

O MAIOR  
EVENTO DE  
SANEAMENTO  
DA AMÉRICA  
LATINA



**Encontro Técnico  
AESABESP**

29º Congresso Nacional  
de Saneamento e  
Meio Ambiente



**FENASAN**

29ª Feira Nacional  
de Saneamento  
e Meio Ambiente

parceiro **IFAT** 2018  
World's Leading Trade Fair for Water, Sewage,  
Waste and Raw Materials Management

18 A 20  
SETEMBRO 2018  
EXPO CENTER  
NORTE  
SÃO PAULO - SP

**9514 - APLICAÇÃO DA ESPECTROMETRIA DE FLUORESCÊNCIA DE  
RAIOS X NA DETERMINAÇÃO DE METAIS EM ÁGUA POTÁVEL, ÁGUA  
BRUTA, EFLUENTES DOMÉSTICOS E NÃO DOMÉSTICOS**

**Danielle Polidorio Intima** (dpolidorio@sabesp.com.br)

**Edson Joanni** (ejoanni@sabesp.com.br)

**Companhia de Saneamento Básico do Estado de São Paulo**



# A determinação de metais e a legislação

RESOLUÇÃO Nº 357, DE 17 DE MARÇO DE 2005

Publicada no DOU nº 053, de 18/03/2005, págs. 58-63

- Alterada pela Resolução 410/2009 e pela 430/2011

*Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, e dá outras providências.*

## Seção II Das Águas Doces

Art. 14. As águas doces de classe I observarão as seguintes condições e padrões:

PARÂMETROS INORGÂNICOS	VALOR MÁXIMO
Alumínio dissolvido	0,1 mg/L Al
Antimônio	0,005mg/L Sb
Arsênio total	0,01 mg/L As
Bário total	0,7 mg/L Ba
Berílio total	0,04 mg/L Be
Boro total	0,5 mg/L B
Cádmio total	0,001 mg/L Cd
Chumbo total	0,01mg/L Pb
Cianeto livre	0,005 mg/L CN
Cloreto total	250 mg/L Cl
Cloro residual total (combinado + livre)	0,01 mg/L Cl
Cobalto total	0,05 mg/L Co
Cobre dissolvido	0,009 mg/L Cu
Cromo total	0,05 mg/L Cr
Ferro dissolvido	0,3 mg/L Fe



# A determinação de metais e a legislação



Ministério da Saúde  
Gabinete do Ministro

[\[Acesso à Matriz de Consolidação: Compêndio com informações estruturadas em abas - Atual. até 28.09.2017\]](#)

PORTARIA DE CONSOLIDAÇÃO Nº 5, DE 28 DE SETEMBRO DE 2017

*Consolidação das normas sobre as ações e os serviços de saúde do Sistema Único de Saúde.*

**ANEXO XX**  
DO CONTROLE E DA VIGILÂNCIA DA QUALIDADE DA ÁGUA PARA CONSUMO HUMANO E SEU PADRÃO DE POTABILIDADE  
(Origem: PRT MS/GM 2914/2011)

**ANEXO 7 DO ANEXO XX**  
TABELA DE PADRÃO DE POTABILIDADE PARA SUBSTÂNCIAS QUÍMICAS QUE REPRESENTAM RISCO À SAÚDE (Origem: PRT MS/GM 2914/2011, Anexo 7)

Parâmetro	CAS(1)	Unidade	VMP(2)
INORGÂNICAS			
Antimônio	7440-36-0	mg/L	0,005
Arsênio	7440-38-2	mg/L	0,01
Bário	7440-39-3	mg/L	0,7
Cádmio	7440-43-9	mg/L	0,005
Chumbo	7439-92-1	mg/L	0,01
Cianeto	57-12-5	mg/L	0,07
Cobre	7440-50-8	mg/L	2
Cromo	7440-47-3	mg/L	0,05
Fluoreto	7782-41-4	mg/L	1,5
Mercurio	7439-97-6	mg/L	0,001
Níquel	7440-02-0	mg/L	0,07
Nitrato (como N)	14797-55-8	mg/L	10
Nitrito (como N)	14797-65-0	mg/L	1
Selênio	7782-49-2	mg/L	0,01
Urânio	7440-61-1	mg/L	0,03



# A determinação de metais e a legislação



MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE  
CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE

RESOLUÇÃO Nº 430, DE 13 DE MAIO DE 2011

## Correlações:

- Complementa e altera a Resolução nº 357/2005.



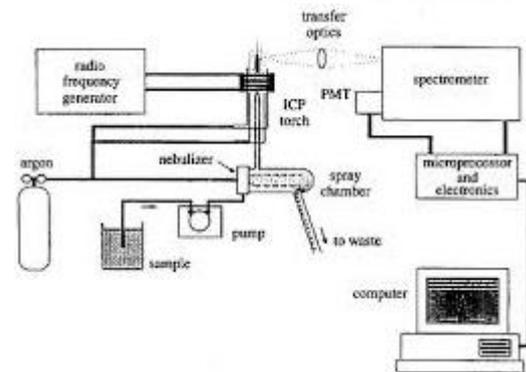
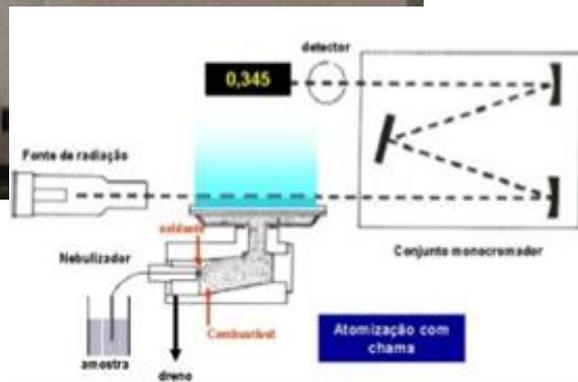
*Dispõe sobre as condições e padrões de lançamento de efluentes, complementa e altera a Resolução nº 357, de 17 de março de 2005, do Conselho Nacional do Meio Ambiente-CONAMA.*

## II - Padrões de lançamento de efluentes:

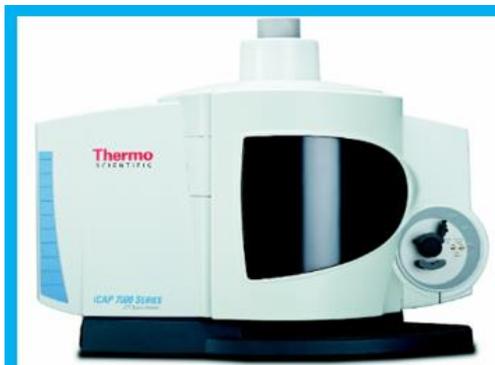
TABELA I	
Parâmetros inorgânicos	Valores máximos
Arsênio total	0,5 mg/L As
Bário total	5,0 mg/L Ba
Boro total (Não se aplica para o lançamento em águas salinas)	5,0 mg/L B
Cádmio total	0,2 mg/L Cd
Chumbo total	0,5 mg/L Pb
Cianeto total	1,0 mg/L CN
Cianeto livre (destilável por ácidos fracos)	0,2 mg/L CN
Cobre dissolvido	1,0 mg/L Cu
Cromo hexavalente	0,1 mg/L Cr+6
Cromo trivalente	1,0 mg/L Cr+3
Estanho total	4,0 mg/L Sn
Ferro dissolvido	15,0 mg/L Fe



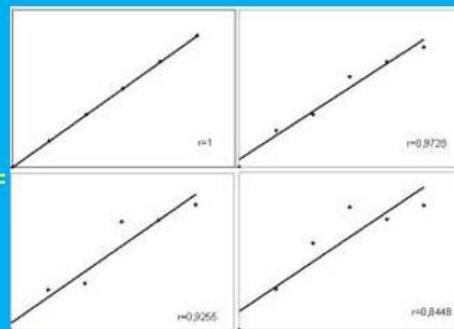
# Métodos convencionais



# Preparo de amostras



←  
Tempo de Leitura =  
depende  
do nº de analitos

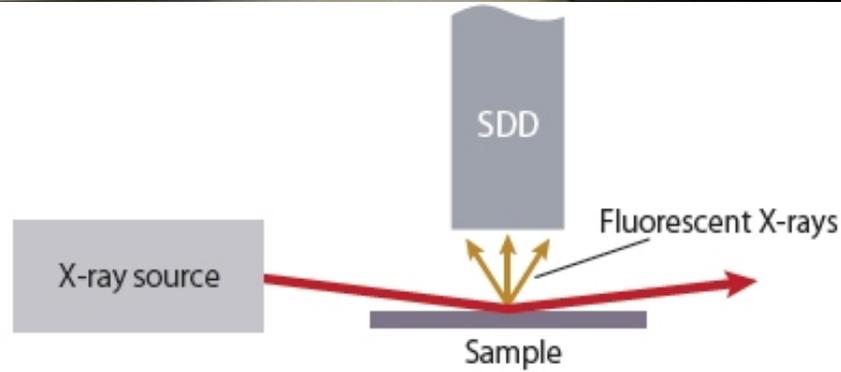
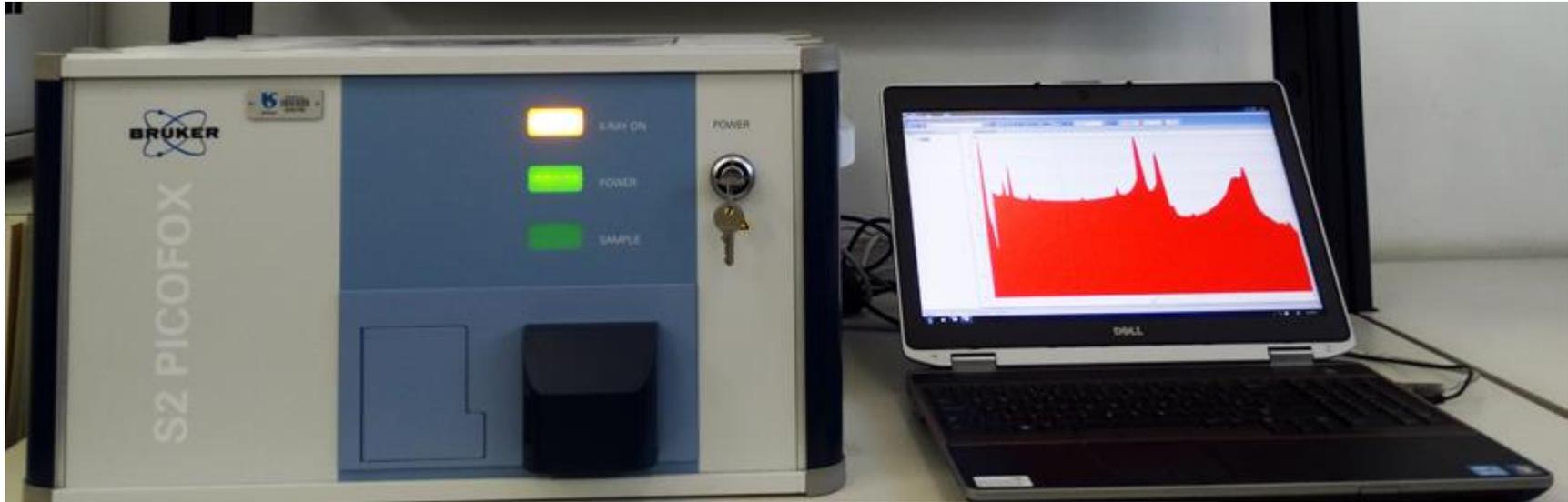


Padrões de referência – curva calibração externa

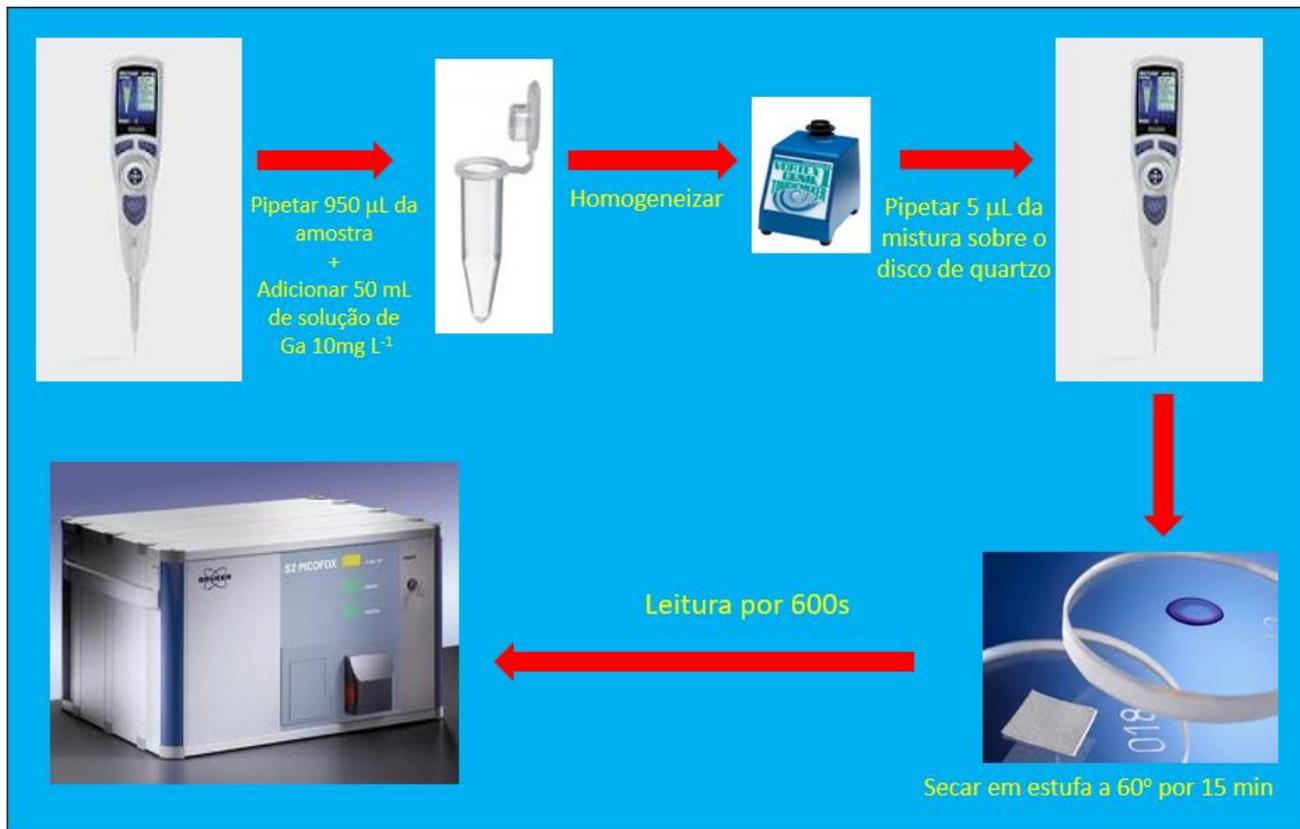
# Desvantagens – métodos convencionais

- ☹️ Consumíveis de alto custo
- ☹️ Gases de grau analítico
- ☹️ Necessidade de digestão de amostra
- ☹️ Adição de reagentes para a digestão das amostras
- ☹️ Tempo de preparo de amostras de 3 a 6 horas ou mais
- ☹️ Alto consumo de energia

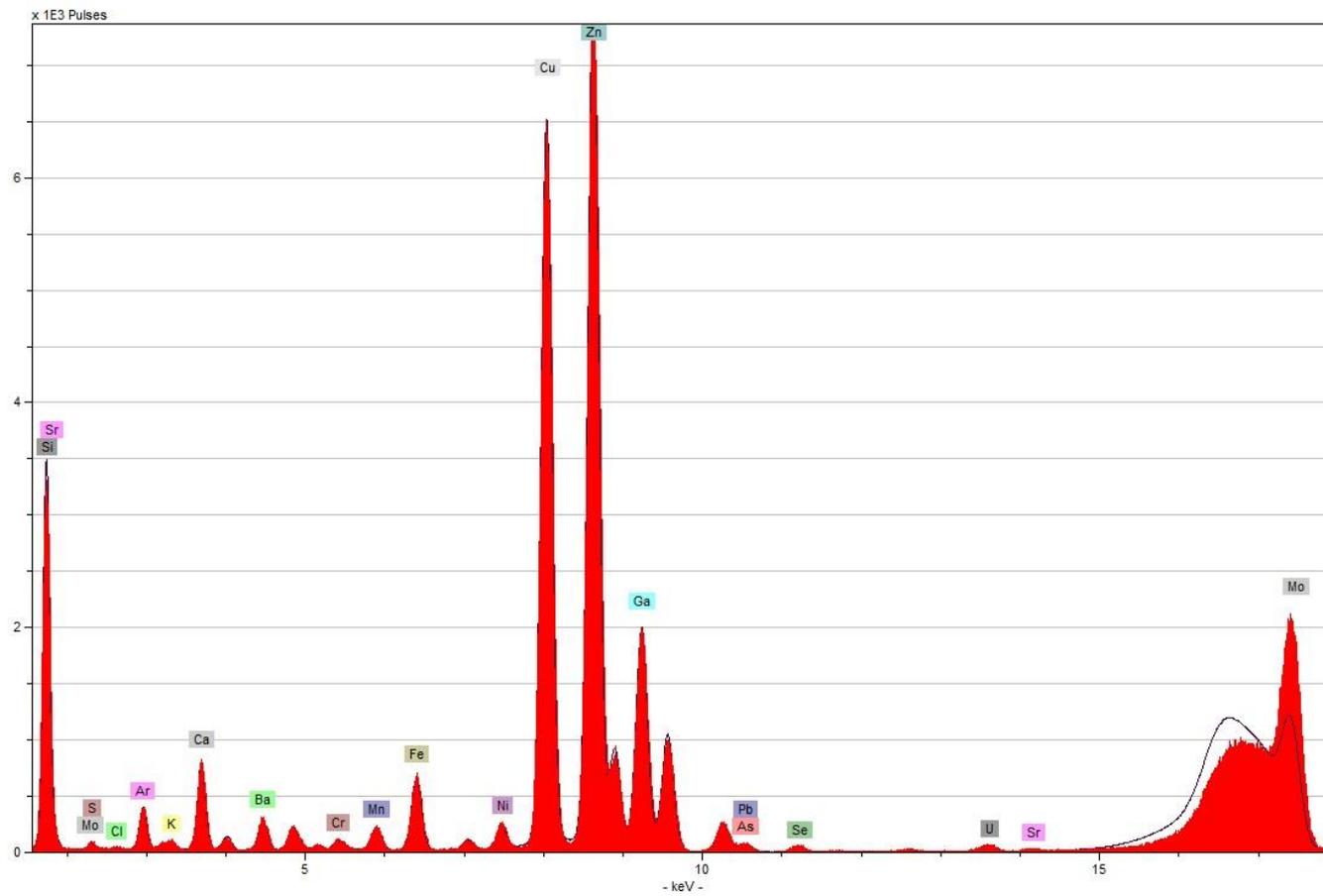
# Fluorescência de raios X por reflexão total



# Preparo de amostras



# Espectro - TXRF



# Vantagens da implantação da técnica de TXRF

- ☺ Não há necessidade de consumíveis de alto custo
- ☺ Não há necessidade de gases
- ☺ Digestão de amostra – só se for heterogênea
- ☺ Tempo de preparo de amostras reduzido
- ☺ Baixo consumo de energia (equipamento plug and play)
- ☺ Alta frequência analítica – técnica multielementar (três vezes mais rápida em relação aos métodos convencionais)

# Desafios da implantação da técnica de TXRF

✓ Otimizar uma condição na qual seja possível quantificar todos os elementos de interesse com o mesmo padrão interno, numa única leitura;

Range de leitura com o tubo de molibdênio: 3 a 15 keV:

- ✓ Al interferência espectral de Si e Ar
- ✓ Cd e Sb interferência espectral de Mo



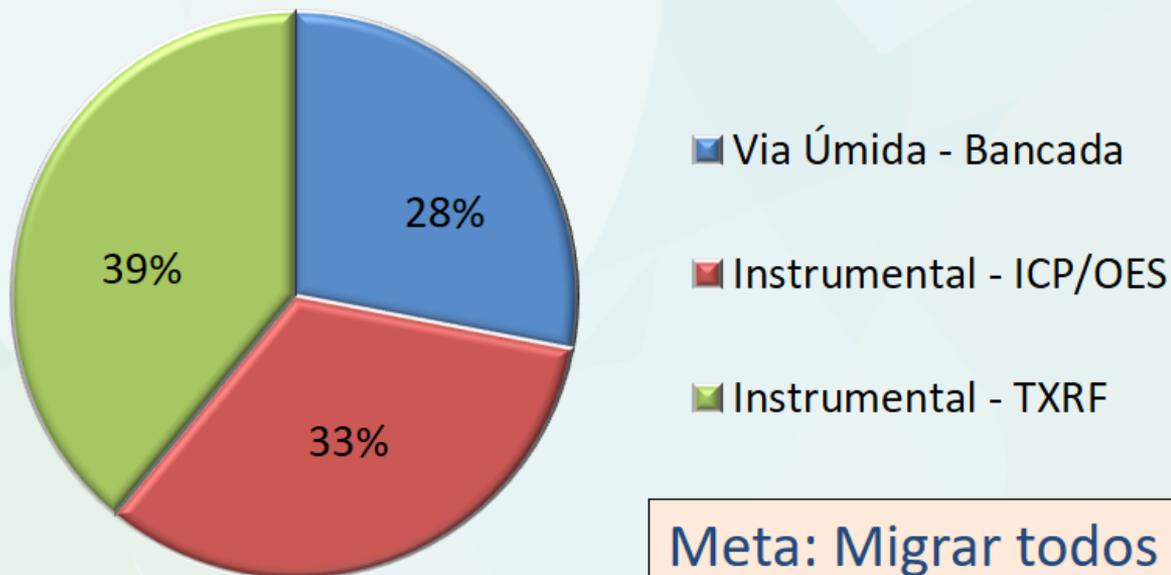
# Prospecção tecnológica



Em teste!!!

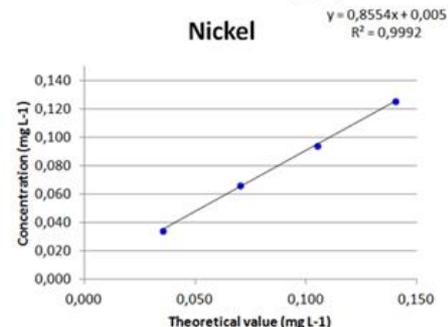
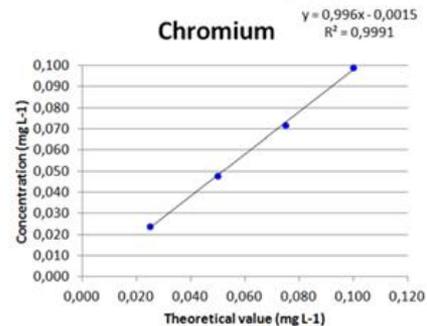
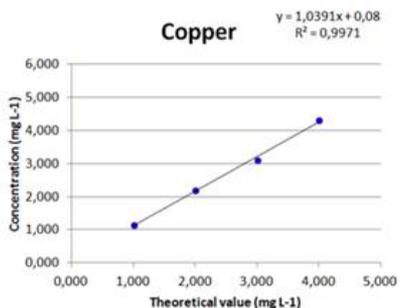
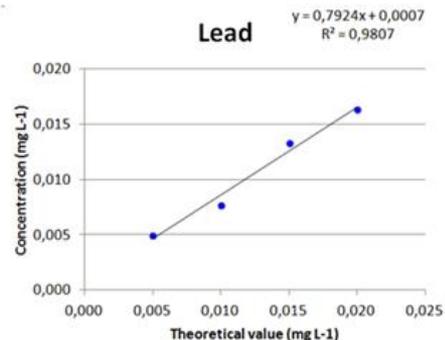
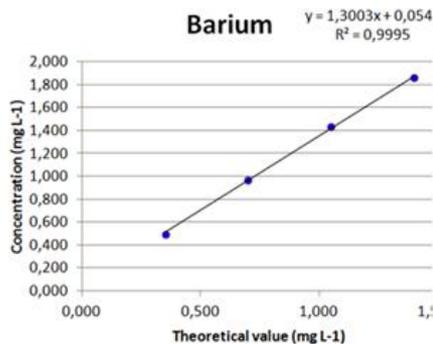
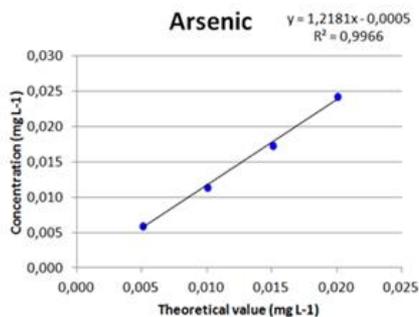
# Implantação da técnica de TXRF na Sabesp

Ensaio Realizados no Laboratório Material de Tratamento

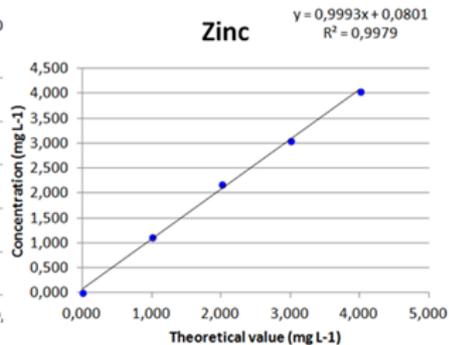
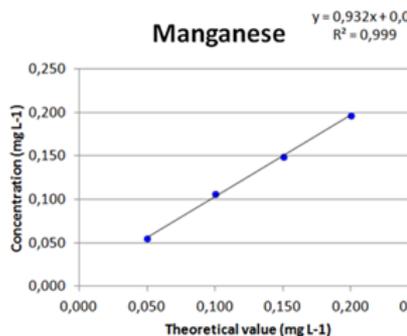
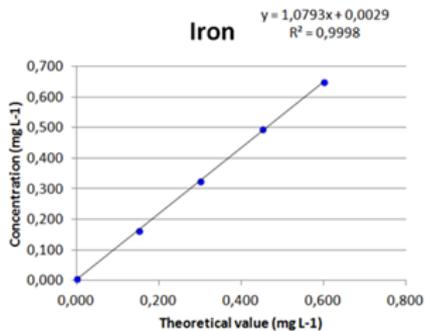
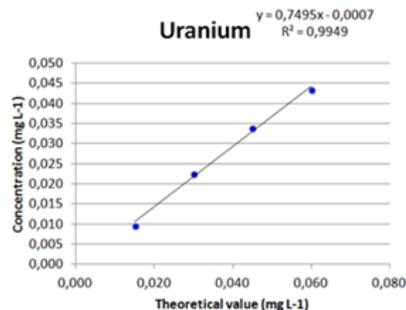
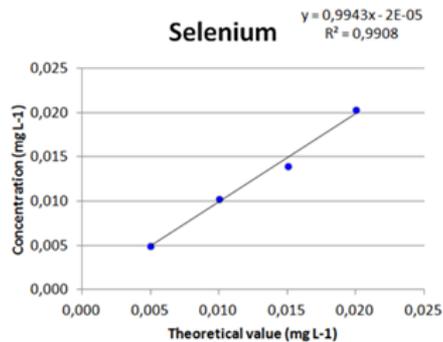


Meta: Migrar todos os ensaios instrumentais para TXRF

# Resultados e discussões



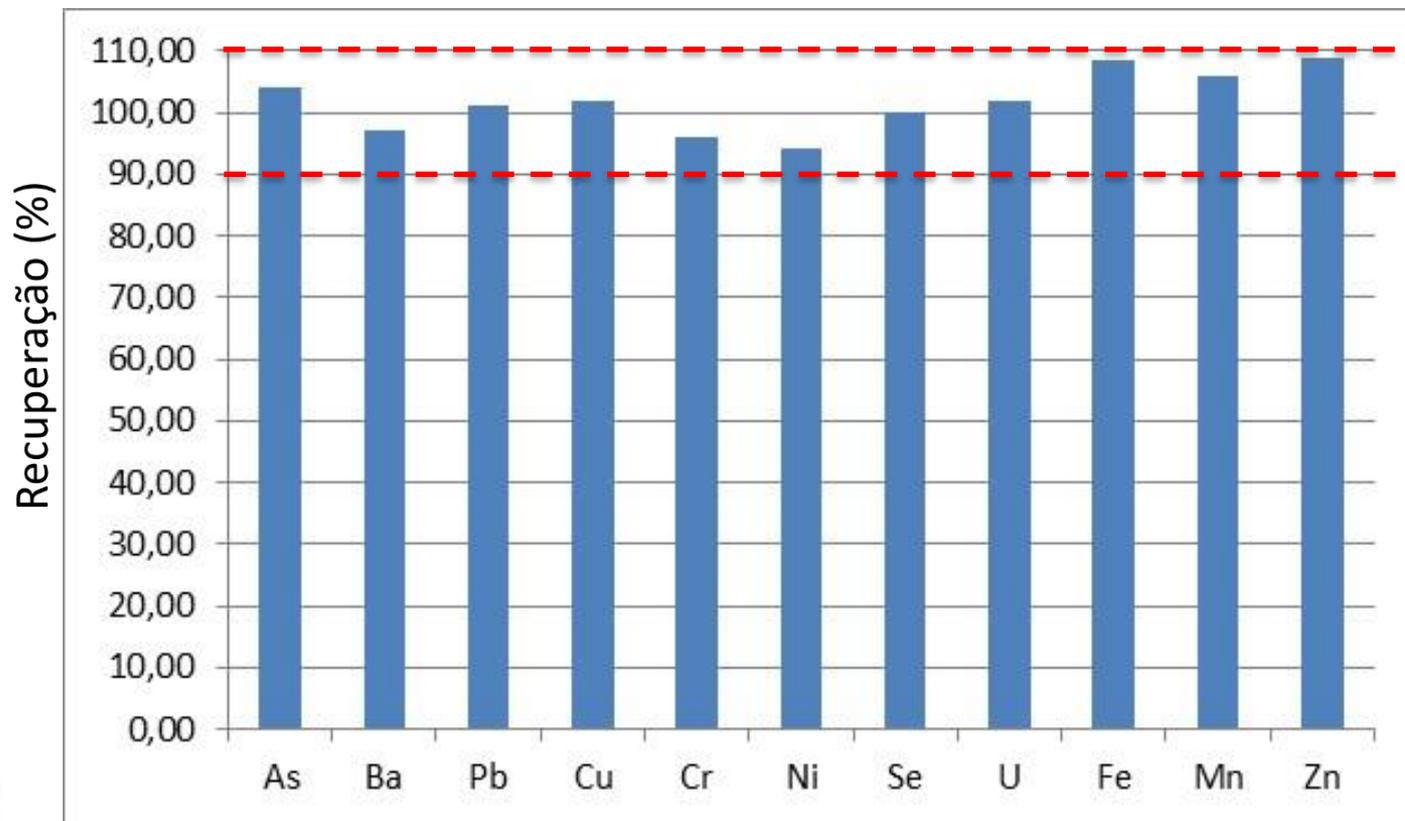
# Resultados e discussões



# Limite de quantificação x Limites da legislação

Elemento	Portaria de Potabilidade (mg L <sup>-1</sup> )	LQ (mg L <sup>-1</sup> )
Arsênio	0,01	0,003
Bário	0,7	0,002
Chumbo	0,01	0,005
Cobre	2	0,029
Crômio	0,05	0,005
Níquel	0,07	0,006
Selênio	0,01	0,003
Urânio	0,03	0,003
Ferro	0,3	0,02
Manganês	0,1	0,02
Zinco	2	0,76

# Testes de Recuperação

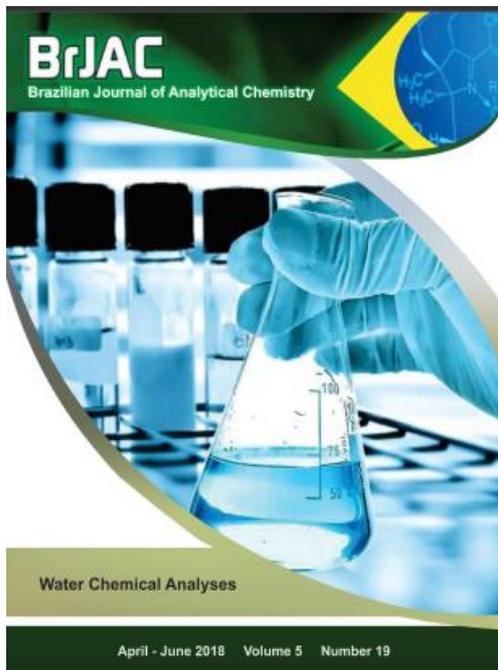


# Conclusão

- 😊 Exatidão
- 😊 Repetibilidade
- 😊 Rapidez
- 😊 Baixo custo

Viabilidade da técnica TXRF para análise de águas

# Brazilian Journal of Analytical Chemistry (BrJAC)



Br. J. Anal. Chem., 2018, 5 (19), pp 12-21  
DOI: 10.30744/brjac.2179-3425.2018.5.19.12-21

## Article

### Feasibility of using Total Reflection X-ray Fluorescence Spectrometry for Drinking Water Analysis

Isabella O. Silva<sup>1</sup>, Denise Akemi F. T. Trugillo<sup>2</sup>, Edson Joanni<sup>3</sup>, Danielle Polidorio Intima<sup>3\*</sup>,  
Cassiana Seimi Nomura<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Departamento de Química Fundamental, Instituto de Química, Universidade de São Paulo  
05508-000, São Paulo, SP, Brazil.

<sup>2</sup>Departamento de Ciências Exatas e da Terra, Universidade Federal de São Paulo  
09972-270, Diadema, SP, Brazil

<sup>3</sup>Departamento de Controle de Qualidade, Companhia de Saneamento Básico do Estado de São Paulo  
020037-021, São Paulo, SP, Brazil.

The quantitative elemental measurements in drinking water are a very important task since Brazilian legislation establishes the threshold limit value for each element. Besides Atomic Absorption Spectrometry (AAS) and Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP OES) have been routinely

Link de acesso: Brjac 2018 v5 n18 - P:

[https://issuu.com/brazilianjournal/docs/brjac-19\\_05-09-p](https://issuu.com/brazilianjournal/docs/brjac-19_05-09-p)





# OBRIGADO

*Danielle Polidorio Intima*  
[dpolidorio@sabesp.com.br](mailto:dpolidorio@sabesp.com.br)  
11-2971-6307

