

1. OBJETIVO E ÁREA DE APLICAÇÃO:

O objetivo deste procedimento é informar através do Guia de Coletas, quais são as preservações e os frascos utilizados para cada parâmetro analítico, bem como os prazos recomendados e regulamentados na realização dos ensaios.

2. RESPONSABILIDADE:

Os coletadores são os responsáveis pela correta execução deste procedimento.

3. DESCRIÇÃO:

Os parâmetros físicos, químicos e biológicos estão em constante transformação. Logo, para uma correta análise dos parâmetros desejados, bem como para evitar resultados inesperados, devemos aplicar medidas de preservação.

É importante ressaltar que o tempo desde a amostragem até a chegada no laboratório, deve ser o menor possível, mesmo que o prazo de análise seja extenso.

As amostras devem ser acondicionadas e preservadas de acordo com as tabelas a seguir:

TABELA 1:

TIPO DE FRASCOS	SIGNIFICADO
Frasco Cônico (Falcon)	Análise de cromatografia iônica
Frasco S/P	Análises em geral
Vial Tampa Teflon	Análise de cromatografia gasosa
Tarja Azul	Análise de metais, preservado com 5mL de HNO ₃ (Ácido Nítrico 50%)
Tarja Azul / Branca	Análise de Metais Dissolvidos, SP
Tarja Azul / Amarela	Análise de metais, preservado com 5mL de HNO ₃ (Ácido Nítrico 50%) Coleta de águas nobres, exceto água de diálise.
Tarja Azul / Verde	Análise de metais, preservado com 5mL de HNO ₃ (Ácido Nítrico 50%) Coleta de água de diálise.
Tarja Vermelha	Preservado com 5mL de H ₂ SO ₄ (Ácido Sulfúrico 50%)
Tarja Amarela (Plástico)	Coleta de águas nobres
Tarja Branca	Preservado com 5mL de HCl (Ácido Clorídrico 50%)
Tarja Amarela (Ambar Pequeno)	Preservado com Acetato de Zinco + Hidróxido de Sódio
Opaco leitoso	Análise de cianeto preservado com 5mL NaOH 6N
Vidro c/ tampa esmerilhada (Winkler)	Análise de TOC e OD

Análise Crítica:	Revisão:	Aprovação / Data: MAIO/2016
Silvia Marins Antunes Coordenadora das Coletas	Karine Schütz Gerente Técnico	Graciema Formolo Pellini Diretora

TABELA 2:

Análises realizadas com preservação de HNO ₃ (Ácido Nítrico 50%)							
Parâmetro	Doc. apoio	Frasco de Coleta	Volume de Amostra	Tarja do Frasco	Preservação Com Refrigeração	Prazo Recomendado para análise	Prazo Regulamentado
Boro	1	PE	100mL	Tarja Azul	5mL HNO ₃ pH<2,0	28 dias	6 meses
Metais Totais (Águas)	1	PE	200mL	Tarja Azul	5mL HNO ₃ pH<2,0	6 meses	6 meses
Mercúrio (Águas)	1	PE	200mL	Tarja Azul	5mL HNO ₃ pH<2,0	28 dias	28 dias

TABELA 3:

Análises realizadas com preservação de H ₂ SO ₄ (Ácido Sulfúrico 50%)							
Parâmetro	Doc. apoio	Frasco de Coleta	Volume de Amostra	Tarja do Frasco	Preservação Com Refrigeração	Prazo Recomendado para análise	Prazo Regulamentado
COT	1	Frasco de Vidro Borosilicato c/ Tampa Esmerilhada	100mL	-	Analisar imediatamente se estiver S/C, ou adicionar 5mL H ₂ SO ₄ pH < 2,0	7 dias	28 dias
Matéria Orgânica	1	PE	100mL	Tarja Vermelha	Analisar imediatamente se estiver S/C, ou adicionar 5mL H ₂ SO ₄ pH<2,0	7 dias	28 dias
DQO	1	PE/Vidro	100mL	Tarja Vermelha	5mL H ₂ SO ₄ pH<2,0	7 dias	28 dias
Dureza	1	PE/Vidro	100mL	Tarja Vermelha	5mL HNO ₃ ou H ₂ SO ₄ pH<2,0	6 meses	6 meses
Fenol	1	PE/Vidro	250mL	Tarja Vermelha	5mL H ₂ SO ₄ pH<2,0	O menor tempo possível	28 dias
Fósforo Total	1	PE/Vidro	100mL	Tarja Vermelha	5mL H ₂ SO ₄ pH<2,0	28 dias	28 dias
Nitrogênio Amoniacal	1	PE/Vidro	200mL	Tarja Vermelha	5mL H ₂ SO ₄ pH<2,0	7 dias	28 dias
Nitrogênio Total	1	PE/Vidro	200mL	Tarja Vermelha	5mL H ₂ SO ₄ pH<2,0	7 dias	28 dias
Óleos e Graxas	1	Vidro	1000mL	Tarja Branca	5mL HCl ou H ₂ SO ₄ pH<2,0	28 dias	28 dias

TABELA 4:

Análises realizadas com preservação de HCl (Ácido Clorídrico 50%)							
Parâmetro	Doc. apoio	Frasco de Coleta	Volume de Amostra	Tarja do Frasco	Preservação Com Refrigeração	Prazo Recomendado para análise	Prazo Regulamentado
Óleos e Graxas	1	Vidro	1000mL	Tarja Branca	5mL HCl ou H ₂ SO ₄ pH<2,0	28 dias	28 dias

TABELA 5:

Análise realizada com preservação de Acetato de Zinco + Hidróxido de Sódio 6N							
Parâmetro	Doc. apoio	Frasco de Coleta	Volume de Amostra	Tarja do Frasco	Preservação Com Refrigeração	Prazo Recomendado para análise	Prazo Regulamentado
Sulfeto	1	Vidro âmbar	100mL	Tarja Amarela	Pitada Acetato de Zinco + 2mL NaOH 6N (pH >9,0)	28 dias	7 dias

TABELA 6:

Análise realizada com preservação de NaOH (Hidróxido de Sódio 6N)							
Parâmetro	Doc. apoio	Frasco de Coleta	Volume de Amostra	Tarja do Frasco	Preservação Com Refrigeração	Prazo Recomendado para análise	Prazo Regulamentado
Cianeto	1	PP opaco leitoso	200mL	-	5mL NaOH 6N pH>12	24 horas	14 dias

CÓPIA CONTROLADA - O documento impresso pode apresentar a última atualização.

TABELA 7:

Análises realizadas Sem Preservante							
Parâmetro	Doc. apoio	Frasco de Coleta	Volume de Amostra	Tarja do Frasco	Preservação Com Refrigeração	Prazo Recomendado para análise	Prazo Regulamentado
Acidez	1	PE/Vidro	100mL	-	S/C	24 horas	14 dias
Alcalinidade	1	PE/Vidro	100mL	-	S/C	24 horas	14 dias
Biodiesel (líquido)	-	Vidro âmbar	500mL	-	S/C	14 dias	-
Biodiesel (sólido)	-	Frasco de vidro	50g	-	S/C	14 dias	-
Cloreto	1	PE/Vidro	100mL	-	S/C	Não Indicado	28 dias
Cloreto (Cl)	14	Cônico PE	50mL	-	S/C	28 dias	28 dias
Clorofila	1	Vidro ou PE (ambos protegidos da exposição à luz)	1000mL	-	S/C	24-48 horas	Não indicado
Clorofórmio	3	Vial Tampa Teflon	40mL	-	S/C	14 dias	14 dias
Condutividade	1	PE/Vidro	100mL	-	S/C	28 dias	28 dias
Cloro	1	PE/Vidro	100mL	-	S/C	15 min ou menor tempo possível	15 min ou menor tempo possível
Cor	1	PE/Vidro	100mL	-	S/C	48 horas	48 horas
Cromo III	1	PE	100mL	-	S/C	24 horas ou 28 dias se ajustar pH a 9,3-9,7	24 horas ou 28 dias se ajustar pH a 9,3-9,7
Cromo VI	1	PE/Vidro	100mL	-	S/C	24 horas ou 28 dias se ajustar pH a 9,3-9,7	24 horas ou 28 dias se ajustar pH a 9,3-9,7
DBO	1	PE	1000mL	-	S/C	6 horas	48 horas
Dicloroetano	3	Vial Tampa Teflon	40mL	-	S/C	14 dias	14 dias
CO ₂ (Dióxido de Carbono)	1	Vidro Borossilicato	100mL	-	S/C	15 min ou menor tempo possível	Não Indicado
Fluoreto	1	PE	100mL	-	S/C	28 dias	28 dias
Fluoreto (Cl)	14	Cônico PE	50mL	-	S/C	28 dias	28 dias
Fosfato (Cl)	14	Cônico PE	50mL	-	S/C	48 horas	48 horas
Glifosato (Cl)	15	Cônico PE	50mL	-	S/C	14 dias	-
Metais Dissolvidos /Solúveis (Águas)	7	PE*	200mL	Tarja Azul e Branca	S/C (Filtrar no menor tempo possível + HNO ₃ pH<2,0)	6 meses	6 meses
Metais (Sólidos)	6	Sacos PE*	300g	-	S/C	6 meses	-
Metais (animais aquáticos)	6	PE/Vidro	150g	-	S/C	Em estudo	-
Monoclorobenzeno	-	Vial Tampa Teflon	2 x 40mL	-	S/C	14 dias	-
Nitrato	1	PE/Vidro	100mL	-	S/C	24 horas	48 horas
Nitrato (Cl)	14	Cônico PE	50mL	-	S/C	48 horas	48 horas
Nitrito	1	PE/Vidro	100mL	-	S/C	Não Indicado	48 horas
Nitrito (Cl)	14	Cônico PE	50mL	-	S/C	48 horas	48 horas
Ortofosfato	1	PE/Vidro	100mL	-	S/C	48 Horas	48 horas
Odor	1	Vidro	500mL	-	S/C	6 horas	24 horas
Potencial Redox	1	Vidro âmbar / Medida de campo	100mL	-	S/C	O menor tempo possível, preferencialment e medido em campo	-

pH (águas)	4	PE/Vidro	100mL	-	S/C	15 minutos	6 horas
pH (Sólidos)	4	PE/Vidro	100g	-	S/C	7 dias	-
Salinidade	1	PE/Vidro	100mL	-	S/C	6 meses	Não Indicado
Sílica	1	PP	100mL	-	S/C	28 dias	28 dias
Sólidos Sedimentáveis	1	PE/Vidro	1000mL	-	S/C	7 dias	2-7 dias
Sólidos Dissolvidos	1	PE/Vidro	100mL	-	S/C	7 dias	2-7 dias
Sólidos Suspensos	1	PE/Vidro	100mL	-	S/C	7 dias	2-7 dias
Sólidos Totais	1	PE/Vidro	100mL	-	S/C	7 dias	2-7 dias
Sulfato	1	PE/Vidro	100mL	-	S/C	28 dias	28 dias
Sulfato (Cl)	14	Cônico PE	50mL	-	S/C	28 dias	28 dias
Sulfeto de Carbono	3	Vial Tampa Teflon	40mL	-	S/C	14 dias	14 dias
Sulfito	1	PE/Vidro	100mL	-	S/C	24 horas	-
Surfactantes	4	PE/Vidro	250mL	-	S/C	48 horas	48 horas
Tetracloroeto de Carbono	3	Vial Tampa Teflon	40mL	-	S/C	14 dias	14 dias
Temperatura	-	-	-	-	-	15 min	15 min
Tricloroetano	3	Vial Tampa Teflon	40mL	-	S/C	14 dias	14 dias
Turbidez	1	PE/Vidro	100mL	-	S/C	24 horas	48 horas
Umidade	-	PE/Vidro/Saco plástico	100g	-	S/C	5 dias	-
Endotoxinas	5	Tube Apirogênico	3,5mL	-	S/C	14 dias	-

TABELA 8:

Análise realizada Sem Preservante para Cromatografia Gasosa							
Parâmetro	Doc. apoio	Frasco de Coleta	Volume de Amostra	Tarja do Frasco	Preservação Com Refrigeração	Prazo Recomendado para análise	Prazo Regulamentado
BTXE / TPH – GRO – (Líquido)	3	Vial Septo Teflon	1 x 40mL	-	S/C	14 dias	-
BTXE / TPH GRO - (sólido)	3	Vidro	100 gramas	-	S/C	14 dias	-
TPH - DRO (C10 - C28) (Líquido)	3	Vial SeptoTeflon	1 x 40mL	-	S/C	14 dias	-
TPH - DRO (C10 - C28) (Sólido)	3	Vidro	100 gramas	-	S/C	14 dias	-
TPH – DRO (C28 - C40) (Líquido)	3	Vial SeptoTeflon	1 x 40mL	-	S/C	14 dias	-
TPH – DRO (C28 – C40) (Sólido)	3	Vidro	100 gramas	-	S/C	14 dias	-
TPH - Total (Líquido)	3	Vial SeptoTeflon	3 x 40mL	-	S/C	14 dias	-
TPH - Total (sólido)	3	Vidro	100 gramas	-	S/C	14 dias	-
VOCs Clorofórmio Dicloroetano Monoclorobenzeno Sulfeto de carbono Tetracloroeto de carbono 1,1,1- Tricloroetano	3	Vial SeptoTeflon	2 x 40mL (para todo este conjunto de ensaios)	-	S/C	14 dias	-

1,1-Dicloroetano 1,1- Dicloroetano 1,2,4- Trimetilbenzeno 1,2- Diclorobenzeno 1,4- diclorobenzeno 2,2,4- Trimetilpentano 2- Metilpentano Acetato de Etila Acetona Álcool Etílico Ciclohexano Cloreto de Vinila Dicloroetano Diclorometano Dicloropropeno Estireno Etilbenzeno Hexano M+p – Xileno Metilacetona n- Heptano Tetracloroetano Tricloroetano Tricloroetano Xileno							
--	--	--	--	--	--	--	--

Observações:

- 1) Para cada amostra de cromatografia gasosa, coletar 1 Vial extra.
- 2) Se a amostra solicitar as três análises: BTXE, TPH GRO e DRO para ambas as faixas, não é necessário coletar os três vials do TPH Total.
- 3) Se a amostra solicitar VOCs e BTXE ou TPH GRO, pode-se coletar somente 1 vial.

TABELA 9:

Análise realizada com Reagentes 1 e 2 do Kit de OD							
Parâmetro	Doc. apoio	Frasco de Coleta	Volume de Amostra	Tarja do Frasco	Preservação Com Refrigeração	Prazo Recomendado para análise	Prazo Regulamentado
Oxigênio Dissolvido (Winkler)	1	Frasco de Vidro Borosilicato c/ Tampa Esmerilhada	300mL	-	Reagentes 1 e 2 do kit de OD	8 horas depois da acidificação	8 horas depois da acidificação

TABELA 10:

Análises Subcontratadas							
Parâmetro	Doc. apoio	Frasco de Coleta	Volume de Amostra	Tarja do Frasco	Preservação Com Refrigeração	Prazo Recomendado para análise	Prazo Regulamentado
Cianobactérias	4	PE/Vidro	1000mL	-	1mL de formol 4%	7 dias	-
Fitoplâncton	4	PE *	1000mL	-	1mL de formol 4%	6 meses	-

Zooplâncton	4	PE *	500mL	-	2mL de formol 4%	12 meses	-
THM (trihalometanos)	4	Vidro Tampa Teflon	2 x 40mL	-	4 gotas de tiosulfato de sódio 10% e HCl 2 gotas	14 dias	-
Organofosforados e Carbamatos	4	Vidro Âmbar	1000mL	-	S/C	4 dias	-
Organoclorados	4	Vidro Âmbar	1000mL	-	S/C	7 dias	-
Toxicidade aguda 3 níveis tróficos	4	PE *	5L ou 2Kg	-	Aliquotar em garrafas de 1L e congelar	48 horas	24 horas
Toxicidade crônica 3 níveis tróficos	4	PE *	10L ou 8Kg	-	Aliquotar em garrafas de 1L e congelar	24 horas	24 horas
Toxicidade Daphnia sp.	4	PE *	1L ou 1Kg	-	Aliquotar em garrafas de 1L e congelar	24 horas	24 horas

TABELA 11:

Análises realizadas com preservação de Tiosulfato de Sódio							
Parâmetro	Doc. apoio	Frasco de Coleta	Volume de Amostra	Tarja do Frasco	Preservação Com Refrigeração	Prazo Recomendado para análise	Prazo Regulamentado
Bactérias Heterotróficas	2	Vidro/Bolsa coletora plástica	50mL	-	Tiosulfato de Sódio 10% (0,1mL para 100mL de amostra)	24 horas	-
Coliformes Termotolerantes	7	Vidro/Bolsa coletora plástica	100mL	-	Tiosulfato de Sódio 10% (0,1mL para 100mL de amostra)	24 horas	-
Coliformes Totais	8	Vidro/Bolsa coletora plástica	100mL	-	Tiosulfato de Sódio 10% (0,1mL para 100mL de amostra)	24 horas	-
<i>Escherichia coli</i>	9	Vidro/Bolsa coletora plástica	100mL	-	Tiosulfato de Sódio 10% (0,1mL para 100mL de amostra)	24 horas	-
<i>Clostridium perfringens</i>	10	Vidro/Bolsa coletora plástica	100mL	-	Tiosulfato de Sódio 10% (0,1mL para 100mL de amostra)	24 horas	-
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	11	Vidro/Bolsa coletora plástica	100mL	-	Tiosulfato de Sódio 10% (0,1mL para 100mL de amostra)	24 horas	-
<i>Enterococcus</i>	12	Vidro/Bolsa coletora plástica	100mL	-	Tiosulfato de Sódio 10% (0,1mL para 100mL de amostra)	24 horas	-

TABELA 12:

Monitoramento Biológico							
Parâmetro	Doc. apoio	Frasco de Coleta	Volume de Amostra	Tarja do Frasco	Preservação Com Refrigeração	Prazo Recomendado para análise	Prazo Regulamentado
2,5-Hexanodiona (urina)	13	Frasco coletor de urina	5mL	-	S/C	5 dias	-
Acetona, Metilacetona, Metanol (urina)	13	Frasco coletor de urina	15mL	-	S/C	5 dias	-
Ácido Hipúrico, Ácido Metil Hipúrico, Ácido Mandélico	13	Frasco coletor de urina	1mL	-	S/C	5 dias	-
Fenol (urina)	13	Frasco coletor de urina	15mL	-	S/C	5 dias	-
Alumínio (sangue)	13	Seringa ou Tubo Heparinizado	10mL	-	Heparina	7 dias	-

Observações:

1 – Para determinações não listadas, use frascos de vidro ou plástico, 1.000mL, S/C, preferencialmente refrigere durante a estocagem e encaminhe ao laboratório tão logo quanto possível.

2 – Poderá ocorrer uma exceção, para situações em que não estejam disponíveis os frascos devidamente conservados ou em casos de coletas com difícil acesso. Nestes casos, realize a coleta em frascos S/C (2.000mL ou 5.000mL), cheios até a boca, refrigere e encaminhe ao laboratório tão logo quanto possível, onde a mesma será quarteada e preservada pelo coletador responsável.

3 - Os frascos e bolsas plásticas coletoras são rotulados, conforme o ensaio, antes da coleta.

4 – Poderá ocorrer uma exceção, para situações de coletas de difícil acesso e ou difícil transporte de materiais, onde poderá ser utilizado fita adesiva ou fita crepe como pré - rótulo, sendo que o mesmo deve ser substituído pelo rotulo do laboratório o mais breve possível.

5 – Os materiais utilizados para coleta como jarras, canecas, baldes, etc, devem ser de material plástico polietileno (PE), polipropileno (PP) ou de aço inox.

6 – Análises em Solo: Coletar volume suficiente de amostra em frasco de plástico sem preservação, exceto para as análises cromatográficas onde deverá ser utilizado frasco de vidro sem preservação (Cada frasco deverá ser preenchido com a amostra até a boca do frasco, realizar este procedimento com cuidado para evitar a volatilização da amostra).

7 – Análises em Resíduo sólido: A amostra coletada deve ser acondicionada em saco plástico ou frasco de plástico sem preservação.

Legenda:

CI: Cromatografia Iônica

S/C: Sem Conservante

PP: Polipropileno

PE: Polietileno ou similar

Águas Nobres*: Águas de Hemodiálise, Águas Potáveis, Águas Purificadas.

4. DOCUMENTOS DE APOIO:

- *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 22th Edition 2012 – Table 1060:I. Summary of Special Sampling and Holding Requirements. Pg 1-44. (doc. Apoio 1)
- *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 22th Edition 2012 – Item 9215D Pg 9-56. (doc. Apoio 2)
- *EPA – 5021 A e 8015 D (Cromatografia). (doc. Apoio 3)
- *NBR 9898 – Jun/1987 – Preservação e técnicas de amostragem de efluentes líquidos e corpos receptores. (doc. Apoio 4)
- *Farmacopéia Brasileira. Quinta edição. Volume 1 – 2010 (doc. Apoio 5)
- *EPA – 3051. (doc. Apoio 6)
- *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 22th Edition 2012 – Item 9222B Pg 9-78. (doc. Apoio 7)
- *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 22th Edition 2012 – Item 9222D Pg 9-85. (doc. Apoio 8)
- *CETESB L5.230. Escherichia coli – Determinação pela Técnica de Membrana Filtrante em Amostras de Água. São Paulo, Novembro/1990. (doc. Apoio 9)
- *CETESB L5.403. Clostridium perfringens – Determinação pela Técnica de Membrana Filtrante em Amostras de Água. São Paulo, Junho/2004. (doc. Apoio 10)
- *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 22th Edition 2012 – Item 9213E Pg 9-48. (doc. Apoio 11)
- *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 22th Edition 2012 – Item 9230C Pg 9-112. (doc. Apoio 12)
- NR 7 - Programa de Controle Médico de Saúde Ocupacional (107.000-2). (doc. Apoio 13)
- *EPA – 9056A. (doc. Apoio 14)

- Determinação de Glifosato em Pesticida por detecção de condutividade – Metrohm. (doc. Apoio 15)

5. DISTRIBUIÇÃO:

- Coletadores e Coordenador de Coletas
- Setor Técnico
- Setor de Recebimento de Amostras
- Setor Comercial
- Setor Administrativo
- Lavagem 2

CÓPIA CONTROLADA - O documento impresso perde a garantia da última atualização.