

1 OBJETIVO

Estabelecer a metodologia utilizada no Serviço de Análises Químicas (SERVAQ) para a determinação de sólidos sedimentáveis (SSED), em amostras de água diversas, definindo seu controle e a forma de registro dos resultados obtidos.

2 CAMPO DE APLICAÇÃO E VIGÊNCIA

2.1 A determinação de sólidos sedimentáveis se aplica a amostras de água, esgotos sanitários e despejos industriais.

2.2 O método é aplicável a amostras com concentração de sólidos sedimentáveis superiores a 0,1 mL/L (1 hora).

2.3 O presente documento passa a vigorar a partir da data de aprovação.

3 TERMOS E DEFINIÇÕES

TERMO / SIGLA	DEFINIÇÃO
Amostra Fortificada	Alíquota extra de amostra a qual se adicionam concentrações conhecidas dos padrões dos analitos de interesse. Utilizada para avaliar o efeito de interferência da matriz das amostras na exatidão e recuperação do método. Para permitir avaliar o efeito de interferência da matriz nos resultados obtidos, as concentrações adicionadas e os padrões utilizados devem ser os mesmos do Branco Fortificado. A Amostra Fortificada deve passar por todos os processos que a amostra comum passa antes da análise.
Branco Fortificado	Água purificada grau 1 (água ultrapura obtida por osmose reversa, seguida por filtração em membrana com poros de 0,2µm) adicionada de concentrações conhecidas dos mesmos padrões dos analitos de interesse utilizados para execução da curva de calibração. Pode ser considerado como uma <i>amostra de controle do laboratório</i> . Utilizado para verificar a exatidão e a recuperação do método sem efeito de interferência da matriz das amostras.
MRC	Material de Referência Certificado, é um material suficientemente homogêneo e estável que foi estabelecido como sendo adequado para seu uso pretendido. As propriedades especificadas foram caracterizadas por um procedimento metrologicamente válido. Vem acompanhado de um certificado que fornece o valor das propriedades, a incerteza associada e uma declaração de rastreabilidade metrológica.

TERMO / SIGLA	DEFINIÇÃO
Padrão de Verificação	Solução Padrão contendo os analitos de interesse em uma concentração igual ao ponto médio da curva de calibração. Afim de fazer uma verificação inicial diária da exatidão da curva. O Padrão de Verificação deve ser diferente do utilizado para o preparo da curva de calibração.
SERVAQ	Serviço de Análises Químicas.
GERLAB	Gerência de Análises Laboratoriais.
INEA	Instituto Estadual do Ambiente
FRM	Formulário
ME	Método de Ensaio
POP	Procedimento Operacional Padrão
EPI's	Equipamentos de Proteção Individual
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
NBR	Norma Brasileira
SMEWW ou SMWW ou SM	"Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", livro referência.
Sólidos sedimentáveis	Sólidos em suspensão presentes em uma amostra de água, esgoto sanitário ou despejo industrial que sedimentam por ação da gravidade dentro de um determinado intervalo de tempo.
SSED	Sólidos sedimentáveis
Labwin	Software de gestão de laboratórios

4 REFERÊNCIAS

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 24ª ed., EUA. 2023.

Vocabulário Internacional de Metrologia: Conceitos fundamentais e gerais e termos associados - VIM 2012. 1ª ed., Rio de Janeiro, 2012.

INMETRO – Avaliação de Dados da Medição: Guia para Expressão da Incerteza de Medição – GUM 2008. 1ª ed., Rio de Janeiro, 2012;

ABNT NBR 5891: Regras de arredondamento na numeração decimal. Rio de Janeiro, 2014;

NBR 9898 – Preservação e Técnicas de Amostragem de Efluentes Líquidos e Corpos Receptores. Rio de Janeiro: ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas), 1987;

DOQ-CGCRE-022, Orientações para aplicação dos requisitos técnicos da ABNT NBR ISO/IEC 17025 na acreditação de laboratórios de calibração para o grupo de serviço de físico-química. Rev. 03 – JUL / 2019;

Código: ME-INEA-GERLAB-614	Data de aprovação: 20/12/2024	Revisão: 07	Paginação: 2 de 8
--------------------------------------	---	-----------------------	-----------------------------

DOQ-CGCRE-008 - Orientação sobre validação de métodos analíticos. Rev. 09 – JUN / 2020;

POP-INEA-GERLAB-204 – Garantia da Qualidade dos Resultados;

POP-INEA-GERLAB-205 – Validação de Métodos de Ensaios;

POP-INEA-GERLAB-209 – Estimativa da Incerteza da Medição;

POP-INEA-GERLAB-601 – Medidas Gerais de Segurança e Prevenção de Acidentes;

POP-INEA-GERLAB-602 – Preparo, Identificação e Controle de Soluções e Reagentes;

POP-INEA-GERLAB-604 – Limpeza e Descontaminação de Vidraria e Materiais Diversos de Laboratórios;

POP-INEA-GERLAB-635 – Incerteza de Medição Labwin UNC;

POP-INEA-GERLAB-218 Controle de Qualidade das Frascarias;

POP-INEA-GERLAB-800 – Controle de Qualidade da Água Purificada/Água reagente.

5 RESPONSABILIDADES GERAIS

FUNÇÃO	RESPONSABILIDADE
SERVAQ	A análise crítica deste documento é de responsabilidade do SERVAQ. A execução dos procedimentos descritos é de responsabilidade dos técnicos e analistas do SERVAQ.

6 PROCEDIMENTOS

6.1 Aspectos de segurança e condições gerais

6.1.1 Observar rigorosamente o estabelecido no POP-INEA-GERLAB-601.

6.1.2 Na análise de amostras de esgotos, despejos industriais ou águas contaminadas, somente manipular as mesmas utilizando luvas.

Código: ME-INEA-GERLAB-614	Data de aprovação: 20/12/2024	Revisão: 07	Paginação: 3 de 8
--------------------------------------	---	-----------------------	-----------------------------

- 6.1.3 Caso as amostras apresentem odor forte ou contaminação por produtos voláteis usar máscaras durante o ensaio e/ou manipular as mesmas em capela.

Nota: Os locais de realização do ensaio e preparação das amostras devem atender a uma faixa de temperatura ambiente de operação: 5 °C a 45°C, para funcionamento o SERVAQ utiliza uma faixa de 15 °C a 25 °C e umidade ambiente de operação: 10% a 80%, de acordo com metodologia aplicada e manual do(s) equipamento(s) utilizados. Para aplicabilidade no SERVAQ a faixa de temperatura de 15 °C a 25 °C e umidade de 10% a 80%.

6.2 Equipamentos e materiais

- 6.2.1 Cone de sedimentação tipo Imhoff, com graduação até 1.000 mL (geralmente com divisões de 0,1 mL entre 0,1 e 2,0 mL, divisões de 0,5 mL entre 2,0 e 10,0 mL, divisões de 1 mL entre 10 e 100 mL e divisões de 50 mL entre 100 e 1.000 mL).

- 6.2.2 Bastão de vidro com cerca de 60 cm de comprimento.

6.3 Reagentes, soluções e padrões

- 6.3.1 Água purificada no mínimo grau 3 ou grau 2 (destilada, deionizada etc.).

6.4 Metodologia do ensaio

6.4.1 Princípio do método

- 6.4.1.1 Um determinado volume, geralmente 1 L, da amostra de água, despejo industrial ou esgoto sanitário, contendo material em suspensão é colocado em um cone de Imhoff. O líquido é deixado em repouso por cerca de 1 hora. Após esse período de tempo, verifica-se o volume de material que sedimentou por ação da gravidade no fundo do cone de Imhoff, através da leitura direta na escala do mesmo. Este é o valor dos sólidos sedimentáveis (SS_{ED}), expressos em mililitros de sedimento por litro de amostra.

6.4.2 Interferências

- 6.4.2.1 As amostras podem conter partículas flutuantes ou aglomerados submersos de tamanho grande, de material não homogêneo e claramente diferenciáveis do líquido. Caso estas partículas ou aglomerados das amostras se mantenham distintamente separadas do material que sedimenta durante o ensaio, não as estimar como sólidos sedimentáveis.

- 6.4.2.2 Caso existam óleos ou graxas sobrenadantes visíveis nas amostras, dispersar este material por agitação vigorosa da amostra antes de retirar a alíquota para ensaio.

Código: ME-INEA-GERLAB-614	Data de aprovação: 20/12/2024	Revisão: 07	Paginação: 4 de 8
--------------------------------------	---	-----------------------	-----------------------------

6.4.2.3 Amostras muito turvas ou com coloração muito escura podem dificultar a leitura do volume final de material sedimentado. Neste caso, colocar uma fonte de luz diretamente na parte de trás do cone de Imhoff para evidenciar a separação entre o material que sedimentou e o líquido sobrenadante.

6.4.3 Considerações Gerais

6.4.3.1 A determinação de sólidos sedimentáveis deve ser efetuada o mais rápido possível após a entrada das amostras no SERVAQ. No caso de a determinação não poder ser feita imediatamente, as amostras devem ser mantidas em frascos bem fechados e refrigeradas em temperatura igual ou inferior a 6° C de modo a evitar alteração na composição dos sólidos presentes por microorganismos.

6.4.3.2 As amostras devem ser coletadas de acordo com procedimentos específicos do serviço de coleta e mantidas em frascos de vidro (borosilicato) ou de plástico (polietileno ou equivalente), sem adição de preservantes.

6.4.3.3 Caso o material sedimentado contenha bolsões de líquido entre fragmentos de grande tamanho que sedimentaram, deve-se estimar o volume desses bolsões de líquido e subtrair do volume total de sólidos sedimentáveis que é lido diretamente na escala do cone de Imhoff.

6.4.4 Determinação de Sólidos Sedimentáveis (SSED)

6.4.4.1 Colocar um cone de Imhoff limpo e seco em um suporte sobre uma bancada plana e livre de vibrações. Encher o cone com 1 L de amostra bem homogeneizada.

6.4.4.2 Deixar o líquido no cone em repouso por 45 minutos.

6.4.4.3 Após 45 minutos passar um bastão de vidro pelas paredes internas do cone de Imhoff para desprender partículas que tenham ficado aderidas nas paredes. Isto deve ser feito de forma cuidadosa para não agitar demasiadamente o líquido e não provocar a ressuspensão do material já sedimentado.

6.4.4.4 Deixar novamente em repouso por mais 15 minutos.

6.4.4.5 Ao final destes 15 minutos, ler o volume em mL de material sedimentado no fundo do cone de Imhoff através da escala do mesmo.

6.4.4.6 Registrar o volume do material sedimentado e o volume da alíquota de amostra em mililitros (mL) no FRM-ME-614-01 – Memória análise e cálculos SERVAQ_Sólidos sedimentáveis.

6.4.4.7 Executar quaisquer eventuais cálculos e expressar os resultados conforme estabelecido no item 6.7.

6.5 Validação

- 6.5.1 De acordo com os critérios definidos no POP-INEA-GERLAB-205 – Validação de Métodos de Ensaio, o referido método não necessita de validação, pois segue método normalizado definido pelo *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 24^a ed., 2023.
- 6.5.2 O parâmetro precisão intermediária, repetitividade e exatidão do método foram estudados para demonstrar que laboratório opera o método de maneira adequada. Este estudo de verificação foi realizado com o auxílio de uma amostra fortificada. Os resultados obtidos encontram-se registrados no módulo de Validação do Sistema Labwin e no relatório de validação emitido.
- 6.5.3 De acordo com os critérios definidos no POP-INEA-GERLAB-205 – Validação de métodos de ensaios, uma das técnicas adotadas para determinação do desempenho de um método é através de comparações interlaboratoriais. O laboratório participa de programas de ensaios de proficiência para este método regularmente.

6.6 Controle de Qualidade e Critérios de Aceitação dos Resultados

- 6.6.1 Conforme POP-INEA-GERLAB-204 – Controle de qualidade analítica, abaixo se encontra o critério utilizado para validação de dados e o consequente controle da qualidade dos resultados analíticos deste método.
- 6.6.2 Executar uma análise em duplicata de amostras para cada batelada para determinar a precisão do método. Os valores individuais de cada amostra devem estar situados dentro de uma faixa de ± 25 % do valor médio encontrado na determinação. Se o valor obtido nas amostras ficar fora do limite estabelecido, reanalisar as amostras ou indicar este fato junto com os resultados das amostras daquela batelada. Os valores das duplicatas das amostras também podem ser utilizados para execução de uma Carta de Controle de Duplicata e respeitar o lançamento no sistema LabWIN seguindo os seguintes critérios:

Determinação	Identificação do lançamento na máscara de cálculo no sistema LabWin	Identificação da carta controle no módulo <i>Charts</i> no sistema LabWin	Reporte dos dados lançados no sistema LabWin	Aplicação da análise
Branco	Branco	Bco_	Automática	Não aplicável
Padrão Verificação	Padrão	Pd_	Automática	Não aplicável
Padrão Verificação Duplicada	Padrão Dup	PdDup_	Automática	Não aplicável
Amostra Fortificada	xxxx/xx Spk	Spk_	Automática	Não aplicável
Amostra Fortificada Duplicada	xxxx/xx Spk Dup	SpkDup_	Manual	Não aplicável
Amostra Duplicada	xxxx/xx Dup	Dup_	Manual	Aplicável

Nota: X será identificado pelo sequência numérica.

6.6.3 Executar no intervalo de 1 mês, ou seja, a cada 30 dias a verificação Intermediária dos cones imhoff e registrar no FRM-ME-614-02 - Verificação intermediária SERVAQ_Sólidos sedimentáveis, respeitando os critérios da norma DIN 12672.

6.6.4 Os FRM-ME-614-02 - Verificação intermediária SERVAQ_Sólidos sedimentáveis, respeitando os critérios da norma DIN 12672, preenchidos com as checagens realizadas mensais devem ser armazenados na área interna do SERVAQ os arquivos digitais e/ou local destinado pela gestão do SERVAQ os arquivos físicos.

Nota: Considerar como batelada uma quantidade de até 5 (cinco) amostras analisadas nas mesmas condições, em um mesmo dia, ou maiores que 5 e menores que seus múltiplos, analisando sempre a última amostra nessas condições.

6.7 Cálculos e Expressão dos Resultados

6.7.1 Registrar todos os volumes do material que sedimentou e os volumes de amostras utilizadas. Caso existam bolsões de líquido presos entre o material que sedimentou, subtrair seu volume estimado do volume total do material sedimentado (ver item 6.6.3).

6.7.2 Expressar os resultados finais como *sólidos sedimentáveis (1 h)* em *mL/L*, reportando conforme a tabela a seguir:

Faixa de sólidos sedimentáveis encontrada (mL/L)	Reportar o resultado
Menor que 0,1	Como menor que 0,1 <i>mL/L</i>
Igual ou maior que 0,1 e menor que 10,0	Com 1 algarismo após a vírgula
Igual ou maior que 10,0	Somente com números inteiros

6.7.3 Caso esteja disponível no laboratório um sistema informatizado para lançamento dos dados (por exemplo, o *LabWin*), os valores dos volumes de amostras e pesos obtidos nas análises devem ser lançados no sistema para que ele execute quaisquer cálculos e expresse os resultados diretamente, conforme os critérios estabelecidos.

6.7.4 A Estimativa da Incerteza de Medição é realizada de acordo com os critérios definidos no POP-INEA-GERLAB-635 – Incerteza de Medição Labwin UNC. A incerteza estimada da medição será incluída no relatório de ensaio, somente quando ela for relevante para a validade ou aplicação dos resultados de ensaios, quando requerida pelo cliente ou quando afetar a conformidade com um limite especificado.

7 REGISTROS

- **FRM-ME-614-01:** Memória análise e cálculos SERVAQ_Sólidos sedimentáveis;
- **FRM-ME-614-02** - Verificação intermediária SERVAQ_Sólidos sedimentáveis.

8 ANEXOS

Não aplicável.

9 HISTÓRICO DA ÚLTIMA REVISÃO

Atualização para adequação ao POP-INEA-GERLAB-104, NOI-INEA-01-R1 e *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 24^a ed., EUA, 2023.