



a xylem brand

Eng<sup>o</sup> Erik Mira

Especialista de Aplicações Tecnológicas

*marTE*

*científica*

# Optical Reagent-Free Measurement

DQO, Nitrato e Nitrito com photoLab<sup>®</sup> 7600 UV-VIS

PROCEDIMENTO WTW ON-LINE ADAPTADO PARA O LABORATÓRIO



# Um por Todos e Todos em Um

## photoLab® 7000 Series:

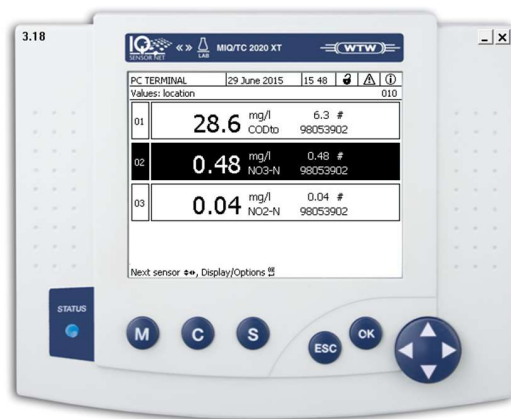
- **Análises de rotina:**  
Testes pré-programados para parâmetros padrões
- **Análises Espectrais - OptRF**  
Análises ópticas livres de reagentes (**Optical Reagent-Free**) no range UV-VIS para DQO, Nitrato, Nitrito
- **Procedimentos com múltiplos comprimentos de ondas**  
ex. Determinação de clorofila em água  
kits enzimáticos, cor para qualidade de vinho
- **Medição abrangente de cores, baseado na Norma CIE**



# Monitoramento Online em ETE's

## Monitoramento Online com IQ SENSORNET

- Testes Espectrais para DQO,  $\text{NO}_3$  e  $\text{NO}_2$ : CarboVis, NitraVis, NiCaVis...
- Na Entrada e Saída do Sistema de Aeração



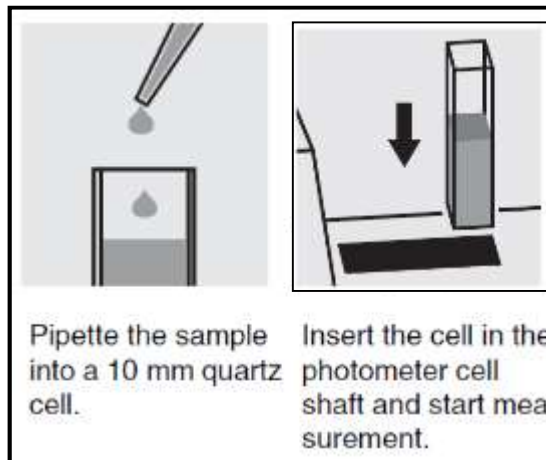
# Procedimentos de processo pioneiros, transferidos para análises laboratoriais!

## Monitoramento *OptRF (Optical Reagent-Free)*

para **Saídas** de plantas de tratamento de esgoto municipais, e muitas outras aplicações em águas superficiais

### DQO, NO<sub>3</sub>, NO<sub>2</sub> - Apenas analisar!

Select method (all)	16.01.15 9:52
Search: <input type="text"/>	
<b>3001 CODt_H_Outlet_10</b>	<b>COD 0.0 - 75.0 mg/l</b>
3002 CODs_H_Outlet_10	COD 0.0 - 75.0 mg/l
3003 NO3_H_Outlet_10	NO <sub>3</sub> -N 0.0 - 3.0 mg/l
3004 NO2_H_Outlet_10	NO <sub>2</sub> -N 0.00 - 4.00 mg/l
Last used	

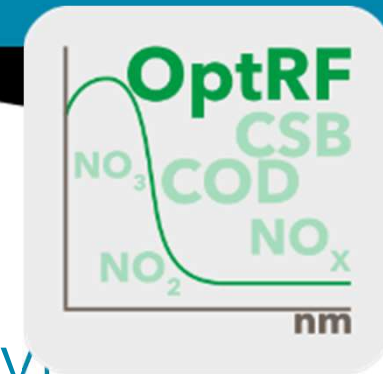


OptRF measurement	16.01.15 9:52
[ZERO 16.01.15 9:51]	
[MQ 1]	
<b>2.3</b> mg/l	
Raw value: #2.0 mg/l	
3003:NO3_H_Outlet	NO <sub>3</sub> -N
10 mm	0.0 - 3.0 mg/l
Setup	Method list Citation form



# OptRF – O Princípio

- Absorbância direta do  $\text{NO}_3$  e  $\text{NO}_2$  no UV
- **DQO = somatório das absorbâncias** dependendo do ajuste da Matriz
- Pipete a amostra em cubetas de 10 mm de **quartzo** (UV)
- Varredura Espectral entre 200-390 nm
- Avaliação do espectro baseado em referências das matrizes, ajustadas por amostras reais da planta de tratamento
- Valor instantâneo mostrado no display do photoLab 7600



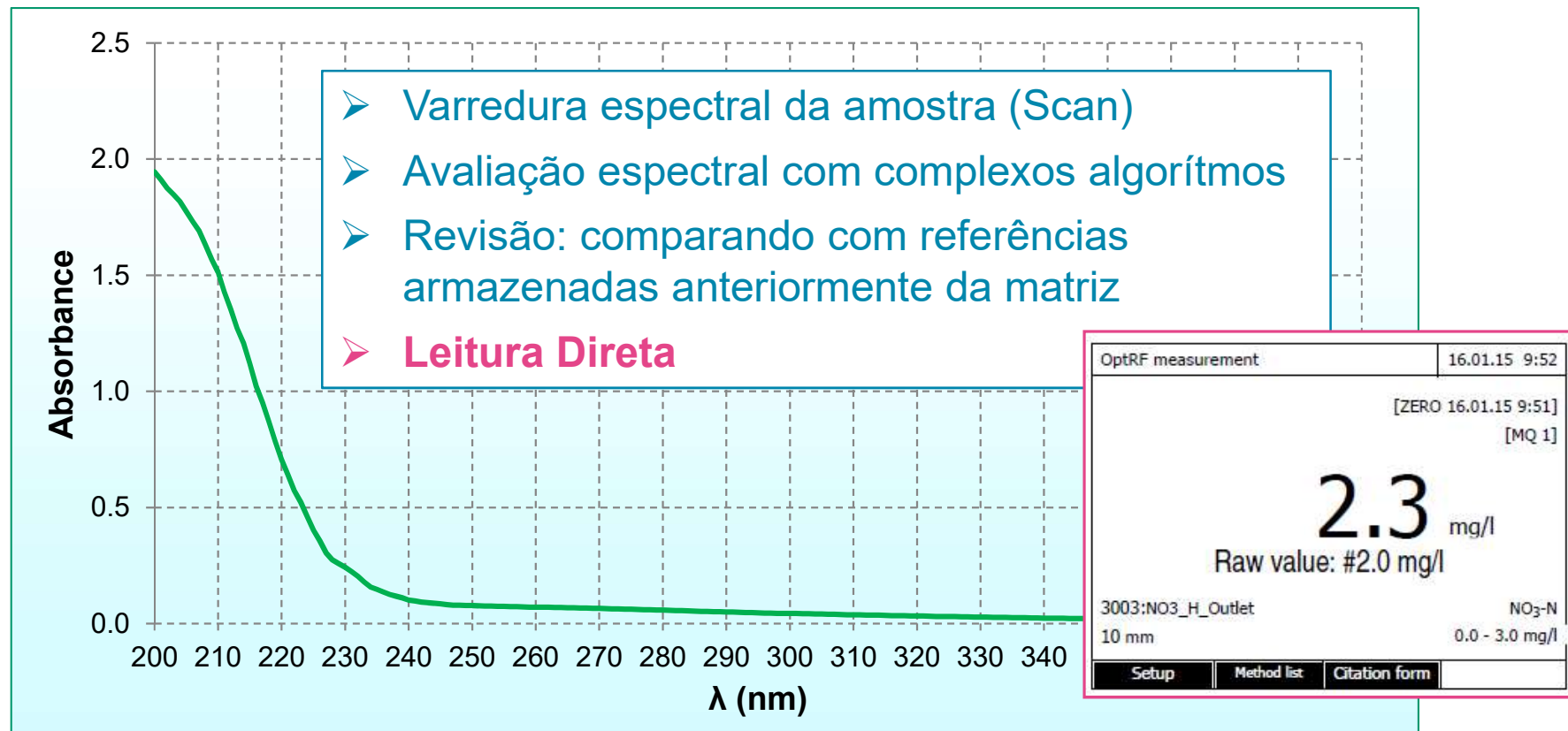
## Metodologias Atuais para saída de plantas de ETE's!

**Não** aplicável para a maioria dos esgostos industriais que contenham outras fontes de carbono (açúcar/álcool...) absorvíveis no range UV!

Sem métodos para entrada de sistemas disponíveis no momento, devido a interferentes no espectro obtido.

# OptRF – Baseado em medidas espectrais

Da varredura espectral para um resultado instantâneo:



## Análises *Optical Reagent-Free*

### Benefícios:

- ✓ Mais rápido do que qualquer digestão (Método Padrão DQO: 2 hrs)
- ✓ Custo zero, sem a necessidade de uso de químicos
- ✓ Redução de todos os demais custos
- ✓ Check do range requerido
- ✓ Ambientalmente correto, sem o uso de Dicromato, Hg...
- ✓ Não perigoso, não carcinogênico

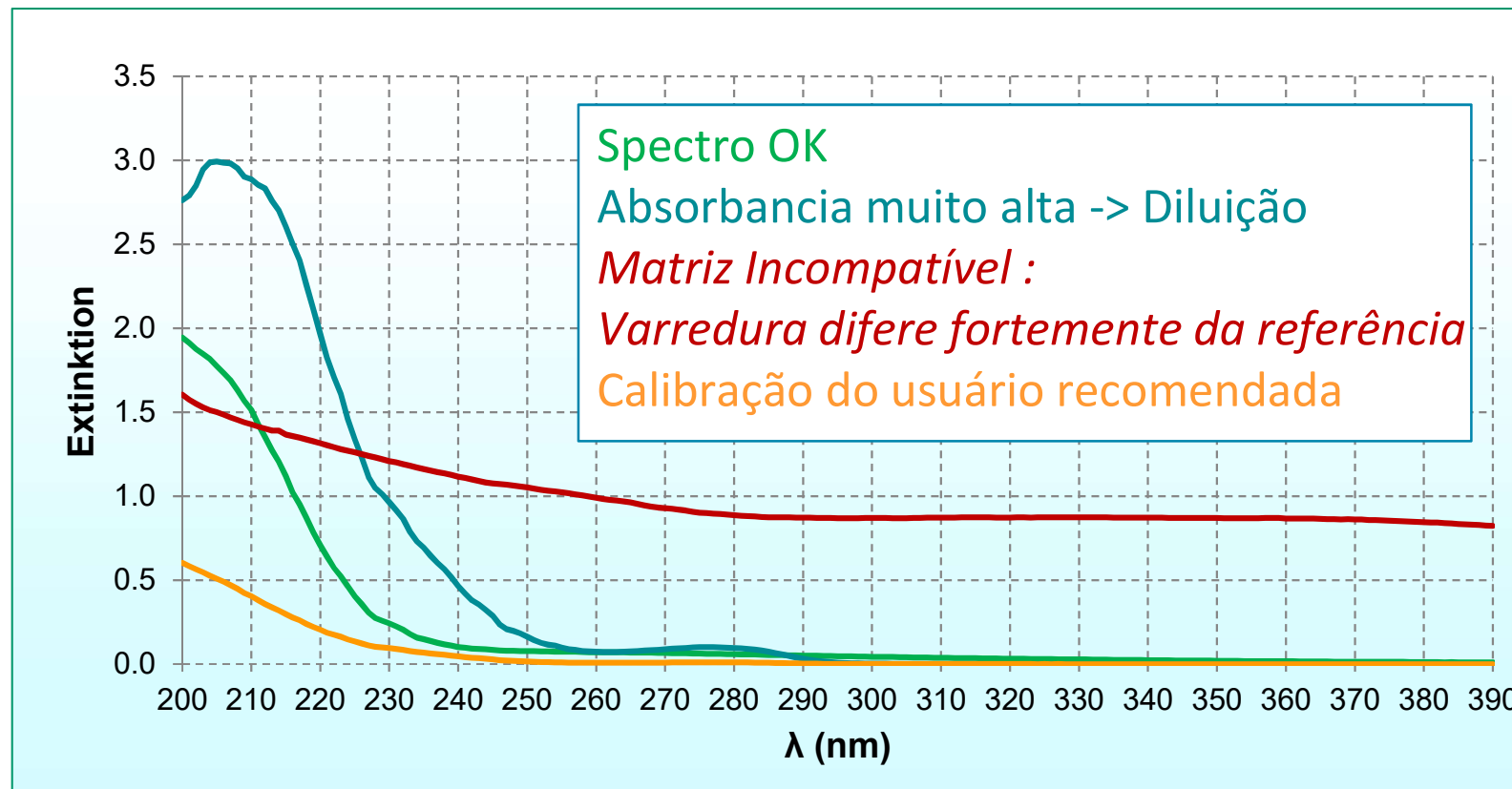




# OptRF com orientação do Espectro obtido

Nenhum efluente é igual = variação de matriz!

Avaliação de antecedentes e revisão qualitativa de espectros



# OptRF – Calibração do usuário

**Customização para uma planta de tratamento de esgoto:**  
Ajuste de características via **valor bruto** & pares do valor de referência

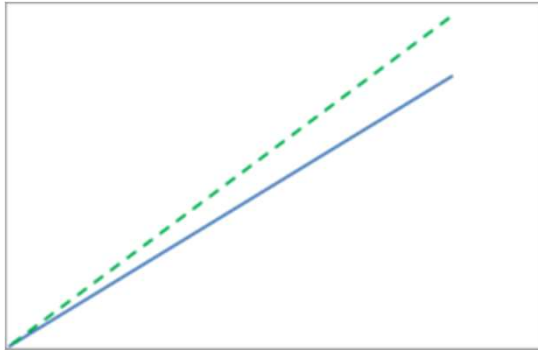
User calibration		16.01.15 9:52
Value pair 1	Raw value 0.00 #mg/l	Reference value 0.00 #mg/l
Value pair 2	5.00 #mg/l	6.00 #mg/l
Reset all		
3007: CODt_Outlet_		
Back	Reset entry	Apply

Amostra medida diretamente (OptRF)  
Valores brutos negativos deve ser inserido negativamente!

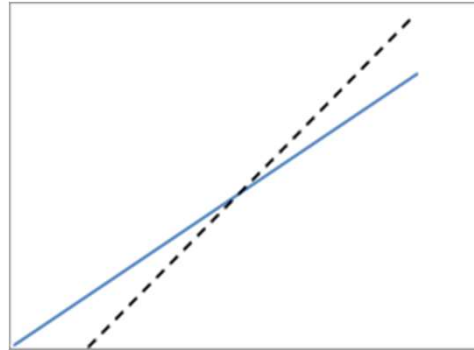
Determinação de concentração com kits de teste ou métodos padrão

# OptRF – Calibração do usuário

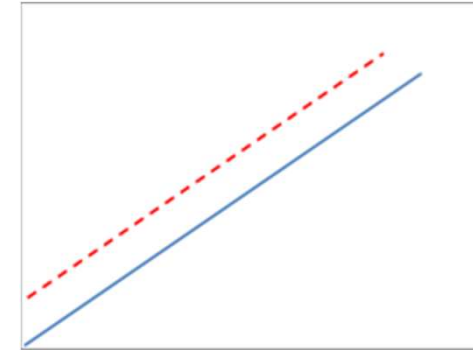
Ajuste de características através de valores de referência :



Calibração de 1 ponto  
mudando o segundo par no  
final da faixa de medição :  
**Correção de Slope**



Calibração de 2 pontos  
mudando ambos os pares  
de variáveis :  
**Correção de Slope**



Calibração de 2 pontos,  
mudança de ambos os  
pares de variáveis :  
**Correção de Offset**

- Medições periódicas de referência: por exemplo variações sazonais de  $\text{NO}_3$  => otimização sazonal

# OptRF – Otimização com Calibração do Usuário

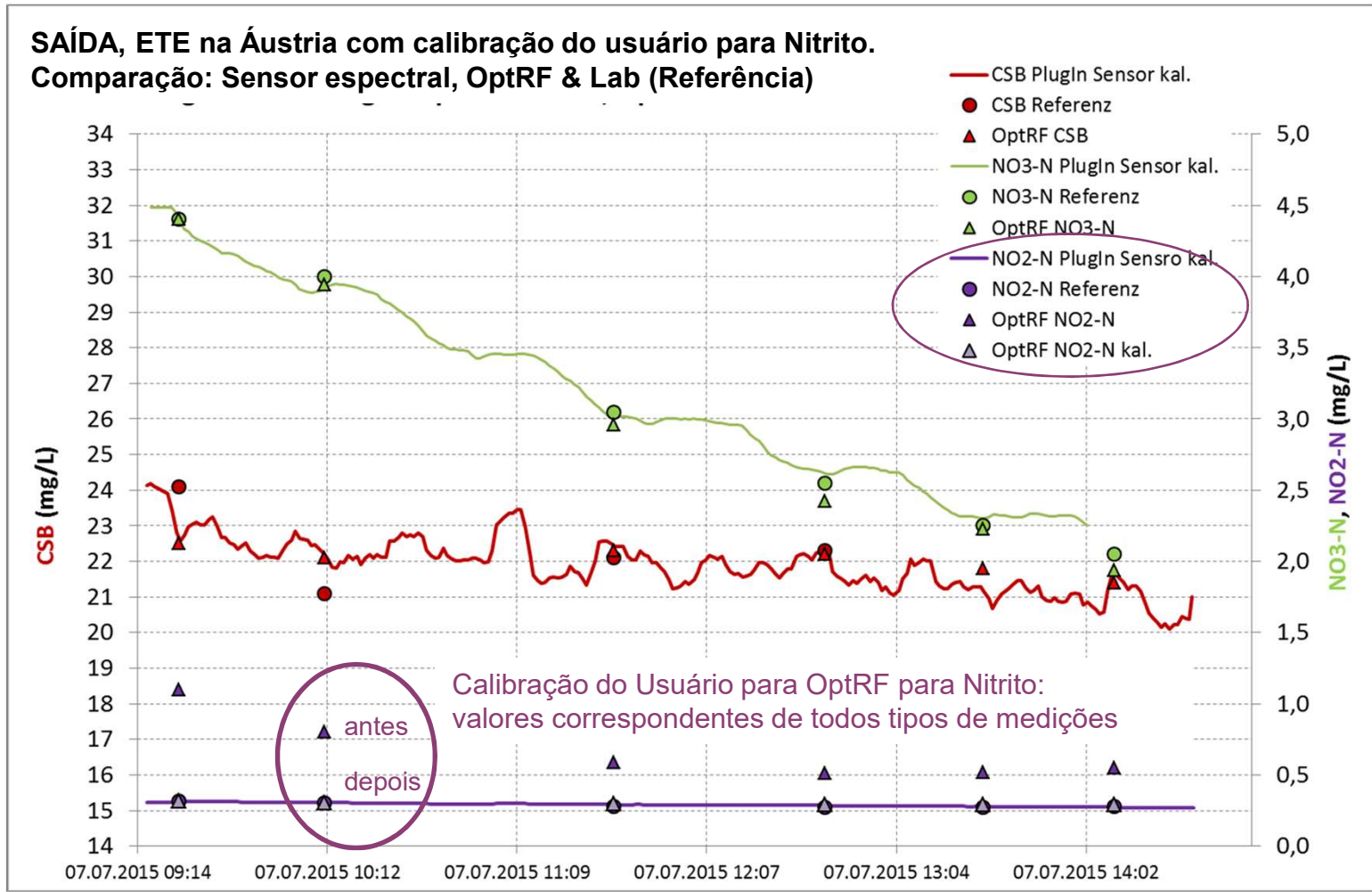
## Otimização das leituras OptRF:

- Otimização aumenta a precisão
- Inicie uma lista de comparação com valores de referência, aqui uma amostra de  $DQO_{total}$

Amostragem		OptRF valor bruto [#]	Valor de Referência (Test kits)
Data	Hora	$DQO_{total}$ (mg/L)	$COD_{total}$ (mg/L)
03.04.2015	07:30	23,5	26
03.04.2015	09:15	28	32
05.04.2015	16:30	13,5	15
06.04.2015	14:20	19	23
...			

- Importante: atribuição correta do valor bruto + referência para pares de valores
- 2 pontos de calibração otimizando ambientes dinâmicos

# Comparação do OptRF, sensores WTW e test kits

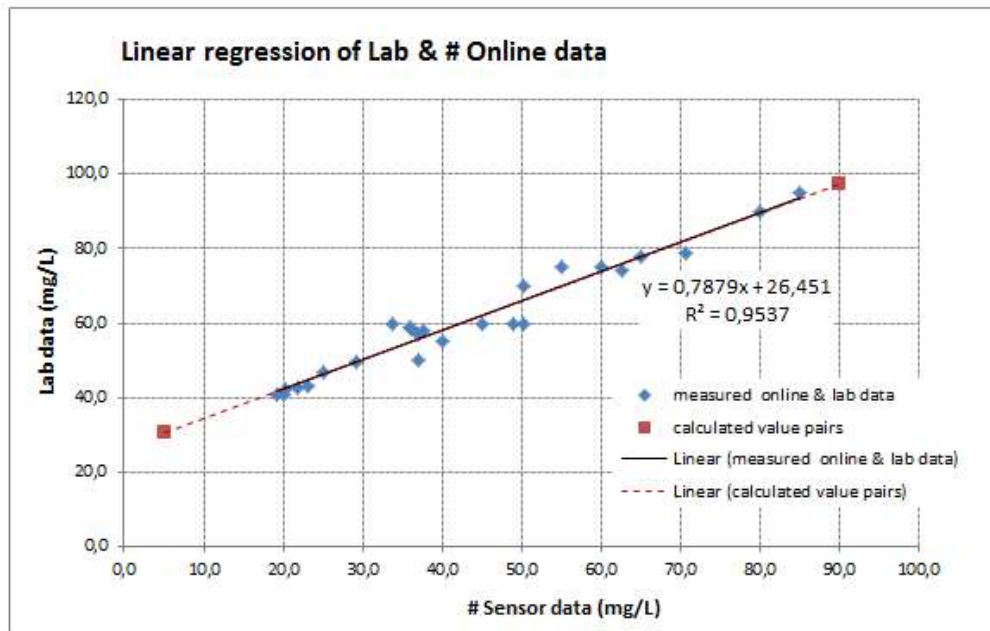




# OptRF –Calibração do Usuário – Múltiplos valores

Para melhor otimização, especialmente em caso de altas variações

Os pares de valores são inseridos em uma planilha para cálculo da regressão linear dos dados obtidos => cálculo automático do slope e cálculo dos pares de valores „ideais“



enter Date and Time	enter measured # Sensor data mg/L	enter measured Lab data mg/l	corrected Sensor data calculated with slope & off-set from linear regression mg/L
27.01.2014 09:00	70,8	79,0	82,2
28.01.2014 09:15	50,3	60,0	66,1
29.01.2014 09:30	37,6	58,0	56,1
30.01.2014 09:45	37,1	57,0	55,7
31.01.2014 10:00	50,3	70,0	66,1
01.02.2014 10:15	62,7	74,0	75,9
02.02.2014 10:30	33,7	60,0	58,0
03.02.2014 10:45	35,9	59,0	54,7
04.02.2014 11:00	36,2	58,5	55,0
05.02.2014 11:15	29,2	49,5	49,5
06.02.2014 11:30	23,2	43,0	44,7
07.02.2014 11:45	21,8	42,5	43,6
08.02.2014 12:00	20,2	42,0	42,4
09.02.2014 12:15	20,0	41,0	42,2
10.02.2014 12:30	19,3	41,0	41,7
11.02.2014 12:45	25,0	47,0	46,1
12.02.2014 13:00	55,0	75,0	69,8
13.02.2014 13:15	60,0	75,0	73,7
14.02.2014 13:30	80,0	90,0	89,5
15.02.2014 13:45	85,0	95,0	93,4
16.02.2014 14:00	65,0	78,0	77,7
17.02.2014 14:15	45,0	60,0	61,9
18.02.2014 14:30	40,0	55,0	58,0
19.02.2014 14:45	37,0	50,0	55,6
20.02.2014 15:00	49,0	60,0	65,1
min values	19,3	41,0	
max values	85,0	95,0	

Calculation of value pairs for local COD Sensor Calibration		
	# Sensor data mg/L	calculated Lab data reference value calculated with slope & off-set from linear regression mg/L
value pair 1	5	30
Value pair 2	90	97

enter values only in green cells

do not change red cells

# OptRF - Procedimentos

## Ranges

Foram baseados em soluções padrões

Para amostras reais, são dependentes da matriz

DQO 2.0 - 75.0 mg/l

NO<sub>2</sub>-N 0.1 - 4.00 mg/l dependente em absoluto conc. NO<sub>3</sub>/NO<sub>2</sub>

NO<sub>3</sub>-N 0.1 - 3.00 mg/l

## Diluição

O comportamento de absorção dos parâmetros e algoritmos são diferentes:

Para medir todos os parâmetros em uma amostra, pode ser necessário diluir com diferentes fatores de diluição por parâmetro: Isso muda a matriz =>

**Diluição o baixa quanto possível, tanto quanto necessário!**

## OptRF em águas superficiais

Dependendo do ambiente e da matriz, o mais frequentemente adequado:

Recomenda-se a verificação com kits para Controle de Qualidade,

especialmente quando há variações altas; como eventos de chuva forte, etc .:

método DQOs (dissolvido)

# Alta Conveniência

NOVO



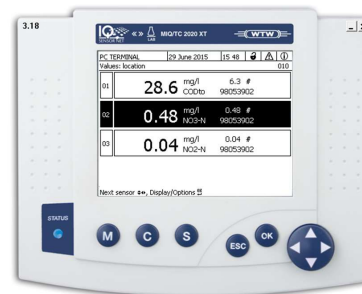
**marTE**  
científica

## OptRF – uso mais confortável na rotina diária

- ✓ Perfis de calibrações do usuário para vários locais: Unidades de tratamento
- ✓ ID para cada calibração do usuário atual
- ✓ Perfil ativo exibido e impresso com ID e nome
- ✓ Seleção das calibrações confortavelmente via tecla F1
- ✓ A configuração de diluição pode ser mantida por várias séries de medições

# OptRF - Aplicações

- Documentação rápida + custo zero para sistema Qualidade (AQA)
- „Check“ rápido para anormalidades
- Investigação rápida para otimizar o range de um kit
- Custo-zero para testes de amostras de retenção
- Testes locais
- Conectividade com WTW-Online via IQ LabLink-procedimento para rápidas referências online



# Mobilidade – OptRF vai além....

## Atendimento ao cliente e Análises em Campo

- Baixo peso, apenas 4,5 kg
- Fonte de energia via carregador de bateria veicular
- Cabos padrões para carregadores veiculares
- Uso no Campo : Local protegido do clima ou no laboratório do cliente
- Opcional: *field case* para transporte



**Ideal para serviço e administração de várias plantas e sites!**



# Análise de rotina de parâmetros padrões

## Parâmetros padrões

Com kits DQO,  $\text{NO}_3$ ,  $\text{NO}_2$ ,  $\text{NH}_4$ ,...

(Já beneficiado devido aos pequenos volumes de reagentes)

## Falhas e desvios padrão :

- Amostragem
- Preparação de amostras e operação  
Pipetagem, frascos, melhores intervalos de medição....
- Limitação do procedimento analítico  
(precisão DQO aprox.  $\pm 10-15\%$ , ex. 0,1 ml volume para DQO acima de 50.000 mg/L)
- Manipulação de resultados - BPL:  
Dupla, tripla determinações requeridas  
padrões de qualidades => SGQ



=> As tolerâncias são fator de qualquer procedimento de medição!

# Análises de rotina comprovadas com kits

## Código de Barras para cubetas cilíndricas e retangulares

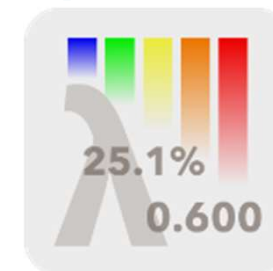
- **Vantagem de testes em cubetas: Muito rápido - conveniente**
  - Reagentes com lote certificado
  - Seleção de método com todas as configurações, sem falhas
- **Vantagem de kits com reagentes: Rápido – econômico**
- Também suportado com Código de barras = seleção de métodos automática
- Oferecendo muita qualidade certificada através de documentações



## Reconhecimento automático do tamanho das cubetas - sem adaptadores

Cubetas Cilíndricas e retangulares (10, 20, 50 e 16 mm)

- Seleção de faixa de medição automática: tamanho da cubeta correspondente ao intervalo selecionado



# photoLab® 7000 Series – Overview das Aplicações

- Aquicultura
- Laboratórios diversos
- Bebidas
- Viveiros de peixes
- Fazendas de camarão
- Alimentos
- Mineiraçãõ
- Petroquímico
- Farmacêutico
- Centro de pesquisas
- Prestadores de Serviços
- Universidades & escolas
- **Análises de água**
- Vinhos & Cervejas
- .....



*mar***te**  
científica

