

## I-254 – AVALIAÇÃO DO PROCESSO COMPARATIVO ENTRE AS TÉCNICAS DE ANÁLISE DE FLUORETO NO SISTEMA DE ABASTECIMENTO DE ÁGUA EM CACHOEIRO DE ITAPEMIRIM

**Mirella da Silva Rocha<sup>(1)</sup>**

Bióloga pelo Centro Universitário São Camilo - ES. Pós Graduada em Ciências Biológicas pela Faculdade Integrada de Jacarepaguá - RJ. Química pela Universidade Metropolitana de Santos - SP. Supervisora de Laboratórios da Foz - Unidade Cachoeiro.

**Bruna Reis Bonadiman<sup>(2)</sup>**

Bióloga pelo Centro Universitário São Camilo - ES. Pós Graduada em Educação Ambiental pela Faculdade São Francisco - ES. Pós Graduada em Informática da Educação pelo Instituto Federal do ES. Técnica de Laboratório da Foz - Unidade Cachoeiro.

**Paolla Cipriano<sup>(3)</sup>**

Bióloga pelo Centro Universitário São Camilo - ES. Pós Graduada em MBA - Gestão Ambiental pelo Centro Universitário São Camilo - ES. Técnica em Radiologia pelo Centro Técnico APOGEU - ES. Técnica de Laboratório da Foz - Unidade Cachoeiro.

**Renata Samuel Batista<sup>(4)</sup>**

Bióloga pelo Centro São Camilo - ES. Especialista em Microbiologia pela PUC - Coração Eucarístico - MG. Estudante do 7º Período de Engenharia Química pela Faculdade Pitágoras-ES. Coordenadora de Operações da Foz Unidade Cachoeiro.

**Endereço<sup>(1)</sup>:** Praça Alvim Silveira, 01 - Ilha da Luz - Cachoeiro de Itapemirim - Espírito Santo - ES - CEP: 29309-801 - Brasil - Tel: (28) 21013369 - e-mail: [msrocha@foz.com.br](mailto:msrocha@foz.com.br)

### RESUMO

A qualidade das águas é fixada pela presença de substâncias e compostos químicos, em determinados intervalos, sendo regulada pela Portaria 2914/11 do Ministério da Saúde, que entre outros itens trata do padrão de aceitação da água para consumo humano. A comparação entre técnicas analíticas se faz importante, pois determina qual o grau de confiabilidade analítica do método. Este trabalho teve por finalidade estudar e analisar as duas técnicas instrumentais, colorimetria, pelo método SPADNS e íon seletivo e obter através de comparações aquela de maior precisão e exatidão e que atendam aos limites considerados aceitáveis pelo Ministério da Saúde. Analisamos o teor dos compostos que são preparados os reagentes e começamos a preparar os reagentes no Laboratório de Controle de Qualidade da Foz de Cachoeiro, visando maior sustentabilidade e utilização de um reagente mais biodegradável ao meio ambiente, gerando redução no orçamento de material laboratorial. O método por íon seletivo apresentou-se mais confiável para análise de fluoreto na água do Município de Cachoeiro de Itapemirim.

**PALAVRAS-CHAVE:** SPANDS, Íon Seletivo e Laboratório de Controle de Qualidade.

### INTRODUÇÃO

Buscando minimizar impactos ambientais e a garantia de uma leitura de flúor mais precisa, iniciou-se a utilização de uma nova metodologia para a verificação de fluoreto na água tratada do município de Cachoeiro de Itapemirim.

Essa nova metodologia é pela técnica eletrométrica, descrita por Frant e Ross (1996), baseada na medida direta dos íons fluoretos livres. Um eletrodo combinado seletivo para flúor é utilizado em conjunção com o medidor de atividade iônica. O elemento chave do eletrodo é uma membrana de cristal que separa uma solução interna de fluoreto da água na qual se submerge o eletrodo como resultado das diferentes concentrações de fluoreto ocorre uma diferença de potencial em “volts” por meio da membrana. Para que as soluções-padrão e as amostras sejam de forças iônicas comparáveis, é adicionado às soluções um tampão ajustador de força iônica o TISAB III, evitando a reação deste com o íon fluoreto.

Toda a equipe foi treinada nesta nova técnica, após uma comparação de valores de flúor entre uma técnica e outra e também através da verificação das fichas de segurança (FISQP).

A técnica eletrométrica possui uma maior faixa analítica, e é lida através de um eletrodo sensível, indo de 0,1 a 10 mg/L comparada com o método colorimétrico e também uma variabilidade de resultados menor quando comparada à mesma técnica. O tampão TISAB III utilizado na técnica eletrométrica é menos corrosivo que a técnica do SPADNS.

Durante os estudos de troca de metodologia para verificação de fluoreto nas análises de água do sistema de abastecimento do município de Cachoeiro de Itapemirim, verificou-se um aumento nos custos com material laboratorial para a compra do reagente TISAB III. A relação custo-benefício para a compra deste reagente era inversamente proporcional. Assim, para continuarmos mantendo o padrão de qualidade no tratamento de água, manter a redução nos impactos ambientais e ainda manter o baixo custo como na técnica do SPADNS no intuito de reduzir orçamento da empresa, o laboratório de controle de qualidade da água começou através de estudos a preparar o reagente TISAB III.

### **OBJETIVO GERAL:**

Comparar as duas técnicas instrumentais, a colorimetria e a eletrometria (íon seletivo) utilizados para análise de fluoreto, para assim obter resultados significativos no manuseio quanto à eficiência, economia, ausência de riscos, entre outros.

### **OBJETIVO ESPECÍFICO:**

- Identificar uma metodologia que garanta uma leitura de flúor mais precisa e exata;
- Gerar redução no orçamento de material laboratorial, proporcionando economia para a empresa;
- Prevenir problemas relacionados à Saúde e Segurança do Trabalhador quanto ao manuseio dos reagentes;
- Buscar um reagente biodegradável ao meio ambiente, para evitar impactos ambientais;
- Preparar o reagente TISAB III no Laboratório de Controle de Qualidade da Foz de Cachoeiro, para redução de custo;

### **MATERIAIS E MÉTODOS**

O método colorimétrico SPADNS é baseado na reação entre fluoreto e uma laca do corante zircônio. O fluoreto reage com a laca de corante, dissociando uma parte em um complexo aniônico incolor ( $ZrF_6^-$ ) e no próprio corante. À medida que os fluoretos forem sendo consumidos, a cor produzida torna-se progressivamente mais clara.

A velocidade da reação entre íons fluoreto e zircônio é fortemente influenciada pela acidez da mistura reativa. Se a proporção do ácido no reagente for grande, a reação pode ser quase instantânea. Sob estas condições, entretanto, o efeito dos vários íons difere daquele nos métodos convencionais da alizarina. A seleção do corante para esta análise rápida de fluoreto é fortemente governada pela tolerância resultante a estes íons.

#### **Método colorimétrico:**

Para análise de fluoreto utilizando o método colorimétrico, utiliza-se o reagente SPADNS, que é uma solução preparada no laboratório de Controle de Qualidade da Foz de Cachoeiro. Primeiro passo para preparação da solução SPADNS é pesar 0,958g de SPADNS (sódio 2- parassulfonilazo-1,8 dihidroxi 3,6 naftaleno dissulfonato) e dissolver em água destilada e dilua a 500mL. Dissolva 0,133g de cloreto de zirconila octahidratado,  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ , em cerca de 25 mL de água destilada. Dissolva 0,8g de Arsenito de Sódio. Adicione 350 mL de HCl conc. e dilua a 500 mL com água destilada. Misture volumes iguais de solução de SPADNS e de reagente zircônio-ácido. Esta solução é estável por 3 meses se protegida da luz solar direta.

O procedimento realizado para análise de fluoreto das amostras de água é feito da seguinte forma: Usando pipeta volumétrica, pipete 10 mL da amostra em uma cubeta e 10 mL de água destilada em outra cubeta (esta será o branco). Adicione, usando pipeta volumétrica, 2 mL do reagente SPADNS em cada cubeta. Tampe e

misture. Espere 1 minuto. Coloque a cubeta com reagente água destilada (branco) no colorímetro e feche a tampa. Pressione a tecla ZERO. Depois de 2 segundos, o display mostrará: 0,0. Coloque a cubeta com reagente amostra no colorímetro e feche a tampa. Pressione READ. Depois de 2 segundos, o display mostrará a concentração de fluoreto em mg/l. Exemplo: 0,9, significa 0,9 mg/l como fluoreto ( F-).

#### **Método Eletrométrico (Íon Seletivo):**

Para utilizar esse método na análise de fluoreto, usa-se ao reagente TISAB III, que antes era comprado, mas agora é preparado no mesmo laboratório. Segue a preparação dessa solução: Pese em balança analítica 400 g de acetato de amônio e dissolva em um béquer de 1L contendo 300 ml de água ultra pura. Pese 100 g de citrato trissódico dihidratado e adicione ao béquer contendo a solução de acetato de amônio. Dissolva. Com auxílio de uma proveta de 250 ml, acrescente 150 ml de ácido clorídrico concentrado ao béquer contendo a solução de acetato de amônio e citrato de sódio. Confere se o pH da solução está na faixa de 5,0 a 5,5. Se estiver nesta condição, transfira para balão volumétrico de 1000 ml e complete o volume com água pura.

O processo de análise das amostras de água é realizado da forma a seguir: Em um béquer de 150 mL, adicionar 50 mL da amostra e 5 mL da solução TISAB III. Colocar uma barra magnética dentro do béquer e colocar o béquer em um agitador magnético. Fazer a leitura da amostra com o eletrodo em agitação.

Antes da análise das amostras o íon seletivo é calibrado e verificado a calibração utilizando a Solução padrão de fluoretos de concentração 1 mg/L, Solução padrão de fluoretos de concentração 0,1 mg/L e a Solução padrão de fluoretos de concentração 0,7 mg/L, que também são preparadas no laboratório de Controle de Qualidade da Foz. A calibração é feita da mesma forma que o procedimento realizado para análise das amostras de água, adicionar 50 mL da solução Padrão de 1,00 mg/L e 5 mL da solução TISAB III num béquer de 150 mL.

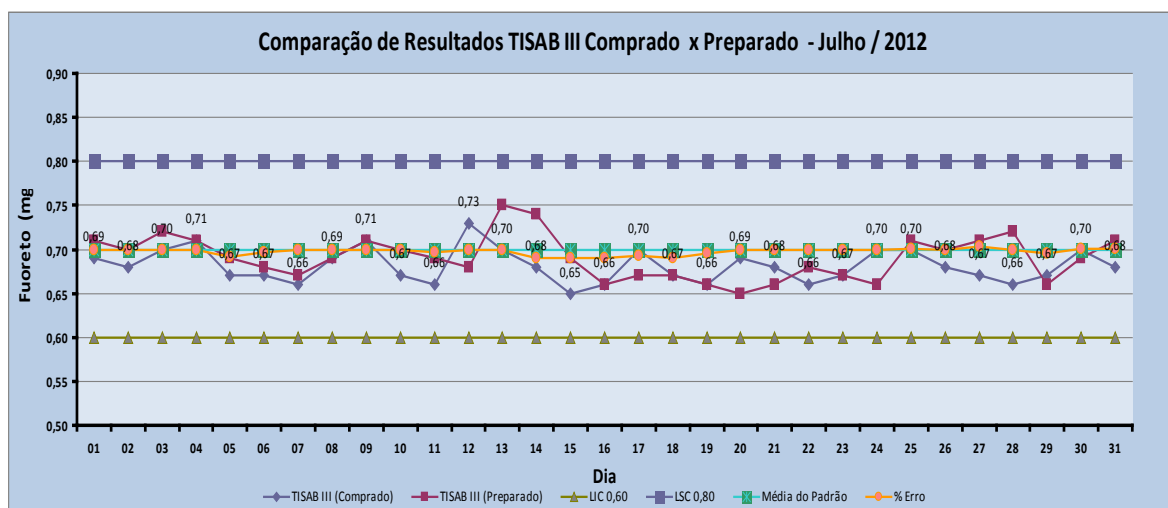
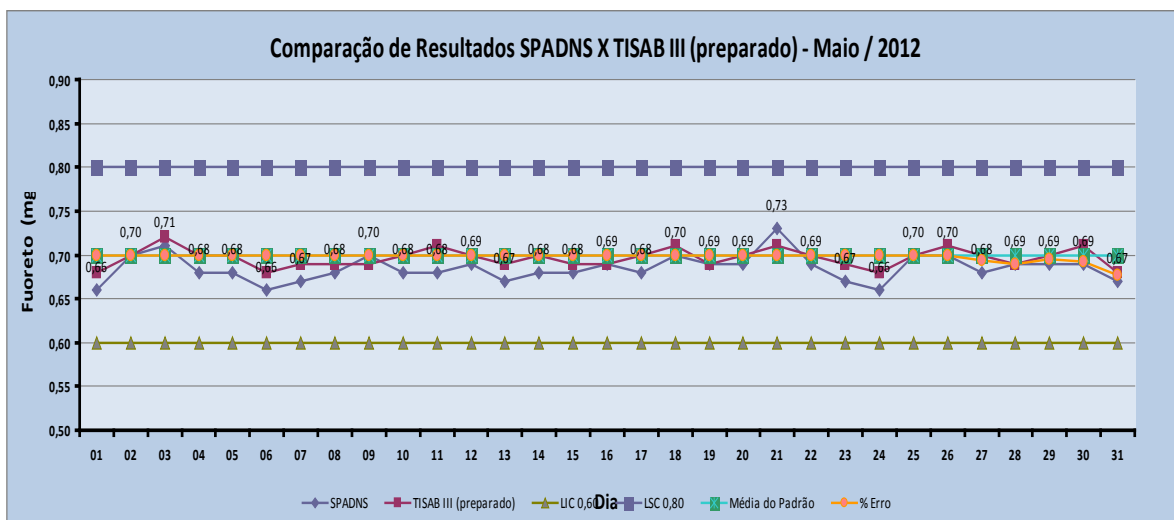
Foi adquirido um equipamento de íon seletivo da Hach – 4 Star, eletrodo de flúor, chapa agitadora, barras magnéticas e frascos de reagente TISAB III – Orion para análises no método eletrométrico.

Equipamentos	Quantidade / Mês
Íon Seletivo	1 un
Chapa Agitadora	1 un
Barras Magnéticas	4 un
Reagente TISAB III	3 L
Citrato de Sódio	500 g
Acetato de Amônia	500 g
Ácido Acético	1 L

## **RESULTADOS**

Ao compararmos a eficiência de um equipamento para o outro, realizamos vários testes e analisamos vários aspectos, desde uma leitura mais precisa custo e tempo na preparação de reagentes, riscos quanto à saúde do trabalhador e ao meio ambiente, entre outros.

Referente aos resultados após leitura utilizando o padrão de fluoretos 0,70 mg/L, segue abaixo o gráfico com a comparação dos resultados com os reagentes SPADNS e TISAB III (preparado):



O método do eletrodo íon seletivo possui uma maior faixa analítica (0,1 a 10 mg/L) quando comparado com método colorimétrico ou de SPADNS, cuja faixa analítica varia de 0 (zero) a 1,4 mg/L.

Verificamos também que a toxicidade do reagente SPADNS contém uma quantidade de ácido bem elevado comparado com o TISAB III (preparado e comprado), é altamente corrosivo, sendo a concentração de ácidos no SPADNS com 35%, já no TISAB III preparado com 15%.

Vejamos a tabela abaixo os produtos químicos que utiliza-se para preparar o reagente SPADNS e TISAB III e seus riscos a saúde e ao meio ambiente:

<b>Reagente SPADNS</b>	
<b>Perigos mais Importantes</b>	
<b>ÁCIDO CLORÍDRICO</b>	O ácido Clorídrico pode causar queimaduras severas e possível perda de visão. Seu vapor é extremamente irritante. Polui rios alterando o pH da água, a flora atingida pelo ácido ou seus fumos, solo atingido pelo ácido pois ataca os minerais do solo, ar através de seus fumos e prejudica a fauna que tiver contato com o ácido e seus fumo.
<b>SPADNS PA</b>	Não é perigoso
<b>META ARSENITO DE SÓDIO</b>	Tóxico se ingerido. Tóxico se inalado. Pode causar câncer. Muito tóxico para a vida aquática, com efeitos prolongados.
<b>OXICLORETRO DE ZIRCONIO OCTA- HIDRATADO</b>	Toxidade a vida aquática. Causa queimaduras severas na pele, danos nos olhos e mutagenicidade.
<b>REAGENTE TISAB III</b>	
<b>Perigos mais Importantes</b>	
<b>ÁCIDO CLORÍDRICO</b>	O ácido Clorídrico pode causar queimaduras severas e possível perda de visão. Seu vapor é extremamente irritante. Polui rios alterando o pH da água, a flora atingida pelo ácido ou seus fumos, solo atingido pelo ácido pois ataca os minerais do solo, ar através de seus fumos e prejudica a fauna que tiver contato com o ácido e seus fumos.
<b>ACETATO DE AMONIO</b>	Substância não considerada perigosa de acordo com GHS
<b>CITRATO TRISSÓDICO DIHIDRATADO</b>	Substância não considerada perigosa de acordo com GHS.

Os resultados com a metodologia eletrométrica foram muito satisfatórios, porém nos deparamos com o aumento no custo, o reagente TISAB III (comprado) tem custo mais elevado que o SPADNS.

A compra do TISAB III pesava muito no orçamento, portanto era necessário reduzir estes custos, precisávamos usar um reagente menos agressivo ao meio ambiente e também com um custo menor. Então iniciou-se a pesquisa para a preparação do reagente TISAB III em nosso laboratório. Realizamos vários testes com o reagente preparado em nosso laboratório e todos os resultados foram satisfatórios e o custo foi reduzido no valor de R\$ 3.000,00 (TISAB III comprado) para R\$ 866,88 (TISAB III preparado), resultando numa redução de 71,10%.

Outro ponto positivo com a troca de metodologia foi à redução no tempo da preparação do reagente, o TISAB III exige menos tempo de trabalho para o técnico de laboratório gastando 40 minutos no preparo, diferente do SPADNS que dura 1 hora e 30 minutos.

## CONCLUSÕES

Ao comparar a metodologia eletrométrica em paralelo com colorimétrica, após vários testes através de análises com o padrão de fluoretos 0,70 mg/L, pode-se compreender que o método eletrométrico onde se utiliza o íon seletivo é mais eficiente, obtendo resultados mais precisos, possuindo também uma maior faixa analítica; os reagentes utilizados são isentos de toxicidade e baixíssima acidez, se tornando assim não prejudicial ao ser humano e ao meio ambiente; além da diminuição significativa no custo e no tempo da preparação dos reagentes.

Sendo assim, adotou-se o método eletrométrico, pelo reagente TISAB III preparado, para análise de fluoreto das amostras de água da Estação de Tratamento de água – Foz de Cachoeiro de Itapemirim – ES. Por fim, trouxe benefícios para a empresa, para o técnico de laboratório e para o meio ambiente, pois é um reagente biodegradável gerando para as empresas um menor impacto nos indicadores e contribuindo para a sustentabilidade e exatidão nas análises.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. EATON, Andrew D., et al. Standard Methods for Examination of Water and Wastewater, 21ª Edição, 2005.
2. MOTTER, Juliana. Avaliação do processo de heterocontrole da fluoretação da água de abastecimento em Curitiba – PR. Curitiba, 2009.