



8º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2014
12 a 14 de agosto de 2014 – Campinas, São Paulo

GERAÇÃO DE DADOS PRIMÁRIOS EM ATIVIDADES DE MONITORAMENTO DE BACIAS HIDROGRÁFICAS

Artur Ribeiro **Delgado**¹; Ricardo de Oliveira **Figueiredo**²

Nº 14402

RESUMO - As atividades foram desenvolvidas no âmbito do Projeto Componente 3 da Rede AGROHIDRO - Monitoramento e caracterização quali-quantitativa dos recursos hídricos e sua relação com o uso da terra em bacias experimentais nos diferentes biomas brasileiros. As atividades do bolsista PIBIC objetivaram a realização de treinamento específico para a execução de coleta e análises de amostras de água e organização de dados analisados. Essas atividades consistiram de: (a) Preparo de amostras de água em laboratório por meio de filtração através de membranas; (b) Preparo de vidrarias para manuseio de amostras para coleta e análises; (c) Coleta de amostras de solução de solo utilizando extratores de solução; (d) Medidas de conteúdo de água no solo utilizando tensiômetros; (e) Medidas de pH, ORP, oxigênio dissolvido, temperatura e condutividade elétrica utilizando medidor multiparâmetros; (f) Treinamento em análises laboratoriais em um analisador de carbono dissolvido (TOC); e (g) Elaboração de planilhas de dados, tanto de estudos pretéritos, como dos resultados das análises realizadas. O bolsista encontra-se, após esse período de sete meses de atividades, mais apto para iniciar atividades de campo e laboratório relacionadas ao monitoramento de bacias hidrográficas.

Palavras-chaves: Amostragem de água, carbono orgânico dissolvido, extratores de solução de solo, medidor mutiparâmetros, qualidade de água , tensiômetro.

1 Autor, Bolsista CNPq (PIBIC): Graduação em Engenharia Ambiental, FAJ, Jaguariúna-SP; artur.rdelgado@gmail.com

2 Orientador: Pesquisador da Embrapa Meio Ambiente, Jaguariúna-SP; ricardo.figueiredo@embrapa.br



ABSTRACT- *The activities were conducted within the scope of the Project Component 3 of AGROHIDRO Network - Monitoring and qualitative and quantitative characterization of water resources and their relation to land use in experimental basins in different Brazilian biomes. The activities of the PIBIC grantee aimed to conduct specific training to perform the collection and analysis of water samples and the organization of data analyzed. These activities consisted of: (a) Preparation of water samples in the laboratory by filtration through membranes; (b) Preparation of glassware for sample handling for data collection and analysis; (c) Collection of samples of soil solution using solution extractors; (d) Measurements of water content in soil using tensiometers; (e) Measurements of pH, ORP, dissolved oxygen, temperature and electric conductivity using multiparameter meters; (f) Laboratory measurements training in a dissolved carbon analyzer (TOC); and (g) Preparation of data sheets regarding to previous studies as well as the results of the analyzes made along the training. After this activity period of seven months, the student is more prepared to start field and laboratory activities related to monitoring of watersheds.*

Key-words: *Water sampling, dissolved organic carbon, soil solution extractors, multiparameter meter, water quality, tensiometer.*

1. INTRODUÇÃO

O Projeto Componente 3 da Rede AgroHidro - Monitoramento e caracterização quali-quantitativa dos recursos hídricos e sua relação com o uso da terra em bacias experimentais nos diferentes biomas brasileiros - tem o propósito de monitorar e caracterizar quali-quantitativamente os recursos hídricos em bacias hidrográficas nos biomas brasileiros, visando aumentar a compreensão da relação destes com o uso e manejo das terras e subsidiar o planejamento do manejo agropecuário sustentável.

Na Embrapa Meio Ambiente está sendo executado no Plano de Ação 4 desse Projeto, a Atividade "Instrumentação e monitoramento da qualidade e quantidade da água em bacia experimental na Transição Cerrado/ Mata Atlântica (Porção Leste de São Paulo)". Essa atividade abrange as bacias dos rios Camanducaia e Jaguari, as quais apresentam hoje estado crítico no contexto da necessidade hídrica regional (Agência das Bacias PCJ, 2011). Para o monitoramento de parâmetros de qualidade e de quantidade de água nessas bacias foram realizadas análises



8º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2014 12 a 14 de agosto de 2014 – Campinas, São Paulo

prévias sobre os limites espaciais das influências de fontes não pontuais (difusas) de poluição, relacionadas à agricultura, assim como para a escolha de microbacias, realizando-se expedições de campo e utilizando-se SIGs. No entanto, as campanhas de campo para coleta de amostras e medições de parâmetros in situ ainda não foram iniciadas.

Dessa maneira, as atividades do bolsista PIBIC restringiram-se a treinamento específico para a execução de coleta e análises de amostras de água e organização de dados analisados, conforme detalhado no item Material e Métodos. Portanto, não existem resultados de pesquisas a serem apresentados e discutidos no presente trabalho. Porém descrevemos aqui o treinamento realizado e os resultados deste.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1. Preparo de Amostras de Água por Filtração e Lavagem de Vidrarias

Em laboratório, para preparo de amostras para análises de carbono dissolvido, foram utilizadas membranas microporosas de fibra de vidro, que foram lavadas com água mili-Q utilizando-se um kit de vidro de filtração da Millipore (suporte de vidro com tela de aço inox 4 mm de diâmetro, composto de funil, placa de petri em poliestireno cristal para membrana de 47mm, base erlenmeyer 1 litro e garra) previamente lavados em solução ácida (HCl 0,1 N), depois rinsados por três vezes em água deionizada. A mesma solução ácida foi utilizada para lavagem de todo o material de preparo e estocagem de amostras. A filtração foi sempre realizada com a ajuda de uma bomba a vácuo livre de óleo de lubrificação para evitar-se contaminação de amostras, frascos e demais aparatos de laboratório.

Após essa filtração, as membranas foram colocadas dentro de uma mufla e aquecidas a 500 °C, com a finalidade de secagem para fazer o processo de filtração de amostras de água coletadas em extratores de solução de solo e no Ribeirão do Rosário (Figura 1). A mufla também foi utilizada para esterilização a 550 °C de frascos de vidros cor âmbar. A filtração das amostras propriamente ditas foi também realizada com o mesmo kit Millipore e bomba a vácuo acima descritos. As amostras filtradas foram estocadas em frascos de vidro de cor âmbar a 4 °C até o momento de suas análises em um analisador de carbono dissolvido (TOC).

Já para análises de cátions e ânions em amostras de água de mesma origem, a filtração destas se realizou utilizando-se membrana de acetato celulose (porosidade de 0,45µm) em um kit de plástico da Millipore (Porta filtro tipo sterifil em polisulfona, completo, 47 mm de diâmetro, 250mL

de capacidade, autoclavável) e a mesma bomba a vácuo. As amostras filtradas foram estocadas em frascos de polietileno a 4 °C para aguardar o momento de suas análises a ser realizadas por cromatografia iônica.



Figura 1. Filtração de amostras e córrego onde amostra foi coletada (Ribeirão do Rosário, Guairá/SP)

2.2. Medidas com tensiômetros e coleta de amostras de solução de solo

Em Guairá (SP), foram realizadas leituras da tensão da água contida no solo em tensiômetros previamente instalados em 5 diferentes profundidades (10, 20, 40, 60 e 90 cm), em um experimento realizado em canavial. Já nos extratores de solução de solo (Figura 2), também previamente instalados nas profundidades de 30 e 90 cm no mesmo experimento, foram coletadas amostras para posterior medidas das variáveis físico-químicas pH e condutividade elétrica, assim como para análises laboratoriais de cátions, ânions e carbono. Em cada extrator foi conferido se ainda havia a tensão anteriormente aplicada para a extração das amostras. Quando esta tensão havia sido perdida, aplicou-se uma tensão de 0,6 atm por meio de bomba a vácuo manual, realizando-se antes uma rinsagem dos recipientes dos extratores com água deionizada.

2.3. Medidas de pH, ORP, oxigênio dissolvido, temperatura e condutividade elétrica

Em laboratório, foi realizado treinamento no uso de dois modelos diferentes de medidor multiparâmetro: (a) Thermo Scientific Orion Star A325 com sensores de pH e condutividade; (b) YSI Professional Plus Quatro Cable com sensores de pH, ORP, oxigênio dissolvido, condutividade e

temperatura. O treinamento se deu não apenas na realização de medidas de amostras de água de rio e de solução de solo nos dois modelos de multiparâmetro, mas também na calibração e manutenção dos mesmos (Figura 3).

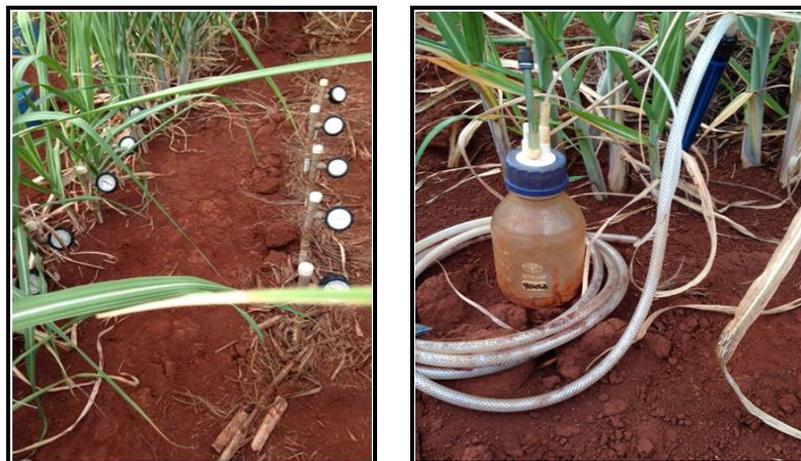


Figura 2. Tensiômetros (a esquerda) e extrator de solução (a direita) utilizado no treinamento em um canal em Guáira.



Figura 3. Medidores multiparâmetro utilizados no treinamento.

2.4. Treinamento em análises laboratoriais em um analisador de carbono dissolvido (TOC)

Em laboratório, foi realizado um treinamento na medição de Carbono Orgânico Total utilizando um Analisador de Carbono Orgânico Total (TOC), marca Shimadzu, modelo TOC-V, para determinação das concentrações das formas dissolvidas de carbono nas amostras obtidas em campo. Neste treinamento foram rodadas amostras de solução de solo do experimento em canal acima citado, onde o bolsista PIBIC teve a oportunidade de ser treinado na coleta e preparo de amostras.



Figura 4. Analisador de Carbono Orgânico Total (TOC), marca Shimadzu, modelo TOC-V.

2.5. Elaboração de planilhas de dados

Em escritório, ocorreu o treinamento em registrar em planilha do software excel cerca de 5500 dados coletados em pesquisa realizada em bacias amazônicas, seguindo padrão de planilhas para organização e sistematização de dados do Projeto Componente 3 da Rede AgroHidro, citado nesse trabalho. Além dessas planilhas foi também concebida planilha para os dados analisados pelo bolsista no Analisador TOC.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após esse período de sete meses de atividades pode-se citar como resultado que o bolsista PIBIC autor do presente trabalho está mais apto para iniciar atividades de campo e laboratório relacionadas ao monitoramento de bacias hidrográficas no mesmo Projeto Componente 3 da Rede AgroHidro ou em outro projeto de pesquisa na mesma linha temática.

Para uma exemplificação do sucesso desse preparo para o monitoramento de bacias, é apresentada a seguir uma descrição sobre a utilização de Analisador de Carbono Orgânico Total Elementar (Shimadzu TOC-V) para determinação das concentrações das formas dissolvidas de carbono, assim como o resultado dessa análise na Tabela 1.

Dois tipos de carbono dissolvido estão presentes na água: carbono orgânico (COD) e carbono inorgânico (CID). O COD se liga ao hidrogênio ou oxigênio para formar compostos orgânicos. Já o CID é a base estrutural de compostos inorgânicos tais como carbonatos gasosos e



8º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2014
12 a 14 de agosto de 2014 – Campinas, São Paulo

íons carbonatados. Coletivamente as duas formas de carbono são chamadas de carbono total (CT) e a relação entre elas é expressa $COD = CT - CID$ (SHIMADZU, 2007).

Tabela 1. Resultados das análises realizadas para a determinação do carbono total dissolvido (CT), C inorgânico dissolvido (CID) e carbono orgânico dissolvido (COD).

Data da coleta	ID da amostra	Data análise	COD (mg/L)	CT (mg/L)	CID (mg/L)
04/12/2013	3002	09/06/2014	15,60	21,1	5,49
04/12/2013	3003	09/06/2014	2,58	5,78	3,20
04/12/2013	3004	09/06/2014	1,81	3,04	1,23
04/12/2013	3005	09/06/2014	12,27	15,31	3,03
04/12/2013	3006	09/06/2014	10,57	15,96	5,39
04/12/2013	9001	10/06/2014	3,08	5,22	2,14
04/12/2013	9002	10/06/2014	2,46	5,46	3,00
04/12/2013	9003	10/06/2014	1,75	3,85	2,10
04/12/2013	9004	10/06/2014	1,48	2,47	0,99
04/12/2013	9005	10/06/2014	3,54	5,78	2,24
04/12/2013	9006	10/06/2014	2,86	4,99	2,14

Na realização da análise propriamente dita, a amostra é introduzida no interior do tubo de combustão, que é preenchido com um catalisador de oxidação e aquecido a 680°C. A amostra é queimada no tubo de combustão e, como resultado, os componentes de CT na amostra são convertidos em dióxido de carbono. O gás carreador flui a uma velocidade de 150 mL / min até o tubo de combustão, transporta então os produtos de combustão da amostra a partir do tubo de combustão até um desumidificador eletrônico, onde o gás é arrefecido e desidratado. O gás então carrega os produtos da combustão da amostra através de um depurador de halogênio para remover o cloro e outros halogênios. Por fim, o gás de transporte leva os produtos de combustão da amostra para a célula de um analisador de gás infravermelho não-dispersivo (NDIR) , onde o dióxido de carbono é detectado. O NDIR produz um sinal analógico de detecção que forma um pico; a área do pico é medida pelo software TOC-Control V.

A área do pico é proporcional à concentração de CT da amostra. Uma equação da curva de calibração que matematicamente expressa a relação entre a área do pico e concentração CT pode ser gerada analisando-se várias concentrações de uma solução padrão de CT. A concentração de CT numa amostra pode ser determinada através da análise da amostra para obter-se a área do pico e, em seguida, utilizar a área do pico na equação da curva de calibração.

Dois métodos para medir CID usando o Analisador TOC-V estão disponíveis: (a) Análise com seringa de injeção; (b) Análise utilizando o reator CID opcional. Em ambos os métodos, a



8º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2014 12 a 14 de agosto de 2014 – Campinas, São Paulo

medição do CID consiste do carbono derivado a partir de carbonatos, carbonatos de hidrogênio e dióxido de carbono dissolvido.

O CID, medido pelo TOC-V, consiste do carbono contido em carbonatos e em dióxido de carbono dissolvido em água. Por acidificação da amostra com uma pequena quantidade de ácido clorídrico para se obter um pH inferior a 3, todos os carbonatos, são convertidos em dióxido de carbono. O dióxido de carbono e o dióxido de carbono dissolvido da amostra são volatilizados pelo borbulhamento de ar ou de gás de nitrogênio, que não contém o dióxido de carbono, através da amostra.

O kit reator IC do TOC-V é usado para aspergir a solução da reação CID (líquido de reação acidificado) com um gás de transporte. A amostra é injetada no recipiente de reação CID, e o CID da amostra é convertido em dióxido de carbono, que é volatilizado pelo processo de borbulhamento e detectado pelo NDIR. A amostra é acidificada a pH 3 ou inferior na seringa, utilizando-se ácido clorídrico. A amostra é aspergida com um gás carreador e o CID da amostra é convertido em dióxido de carbono e detectado pelo NDIR.

4 AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer ao CNPq pela oportunidade e confiança concedida através da bolsa de estágio, à Embrapa pela estrutura fornecida durante os trabalhos executados e ao meu orientador Ricardo Figueiredo pelos conhecimentos passados, experiências elaboradas, paciência ao ensinar, educação e respeito ao próximo, tornando um ambiente de trabalho agradável, satisfatório e animador.

5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Agência das Bacias PCJ - Fundação Agência das Bacias Hidrográficas dos Rios Piracicaba, Capivari e Jundiá. 2011. Relatório da Gestão e Situação das Bacias PCJ 2011. Disponível em: <http://www.comitepcj.sp.gov.br/comitespcj.htm>

SHIMADZU CORPORATION / Analytical & Measuring Instruments Division, Total Organic Carbon Analyzer TOC-V CPH/CPN User Manual, Kyoto, Japan, 2007.