

Página	1/8
Revisão	04

HISTÓRICO DAS REVISÕES

REV.	DATA	ALTERAÇÕES
00	14/09/2017	□ Emissão Inicial.
01	08/12/2017	□ Substituição da palavra localização por endereço da coleta.
02	24/10/2018	Substituição da faixa de temperatura 4 ± 2 ºC por ≤ 6 ºC;
		 Substituição do tempo recomendado para início da análise de 24 horas para 48 horas no parâmetro surfactantes;
		 Atualização da edição de referência do Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.
03	03/10/2019	□ Inclusão da frase ao item de observações: "Manter os frascos posicionados na posição vertical para evitar vazamento de agentes preservantes".
04	15/10/2021	□ Item 3, a), inclusão da frase: "Exceto quando possuir os parâmetros de cloro (residual livre ou total) e pH para análise. Já que as mesmas possuem validade de apenas 15 minutos e precisam estar em temperatura ambiente (25 °C)."
		□ Item 3, inclusão da frase: "Avisar os técnicos do laboratório sobre a retirada de frascos/coleta com no mínimo dois dias de antecedência para a verificação da validade das soluções e reagentes para a análise."

ELABORAÇÃO	VERIFICAÇÃO	APROVAÇÃO
Patrícia Fernanda Frank	Ezequiel Bavaresco Cremonese	Paulo Theisen
Responsável pela unidade	Supervisor Técnico	Coordenador
Data: 15/10/2021	Data: 15/10/2021	Data: 16/10/2021

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).



Página **2/8**Revisão **04**

_		Caso o solicitante desejar utilizar recipiente próprio, deve-se
		ater ao uso de preservantes (verificar tabela 1),
		- 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.
Procedimento de preservação da	-	Refrigeração (ex.: caixa de isopor com gelo), a uma
amostra no período entre a coleta e o		temperatura de ≤ 6 °C.
início da análise		A amostra não pode ser congelada.
Tempo máximo entre a coleta e a	-	Entregar a amostra na Central Analítica imediatamente após
chegada da amostra no laboratório		a coleta. Caso não seja possível, verificar o tempo de
		estocagem de acordo com os itens a serem analisados
		/considerer compre e moner prote e compre utiliter
		(considerar sempre o menor prazo e sempre utilizar
		refrigeração) (verificar tabela 1).
Locais possíveis de encaminhamento da	_	
Locais possíveis de encaminhamento da amostra para a Central Analítica	-	refrigeração) (verificar tabela 1).
•	<u>-</u>	refrigeração) (verificar tabela 1). Somente na Central Analítica - UNISC - Campus de Santa
amostra para a Central Analítica	- -	refrigeração) (verificar tabela 1). Somente na Central Analítica - UNISC - Campus de Santa Cruz do Sul (Bloco 11).
amostra para a Central Analítica Data e horário para recebimento de	- - -	refrigeração) (verificar tabela 1). Somente na Central Analítica - UNISC - Campus de Santa Cruz do Sul (Bloco 11). Segunda à sexta-feira, das 8 hs às 12hs e das 13hs 30min às 17h e 30 mim.
amostra para a Central Analítica Data e horário para recebimento de amostras em geral na Central Analítica	- - -	refrigeração) (verificar tabela 1). Somente na Central Analítica - UNISC - Campus de Sa Cruz do Sul (Bloco 11). Segunda à sexta-feira, das 8 hs às 12hs e das 13hs 30mi

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 presenvantes, ou seja, sem conhecer as variáveis relacionadas, pode-se gerar uma preservação não efetiva, a qual, neste contexto, pode influenciar



Página 3/8

Revisão 04

significativamente na qualidade dos ensaios analíticos. Em relação à segurança, é recomendado que a adição dos 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 preservastes e das amostras com as mãos. Os óculos minimizarão 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 dever ser recolhido e encaminhado para a Central Analítica. Neste processo dever-se-á 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 em ≤ 6 °C preservará a maioria das características físicas, químicas e biológicas em curto prazo (< 24 horas) e é recomendado para todas as amostras entre coleta e entrega para o laboratório, exceto quando possuir os parâmetros de cloro (residual livre ou total) e pH para análise. Já que as mesmas possuem validade de apenas 15 minutos e precisam estar em temperatura ambiente (25 °C). O gelo pode ser rapidamente usado para resfriar amostras para ≤ 6 °C antes do transporte. As barras de gelo reutilizáveis são indicadas. O gelo não deve entrar em contato direto com os frascos das amostras.



Página	4/8
Revisão	04

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 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:

- Avisar os técnicos do laboratório sobre a retirada de frascos/coleta com no mínimo dois dias de antecedência para a verificação da validade das soluções e reagentes para a análise.
- Encher o frasco completamente, colocar a tampa com cuidado, para não formar bolhas de ar.

Para a preservação da amostra:

- Após a coleta da amostra no frasco, adicionar 2,0mL de solução de sulfato de manganês (**solução 1**), tomandose 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.
- Na sequência, adicionar 2,0mL 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 novamente.
- 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).



Página	5/8
Revisão	04

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 abaixo.

As amostras devem ser coletadas em algum ponto definido pelo cliente (torneira, saída do poço, vertente, etc.). Encher o frasco 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 abaixo), 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.

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 (≤ 6 °C)	24 horas
Cloretos	P ou V	200	Refrigeração (≤ 6 °C)	28 dias
Cloro residual	P ou V	50	Analisar imediatamente	15 minutos
Condutividade	P ou V	50	Refrigeração (≤ 6 °C)	28 dias
Cromo Hexavalente	P ou V	50	Refrigeração (≤ 6 ºC)	24 horas
DBO	P ou V	500	Refrigeração (≤ 6 °C)	48 horas
DQO	P ou V	100	Refrigeração (≤ 6 °C) e pH<2 com H₂SO₄	7 dias
Dureza	P ou V	100	Refrigeração (≤ 6 ºC) e pH<2 com HNO₃	6 meses
Fenol total	P ou V	500	Refrigeração (≤ 6 ºC) e pH<2 com H ₂ SO ₄	28 dias
Fosfatos	V	200	Refrigeração (≤ 6 °C) e pH<2 com H₂SO ₄	48 horas



Página 6/8
Revisão 04

Fósforo total	V	200	Refrigeração (≤ 6 °C) e pH<2 com H ₂ SO ₄	28 dias
Metais (em geral)	P ou V	100	Refrigeração (≤ 6 °C) e pH<2 com HNO₃	6 meses
Nitratos	P ou V	200	Analisar imediatamente, ou refrigeração (≤ 6 ºC)	48 horas
Nitritos	P ou V	100	Analisar imediatamente, ou refrigeração (≤ 6 ºC)	48 horas
Nitrogênio amoniacal	P ou V	200	Analisar o mais rápido possível, ou pH<2 com H₂SO₄ e refrigeração (≤ 6 °C)	7 dias
Nitrogênio orgânico	P ou V	300	Refrigeração (≤ 6 °C) e pH<2 com H₂SO₄	7 dias
Nitrogênio total	P ou V	100	Refrigeração (≤ 6 °C) e pH<2 com H₂SO₄	7 dias
Óleos e graxas	V, frasco de boca larga	1000	Refrigeração (≤ 6 °C) e pH<2 HCl 1:1	28 dias
Ortofosfato	V	200	Refrigeração (≤ 6 °C)	48 horas
Oxigênio dissolvido****	V (frasco de DBO)***	100	Refrigeração (≤ 6 °C) Sulfato Manganoso e Álcali lodeto de Azida	8 horas
рН	P ou V	100	Analisar imediatamente	15 minutos
Salinidade	P ou V	200	Refrigeração (≤ 6 °C)	28 dias
Sílica	Р	50	Refrigeração (≤ 6 °C)	28 dias
Sólidos sedimentáveis	P ou V	1000	Refrigeração (≤ 6 °C)	7 dias
Sólidos suspensos	P ou V	200	Refrigeração (≤ 6 ºC)	7 dias
Sólidos totais	P ou V	200	Refrigeração (≤ 6 °C)	7 dias
Sólidos totais dissolvidos	P ou V	200	Refrigeração (≤ 6 ºC)	7 dias
Sulfatos	P ou V	200	Refrigeração (≤ 6 °C)	28 dias



Página	7/8
Revisão	04

Sulfeto total	P ou V	1000	Refrigeração (≤ 6 °C) e 4 gotas de acetato de zinco 2N /100 mL, e pH>9 com NaOH	28 dias
Sulfito	P ou V	200	Refrigeração (≤ 6 °C) e 1 mL EDTA 2,5%/100 mL amostra	7 dias
Surfactantes	P ou V	1000	Refrigeração (≤ 6 °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 (≤ 6 °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 "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 SEGUINTES INFORMAÇÕES

- Data e hora da coleta:
- Identificação e endereço do ponto de coleta;
- Tipo de amostra (ex.: água potável, água de poço, etc.);
- Parâmetros a serem analisados.

6 - OBSERVAÇÕES

- Manter os frascos posicionados na posição vertical para evitar vazamento dos 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), sejamos 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.



Página	8/8
Revisão	04

7 - REFERÊNCIAS

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