redução do nitrogênio amoniacal.

REFERÊNCIAS

- Alaburda, J.; Nishihara, L. Presença de compostos de nitrogênio em águas de poços. *Rev. Saúde Pública*, v. 32, n. 2, p. 160-165, 1998. Disponível em: < <http://www.scielo.br/pdf/rsp/v32n2/p160-165.pdf> >. Acesso em: 13 jun. 2018.
- Borges, J. A. et al. Determinação de nitrogênio amoniacal em efluente líquido da digestão anaeróbia de macro e microalgas. In: Congresso Brasileiro de Engenharia Química, 20., 2014, Florianópolis. *Anais...* Florianópolis: COBEQ, 2014. Disponível em: <

- <http://www.proceedings.blucher.com.br/article-details/determinao-de-nitrogênio-amoniaco-em-efluente-liquido-da-digestão-anaeróbia-de-macro-e-microalgas-17863> >. Acesso em: 13 jun. 2018.
- Brasil. Ministério do Meio Ambiente. CONAMA. Resolução nº 430, de 13 de maio de 2011. Dispõe sobre as condições e padrões de lançamento de efluentes, complementa e altera a Resolução nº 357, de 17 de março de 2005, do Conselho Nacional do Meio Ambiente. Publicado no Diário Oficial da União em 16 maio 2011. Seção 1, p. 89.
- Catani, R.A.; Bittencourt, V.C.; Cangiani, A.M. Extração e determinação do íon amônio do solo. *An. Esc. Super. Agric. Luiz de Queiroz*, Piracicaba, v. 26, p. 57-73, 1969. Disponível em < <http://www.scielo.br/pdf/aesalq/v26/06.pdf> >. Acesso em: 13 jun. 2018.
- Hulth, S. et al. Nitrogen removal in marine environments: recent findings and future research challenges. *Marine Chemistry*, v. 94, p. 125-145, mar. 2005. Disponível em:< <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304420304002439> >. Acesso em: 13 jun. 2018.
- Iamamoto, C. Y. *Remoção de nitrogênio de águas residuárias com elevada concentração de nitrogênio amoniaco em reator contendo biomassa em suspensão operado em bateladas sequenciais e sob aeração intermitente*. 2006. 139 p. Tese (Doutorado em Hidráulica e Saneamento) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2006.
- Jeong, H et al. Determination of NH₄⁺ in Environmental Water with Interfering Substances Using the Modified Nessler Method. *J. Chem.*, v. 2013, p. 1-9, 2013. Disponível em: < <https://www.hindawi.com/journals/jchem/2013/359217/> >. Acesso em: 13 jun. 2018.
- Piedras, S. R. N. et al. Toxicidade aguda da amônia não ionizada e do nitrito em alevinos de *Cichlasoma facetum* (JENYNS, 1842). *Ciênc. agrotec.*, Lavras, v. 30, n. 5, p. 1008-1012, set./out., 2006. Disponível em: < <http://www.scielo.br/pdf/cagro/v30n5/v30n5a27.pdf> > Acesso em: 12 fev. 2019.
- Pinto, A. P. M. M. O. *Desenvolvimento de um sistema de detecção potenciométrico diferencial para a determinação por fía do teor de azoto total em alimentos e águas*. 1997. 138 p. Dissertação (Mestrado em Controlo de Qualidade) – Faculdade de Farmácia da Universidade do Porto. Porto, 1997.
- Santos, J. S. *Desenvolvimento e otimização de metodologias para a determinação de nitrogênio*. 2007. 84p. Dissertação (Pós-graduação em Agroquímica) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2007.
- Urbinati, E. C.; Carneiro, P.C.F. Práticas de manejo e estresse dos peixes em piscicultura. Páginas 171-193. In: Cyrino, J.E.P.; Urbinati, E.C.; Fracalossi, D.M.; Castagnolli, N. (ed.). *Tópicos Especiais em Piscicultura de Água Doce Tropical Intensiva*. Jaboticabal: Sociedade Brasileira de Aqüicultura e Biologia Aquática (Aquabio), 2004.
- Von Sperling, M. *Lodos ativados*. v. 4. Belo Horizonte: Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental; Universidade Federal de Minas Gerais, 2002. 428 p.
- Zoppas, F.M.; Bernardes, A.M.; Meneguzzi, A. Parâmetros operacionais na remoção biológica de nitrogênio de águas por nitrificação e desnitrificação simultânea. *Eng. Sanit. Ambient.*, v. 21, n. 1, p. 29-42, jan./mar. 2016. Disponível em: < <http://www.scielo.br/pdf/esa/v21n1/1413-4152-esa-21-01-00029.pdf> >. Acesso em: 13 jun. 2018.