


HISTÓRICO DAS REVISÕES

REV.	DATA	ALTERAÇÕES
00	14/09/2017	<input type="checkbox"/> Emissão Inicial.
01	08/12/2017	<input type="checkbox"/> Substituído da palavra localização por endereço da coleta.
02	28/06/2019	<input type="checkbox"/> Substituição do tempo recomendado para início da análise de 24 horas para 48 horas no parâmetro surfactantes; <input type="checkbox"/> Atualização da edição de referência do Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater; <input type="checkbox"/> Substituição da faixa de temperatura 4 ± 2 °C por ≤ 6 °C.
03	03/10/2019	<input type="checkbox"/> Inclusão da frase ao item de observações: "Manter os frascos posicionados na posição vertical para evitar vazamento de agentes preservantes".
04	25/06/2021	<input type="checkbox"/> Revisão periódica sem alterações.

ELABORAÇÃO	VERIFICAÇÃO	APROVAÇÃO
Katiúscia Rothmund Responsável pela unidade Data: 25/06/2021	Ezequiel Bavaresco Cremonese Supervisor Técnico Data: 28/06/2021	Paulo Theisen Coordenador Data: 29/06/2021

1 – INFORMAÇÕES IMPORTANTES

Realização da coleta	- Recomenda-se que a coleta das amostras seja realizada por profissional da Central Analítica. Caso o solicitante da análise opte por realizar a coleta, este deve apresentar os resultados dos parâmetros medidos em campo, a assinatura do profissional habilitado e responsável pela coleta (AFT).
Quantidade mínima de amostra	- De acordo com os itens a serem analisados. (verificar tabela 1)
Recipiente indicado para a coleta	- Recipiente contendo ou não agentes preservantes, fornecido pela Central Analítica (verificar tabela 1). - Caso o solicitante desejar utilizar recipiente próprio, deve-se ater ao uso de preservantes (verificar tabela 1),

	ITAG 2 – MANUAL DE COLETA DE EFLUENTES LÍQUIDOS PARA ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICAS	Página	2/7
		Revisão	04

- A quantidade de frascos varia de acordo com os itens a serem analisados (verificar tabela 1).

Obs. Agendar, com no mínimo 24 horas de antecedência, a retirada dos frascos.

Conservação da amostra no período entre a coleta e o início da análise	- Refrigeração (ex.: caixa de isopor com gelo), a uma temperatura de ≤ 6 °C.
--	---

A amostra não pode ser congelada.

Tempo máximo entre a coleta e a chegada da amostra no laboratório	- Entregar a amostra na Central Analítica imediatamente após a coleta. Caso não seja possível, verificar o tempo de estocagem de acordo com os itens a serem analisados (considerar sempre o menor prazo e sempre utilizar refrigeração) (verificar tabela 1).
---	--


Locais possíveis de encaminhamento da amostra para a Central Analítica	- Somente na Central Analítica - UNISC – Campus de Santa Cruz do Sul (Bloco 11).
--	--

Data e horário para recebimento de amostras em geral na Central Analítica	- Segunda à sexta-feira , das 8 hs às 12hs e das 13hs 30min às 17h e 30 mim.
---	---

Prazo para emissão dos resultados (laudo analítico)	- Conforme tabela de preços vigente.
---	--------------------------------------

2 - SEGURANÇA DURANTE A COLETA

Objetivando evitar a exposição do cliente (coletor) à riscos relacionados à coleta de amostras, aconselha-se que a mesma, seja em rios, água para consumo, efluentes, etc., possa ser realizada por técnicos da Central Analítica - UNISC. Neste contexto, serão adotadas metodologias que garantam a qualidade do processo de coleta, preservação, acondicionamento e transporte das amostras, além de evitar a exposição do cliente aos agentes preservantes, (produtos químicos) necessários para a preservação da amostra. A situação recomendada, sob a ótica da qualidade analítica e de segurança, é realizar a adição dos agentes preservantes após a coleta das amostras. Neste contexto, é importante que a efetividade do agente químico, em relação à redução de pH, seja validada através do uso de equipamento analítico, logo, poderá existir a necessidade de adição de um maior volume do reagente. Isso em função das particularidades analíticas da amostra. Considerando os argumentos apresentados, tendo em vista a adição prévia dos agentes preservantes, ou seja, sem conhecer as variáveis relacionadas, pode-se gerar uma preservação não efetiva, a qual, neste contexto, pode influenciar significativamente na qualidade dos ensaios analíticos. Em relação à segurança, é recomendado que a adição dos

 CENTRAL ANALÍTICA	ITAG 2 – MANUAL DE COLETA DE EFLUENTES LÍQUIDOS PARA ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICAS	Página	3/7
		Revisão	04

preservantes seja feita na amostra e não a amostra seja acrescida no agente preservante. Isso para minimizar efeitos de volatilização.

Tendo ciência dos aspectos apresentados acima, caso o cliente opte em realizar o processo de coleta das amostras e demais procedimentos relacionados, o mesmo deve seguir rigorosamente as instruções deste manual. Neste sentido, reiterando que os frascos retirados na CA possuem em seu interior produtos químicos, tais como ácidos e bases, que por sua vez, podem, quando manipulados incorretamente, causar danos à saúde, deve-se, no momento da coleta das amostras, seguir todos os procedimentos abaixo descritos para evitar quaisquer problemas relacionados.

Logo, o coletor deverá utilizar luvas (borracha, nitrílica), óculos de proteção para os olhos, roupa de algodão e calçado de tecido não sintético, preferencialmente couro. A luva evitará o contato dos agentes preservantes e das amostras com as mãos. O óculos minimizará a chance destes agentes entrarem em contato com os olhos. Já a roupa de algodão e o calçado em couro minimizam a ação dos agentes químicos que eventualmente possam “respingar” e entrar em contato com o coletor durante o procedimento. Se durante a coleta ou outro momento, o agente preservante entornar (extravasar) do frasco e atingir qualquer parte do corpo (pele, etc.), remover a roupa caso tenha sido atingida, lavar imediatamente o local afetado com água corrente em abundância e procurar recurso médico imediatamente. Da mesma forma, se o produto entrar em contato com os olhos e/ou mucosas, lavar imediatamente o local afetado com água corrente em abundância e procurar recurso médico imediatamente. Técnicos da Central Analítica podem também ser contatados pelo fone (51) 3717-7500.

Se durante a coleta, em algum momento, o coletor sentir-se fora de suas condições normais (sentir náuseas, tonturas, etc.), parar imediatamente o procedimento de coleta da amostra e procurar orientações médicas.

Em caso de quebra do frasco, este deve ser recolhido e encaminhado para a Central Analítica. Neste processo deve-se utilizar luvas descartáveis para evitar o contato dos produtos químicos existentes em seu interior com a pele.


3 - PRESERVAÇÃO DAS AMOSTRAS

As técnicas de preservação (estabilização) das amostras são vitais para minimizar alterações das mesmas, preconizando a qualidade dos resultados analíticos.

As técnicas comumente recomendadas são apresentadas abaixo:

a) Refrigeração – Manter as amostras $\leq 6^{\circ}\text{C}$ preservará a maioria de características físicas, químicas e biológicas em curto prazo (< 24 horas) e é recomendado para todas as amostras entre coleta e entrega para o laboratório. O gelo pode ser rapidamente usado para resfriar amostras para $\leq 6^{\circ}\text{C}$ antes do transporte. As barras de gelo reutilizáveis são indicadas. O gelo não deve entrar em contato direto com os frascos das amostras.

b) Adição de agentes químicos – É o método de preservação mais conveniente, abrangendo grande variabilidade de parâmetros, pois oferece o maior grau de estabilização da amostra e por maior espaço de tempo. Para assegurar questões de segurança e qualidade dos resultados apresentados, aconselha-se que agente químico preservante seja adicionado após a coleta da amostra e que o pH da mesma esteja nas condições da tabela

	ITAG 2 – MANUAL DE COLETA DE EFLUENTES LÍQUIDOS PARA ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICAS	Página	4/7
		Revisão	04

abaixo, caso isso não seja possível, utiliza-se agentes preservantes na razão de 1% do total do frasco da amostra e ainda deverão ser respeitadas as especificações técnicas (pH, refrigeração, etc.) da tabela abaixo. Em caso de amostragem composta, adiciona-se 1% de agente preservante em consideração ao total de amostra a ser coletada. Ao término da coleta, as condições técnicas (pH, refrigeração, etc.) deverão ser validadas.

As duas técnicas de preservação apresentadas em alguns parâmetros são complementares.

Para coleta de amostra para análise de Oxigênio Dissolvido (Método de Winkler), deve-se ter os seguintes cuidados: - Quando for coletar a amostra no frasco específico, evitar que este forme bolhas;

- Adicionar os reagentes na seguinte ordem Sulfato Manganoso e Álcali Iodeto de Azida, tampar e dispor sob refrigeração.

4 - PROCEDIMENTOS DE COLETA

Para cada item de análise, utilizar um frasco (verificar tipo de análise no rótulo do frasco), conforme especificado na Tabela 1.

As amostras devem ser coletadas mergulhando-se o frasco de coleta, com a boca voltada contra a corrente do líquido a ser amostrado, o frasco deve ser preenchido totalmente com amostra a ser analisada, caso opte por realizar a preservação no local da coleta, deve-se adicionar o agente preservante específico para a análise solicitada (Tabela 1 abaixo), ajustando pH (conforme Tabela 1 abaixo) com auxílio de um potenciômetro.

Dependendo da situação pode-se levar a campo os frascos de análise já preservados com o agente preservante específico (Tabela 1), assim coletar a amostra inicialmente com um recipiente de transposição, feito de material quimicamente inerte (balde de polietileno ou equivalente), e então distribuir o material coletado nos frascos de coleta (que contém os preservantes).

Os frascos de amostragem devem estar identificados, acondicionados em caixa de isopor com gelo, a temperatura ideal (≤ 6 °C) e transportados ao laboratório acompanhados da planilha de coleta devidamente preenchida.

OBS: Caso especial – Amostragem para análise de oxigênio dissolvido pelo Método de Winkler

1) Encher o frasco completamente, colocar a tampa com cuidado, para não formar bolhas de ar.

Preservação da amostra:

2) Adicionar à amostra coletada, 2,0 mL de solução de sulfato de manganês (solução 1), tomando-se o cuidado de imergir a ponta da pipeta no líquido do frasco, a aproximadamente 2 cm acima do fundo, fechar bem o frasco, sem deixar bolhas de ar em seu interior, e agitar.


3) Adicionar 2,0 mL de Solução de Azida-sódica (solução 2), tomando-se o cuidado de imergir a ponta da pipeta no líquido do frasco, a aproximadamente 2 cm acima do fundo, fechar bem o frasco, sem deixar bolhas de ar em seu interior, e agitar. Deixar o precipitado decantar até, aproximadamente, a metade do volume do frasco e agitar novamente. Deixar decantar por um período mínimo de 30 minutos. (A amostra estará preservada por um prazo de análise de 4 a 8 horas (a temperatura ambiente).

Tabela 1. Relação de parâmetros e condições ideais de amostragem:

Análise	Embalagem*	Volume mínimo (mL)	Preservação	Tempo recomendado para início da análise
Alcalinidade	P ou V	200	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$)	24 horas
Cloretos	P ou V	200	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$)	28 dias
Cloro residual	P ou V	50	Analisar imediatamente	15 minutos
Condutividade	P ou V	50	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$)	28 dias
Cromo Hexavalente	P ou V	50	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$)	24 horas
DBO	P ou V	500	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$)	48 horas
DQO	P ou V	100	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$) e $\text{pH} < 2$ com H_2SO_4	7 dias
Dureza	P ou V	100	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$) e $\text{pH} < 2$ com HNO_3	6 meses
Fenol total	P ou V	500	Refrigeração (Temp $4 \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$) e $\text{pH} < 2$ com H_2SO_4	28 dias
Fosfatos	V	200	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$) e $\text{pH} < 2$ com H_2SO_4	48 horas
Fósforo total	V	200	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$) e $\text{pH} < 2$ com H_2SO_4	28 dias
Metais (em geral)	P ou V	100	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$) e $\text{pH} < 2$ com HNO_3	6 meses
Nitratos	P ou V	200	Analisar imediatamente, ou refrigeração (Temp $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$)	48 horas
Nitritos	P ou V	100	Analisar imediatamente, ou refrigeração (Temp $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$)	48 horas
Nitrogênio amoniacal	P ou V	200	Analisar o mais rápido possível, ou $\text{pH} < 2$ com H_2SO_4 e refrigeração (Temp $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$)	7 dias
Nitrogênio orgânico	P ou V	300	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$) e $\text{pH} < 2$ com H_2SO_4	7 dias

Nitrogênio total	P ou V	100	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$) e $\text{pH} < 2$ com H_2SO_4	7 dias
Óleos e graxas	V, frasco de boca larga	1000	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$) e $\text{pH} < 2$ HCl 1:1	28 dias
Ortofosfato	V	200	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$)	48 horas
Oxigênio dissolvido****	V (frasco de DBO)***	100	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$), Sulfato Manganoso e Álcali Iodeto de Azida	8 horas
pH	P ou V	100	Analisar imediatamente	15 minutos
Salinidade	P ou V	200	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$)	28 dias
Sílica	P	50	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$)	28 dias
Sólidos sedimentáveis	P ou V	1000	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$)	7 dias
Sólidos suspensos	P ou V	200	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$)	7 dias
Sólidos totais	P ou V	200	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$)	7 dias
Sólidos totais dissolvidos	P ou V	200	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$)	7 dias
Sulfatos	P ou V	200	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$)	28 dias
Sulfeto total	P ou V	1000	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$), 4 gotas de acetato de zinco 2N /100 mL, e $\text{pH} > 9$ com NaOH	28 dias
Sulfito	P ou V	200	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$) e 1 mL EDTA 2,5%/100 mL amostra	7 dias
Surfactantes	P ou V	1000	Refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$).	48 horas
Temperatura	P ou V	-	Analisar imediatamente (no local da coleta)	-
Turbidez	P ou V	50	Analisar imediatamente; caso não seja possível guardar no escuro por até 24 horas sob refrigeração ($\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$)	24 horas

* P - plástico (polietileno ou equivalente), V – vidro; ** Tempo máximo entre a coleta e o encaminhamento para análise. *** Frasco de DBO (Vidro neutro, boca estreita, tampa esmerilhada, volume aproximado de 300 mL, com

	ITAG 2 – MANUAL DE COLETA DE EFLUENTES LÍQUIDOS PARA ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICAS	Página	7/7
		Revisão	04

“selo d’água”) Volume de 250-300 mL; **** É aconselhável que análise (in loco) e/ou coleta de amostra deste parâmetro seja realizado por técnicos da Central Analítica.

5 - JUNTO COM A AMOSTRA DEVEM SER ENVIADAS AS SEGUINTE INFORMAÇÕES

- Data e hora da coleta;
- Identificação e endereço do ponto de coleta;
- Tipo de amostra (ex.: efluente bruto, tratado, em tratamento, etc);
- Parâmetros a serem analisados.

6 – OBSERVAÇÕES

- Manter os frascos posicionados na posição vertical para evitar vazamento de agentes preservantes.
- As amostras para análise do parâmetro Alcalinidade devem ser coletadas em frasco exclusivo para tal parâmetro.
- O intervalo máximo entre a coleta e as determinações de pH e cloro residual livre é de 15 minutos. Após este intervalo, poderão ocorrer variações nos resultados. A Central Analítica dispõe de serviço especializado de coleta para realizar estas análises no local da amostragem. Consulte nosso Setor de Atendimento para obter maiores informações: (51) 3717 7500 ou e-mail central@unisc.br .
- Para melhor organização da rotina do laboratório solicitamos que, sempre que o total de amostras for superior a 10 (dez), sejam informados sobre a data e hora de entrega das mesmas à Central Analítica.

A coleta de amostras é um passo muito importante, pois o resultado das análises laboratoriais depende fundamentalmente da correta execução deste procedimento.

7 - REFERÊNCIAS

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 23rd Edition.