

REVISTA AIDIS

de Ingeniería y Ciencias Ambientales:
Investigación, desarrollo y práctica.

MODELO PARA VERIFICAÇÃO DA AMOSTRAGEM DE EFLUENTES LÍQUIDOS EM MINAS GERAIS, BRASIL

*Arthur Couto Neves¹
Nilton de Oliveira Couto e Silva²
Marcos Paulo Gomes Mol¹

VERIFICATION MODEL OF WASTEWATER SAMPLING IN MINAS GERAIS, BRAZIL

Recibido el 21 de junio de 2016; Aceptado el 4 de mayo de 2018

Abstract

Disposal of untreated industrial wastewater in water bodies generates negative impacts to the environment. To discharge industrial wastewater to the local sewage network, it is required to follow monitoring program of wastewater conditions, when applicable, regulated by the local sanitation company. In Minas Gerais, Brazil, some industrial wastewater generators can opt to discharge in Minas Gerais Sanitary Company - COPASA's sewage system, however the requirements from Norma Técnica T187/5 must be followed, which defines the maximum concentrations permitted for some substances. Sample collection process for wastewater and its accurate representation are a challenge for those involved. Therefore, the aim of this paper is to present a model of checklist for the assurance of quality in the collection of wastewater process, using as guide the Norma Técnica ABNT: NBR 9898/1987, the Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras - GNCPA and the Standard Methods of Examination of Water and Wastewater - SMEWW. A comparative table was elaborated including these references, also a checklist was made, composed of questions that works as a guideline to evaluate the quality in the collection of wastewater. The checklist was tested in some business, in order to best fit the demand of its users. The improvement of management system is hoped, by assuring the preservation of the samples' characteristics as maximum as possible and turning wastewater sample collection more rigorous. Assuring a more representative sample for analysis is a way to get trustful results from industrial activities that have a potential negative impact to the environment.

Keywords: environmental audit, environmental management, environmental monitoring, industrial effluents.

¹ Diretoria de Pesquisa e Desenvolvimento. Fundação Ezequiel Dias. Belo Horizonte, Brasil.

² Diretoria do Instituto Octavio Magalhães. Fundação Ezequiel Dias. Belo Horizonte, Brasil.

*Autor correspondente: Serviço de Desenvolvimento Tecnológico Farmacêutico, Diretoria de Pesquisa e Desenvolvimento. Fundação Ezequiel Dias – FUNED. Rua Conde Pereira Carneiro, 80. Bairro Gameleira. Cidade Belo Horizonte. Estado Minas Gerais. Código Postal (CEP) 30510-010. Brasil. Email: coutoarthur@gmail.com

Resumo

O descarte em corpos d'água de efluentes líquidos industriais não tratados gera impactos ambientais negativos. No caso de lançamento dos efluentes líquidos em sistemas de coleta de esgotos sanitários, é necessário atender a programas de monitoramento de efluentes líquidos, quando pertinente, regulados pela companhia de saneamento local. Em Minas Gerais, Brasil, alguns geradores de efluentes líquidos podem optar pelo lançamento na rede coletora da Companhia de Saneamento de Minas Gerais - COPASA, desde que sigam os requisitos da Norma Técnica T187/5, que define limites máximos para algumas substâncias. O processo de amostragem dos efluentes líquidos, bem como sua correta representatividade, são desafios para os profissionais envolvidos. Portanto, o objetivo deste artigo é apresentar uma proposta de checklist para verificação da qualidade da coleta de efluentes líquidos, baseado na norma técnica ABNT: NBR 9898/1987, no Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras - GNCPA e no Standard Methods of Examination of Water and Wastewater - SMEWW. Foi elaborada uma tabela comparativa das fontes consultadas e um checklist contendo perguntas que direcionam para a avaliação da coleta de efluentes líquidos. O checklist foi testado em alguns empreendimentos, visando ajustá-lo da melhor forma à demanda dos usuários. Espera-se, portanto, aprimorar o sistema de gestão e, assim, assegurar ao máximo possível a preservação das características dos efluentes coletados, tornando o processo de amostragem dos efluentes mais criterioso. Assegurar a representatividade do efluente para sua análise é uma forma de conseguir dados confiáveis das atividades industriais que são potenciais geradores de impactos ambientais negativos.

Palavras chave: auditoria ambiental, efluentes industriais, gestão ambiental, monitoramento ambiental.

Introdução

A atividade industrial é uma das principais fontes de contaminação dos corpos d'água, quando os efluentes líquidos são lançados sem o tratamento adequado (Jordão *et al.*, 1999). Os efluentes líquidos industriais possuem características que podem variar dependendo da sua origem, com potencial de ocasionar diferentes tipos de contaminação ao meio ambiente. Na composição dos efluentes líquidos podem ser encontradas substâncias com características de toxicidade, corrosividade, reatividade, patogenicidade, teratogenicidade, mutagenicidade, carcinogenicidade, além da presença de compostos recalcitrantes, que são resistentes aos sistemas biológicos de tratamento de efluentes líquidos e pouco biodegradáveis (Alvares *et al.*, 2001).

Os diferentes impactos ambientais negativos provenientes dos efluentes líquidos dependem de sua fonte de geração. A composição dos efluentes gerados na indústria de papel e celulose, têxtil, farmacêutica e de síntese de pesticidas, por exemplo, geralmente possuem compostos recalcitrantes (Almeida *et al.*, 2004). Outras características como alta demanda bioquímica de oxigênio (DBO), turbidez elevada, cor ou sólidos suspensos também podem estar associados aos efluentes líquidos industriais (Peralta-Zamora *et al.*, 1997).

A principal legislação brasileira que estabelece critérios para as condições de lançamento dos efluentes líquidos em corpos d'água é a Resolução Conselho Nacional do Meio Ambiente - CONAMA nº 430/2011 (Brasil, 2011), que preconiza que "os efluentes de qualquer fonte poluidora somente poderão ser lançados diretamente nos corpos receptores após o devido

tratamento e desde que obedeçam às condições, padrões e exigências dispostos nesta norma". Os empreendimentos industriais localizados em centros urbanos podem optar por lançar seus efluentes líquidos nas redes coletoras da companhia de saneamento local, desde que atendam aos critérios técnicos específicos estabelecidos. Dessa forma, a companhia de saneamento torna-se responsável por garantir o cumprimento dos critérios previstos na resolução, e pode adotar regras específicas para gerenciar e fiscalizar os empreendimentos que lançam efluentes em sua rede coletora.

No estado de Minas Gerais, a Companhia de Saneamento de Minas Gerais - COPASA atende vários municípios e possui um programa de recebimento e controle de efluentes para usuários não domésticos no seu sistema de esgotamento sanitário. Os participantes deste programa devem seguir a Norma Técnica T187/5 (COPASA, 2014), que define limites máximos de concentração para 40 parâmetros diferentes que devem ser seguidos para que o efluente do emissor possa ser despejado em sua rede coletora. Também é exigido dos empreendimentos participantes a elaboração de um plano de automonitoramento, que contém procedimentos e exigências para coleta de amostras dos efluentes líquidos, sendo elaborado e executado pelo usuário e aprovado pela companhia de saneamento (COPASA, 2014).

Para que o plano de automonitoramento gere dados confiáveis e representativos sobre o efluente, é necessária uma seleção criteriosa dos métodos de análise para cada parâmetro, bem como seguir completamente as orientações de preservação para que a amostra mantenha suas características até o momento da realização da análise laboratorial. Os pontos de coleta de amostras de efluente devem ser definidos de acordo com a atividade do empreendimento e a regularidade de geração de efluentes. Tais cuidados são necessários para preservar a composição qualitativa e quantitativa dos efluentes (Brandão *et al.*, 2011).

Considerando que o serviço de coleta e análise de efluentes líquidos muitas vezes é realizado por laboratórios terceirizados, que prestam serviço aos empreendimentos geradores dos efluentes líquidos, evidenciou-se a necessidade de proposição de uma ferramenta de avaliação da coleta de amostra dos efluentes líquidos. Assim, o objetivo deste artigo é apresentar o documento criado como modelo de verificação da qualidade da coleta de efluentes líquidos, baseado na norma técnica ABNT NBR 9898/1987, no Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras - GNCPA e no Standard Methods of Examination of Water and Wastewater – SMEWW. Espera-se aprimorar o sistema de gestão e, assim, assegurar ao máximo possível a preservação das características do efluente coletado, tornando o processo de amostragem dos efluentes mais criterioso.

Método

O checklist foi elaborado com base no SMEWW (APHA *et al.*, 2017), na norma técnica NBR 9898 (ABNT, 1987) e no GNCPA (Brandão *et al.*, 2011), compilando os métodos de preservação destas

normas para os parâmetros definidos pela Norma Técnica T187/5 (COPASA, 2014). Os métodos de preservação devem ser executados pelos responsáveis pela realização da amostragem dos efluentes líquidos. O gerador do efluente líquido é responsável pelo processo de amostragem, independente de optar pela terceirização do serviço. Portanto, o modelo de checklist proposto pode servir como uma ferramenta para tornar mais criterioso o monitoramento do processo de coleta de efluentes, favorecendo a verificação dos cuidados imprescindíveis para a proteção da integridade das amostras durante o procedimento da coleta, armazenamento e preservação, seguindo as diretrizes do SMEWW (APHA *et al.*, 2017), de forma a assegurar a melhor representatividade possível do efluente coletado.

Foram observadas nomenclaturas distintas para os mesmos parâmetros, se comparadas às normas contempladas neste estudo. Desta forma, adotou-se a nomenclatura definida na Norma Técnica T187/5 (COPASA, 2014), por ser a normativa referência para os empreendimentos geradores de efluentes líquidos que adotarão o checklist proposto neste artigo. Apesar do modelo de checklist ter como referência o atendimento à norma da COPASA, adaptações podem ser feitas pelos usuários para que o checklist atenda às demandas dos empreendimentos onde a amostragem do efluente líquido ocorrer.

O checklist contempla diferentes etapas da coleta dos efluentes líquidos, incluindo a avaliação documental do prestador do serviço, os critérios de armazenamento das amostras, a realização das medições de campo, os registros gerados no momento da coleta, os procedimentos de coleta, a higiene durante o procedimento e, por fim, uma avaliação sobre o resultado final. São 26 campos a serem preenchidas no formulário, sendo respondidas como “Sim”, “Não” ou “Parcial”. Há um campo para observações, que deve ser utilizado para quaisquer ocorrências fora da normalidade ou outras informações consideradas pertinentes.

Foram realizados testes do checklist em empreendimentos localizados no Estado de Minas Gerais, selecionados aleatoriamente, durante o ano de 2016. As respostas foram avaliadas segundo os requisitos das normativas, buscando avaliar quão prático e compreensível o checklist está para o usuário que preencheu o formulário. Portanto, foi possível adequar o checklist às demandas apresentadas pelos participantes. Ainda assim, ressalta-se que novos ajustes devem ser realizados sempre que o usuário perceber necessidade.

Resultados

Considerando que o checklist foi elaborado com base no SMEWW (APHA *et al.*, 2017), na norma técnica NBR 9898 (ABNT, 1987) e no GNCPA (Brandão *et al.*, 2011), a Tabela 1 apresenta informações das referências, bem como indica os parâmetros obrigatórios definidos pela Norma Técnica T 187/5 (COPASA, 2014).

Tabela 1. Comparação das recomendações SMEWW, GNCPA e NBR 9898 para coleta de efluentes líquidos por parâmetro estabelecido pela Norma COPASA T 187/5.

Parâmetros	Tipo de frasco			Volume mínimo (mL)			Preservação			Prazo para análise		
	SMEWW*	NBR 9898	GNCPA	SMEWW*	NBR 9898	GNCPA	SMEWW*	NBR 9898	GNCPA	SMEWW*	NBR 9898	GNCPA
Boro Total	FP, quartzo	P	P*, V*	1000	100	250	HNO3*	Refrigerar a 4°C	HNO3; Refrigerar a 4°C ± 2°C*	28 d	28 d	28 d
Cianeto Total	P, V, FP	P, V*	P, V	1000	500	250	NaOH*; Refrigerar, 6°C	NaOH; Refrigerar a 4°C*	NaOH*; Refrigerar a 4°C ± 2°C	24 h	24 h	24 h
Cromo Hexavalente	P*, V*, FP*	P, V	P*, V*	250	300	250	Sulfato de amônio*; Refrigerar, 6°C	Refrigerar a 4°C*	Refrigerar a 4°C ± 2°C	28 d	24 h	24h
DBO	P, V, FP	P, V	P, V	1000	2000	2000*	Refrigerar, 6°C	Refrigerar a 4°C	Refrigerar a 4°C ± 2°C	6 h	7 d	24h*
DQO	P, V, FP	P, V	P, V	100	100	250	H2SO4*; Refrigerar 6°C	HCl ou H2SO4; Refrigerar a 4°C*	H2SO4*; Refrigerar a 4°C ± 2°C*	7 d	7 d	7 d*
Fenóis Totais	P, V, FP*	V	V*	500	1000	1000	H2SO4*; Refrigerar, 6°C	H3PO4; Refrigerar a 4°C*	H2SO4*; Refrigerar a 4°C ± 2°C*	*	24 h	28 d*
Ferro Solúvel	**	P, V	P*, V*	**	1000	100	**	HNO3*	Refrigerar a 4°C ± 2°C*	**	6 m	6 m
Fluoreto Total	P	P	P	100	1000	250	-	-	Refrigerar a 4°C ± 2°C	28 d	28 d	28 d
Gorduras, Óleos e Graxas	V* BL	V, BL	V BL*	1000	1000	1000	HCl ou H2SO4*; Refrigerar, 6°C	HCl ou H2SO4*	HCl; Refrigerar a 4°C ± 2°C*	28 d	28 d	28 d

Parâmetros	Tipo de frasco			Volume mínimo (mL)			Preservação			Prazo para análise		
	SMEWW*	NBR 9898	GNCPA	SMEWW*	NBR 9898	GNCPA	SMEWW*	NBR 9898	GNCPA	SMEWW*	NBR 9898	GNCPA
Mercúrio Total	P*, V*, FP	P, V	P*, V*	500	500	250	Adicionar HNO3* Refrigerar a 6°C	HNO3; Refrigerar a 4°C*	HNO3; Refrigerar a 4°C ± 2°C*	24 d	24 d	28 d
Metais	P*, V*, FP*	P, V	P*, V*	1000	1000	250	HNO3*	HNO3*	HNO3; Refrigerar a 4°C ± 2°C*	6 m	6 m	6 m
Nitrogênio Amoniacal Total	P, V, FP	P, V	P, V	500	1000	250	Adicionar H2SO4* Refrigerar, 6°C	H2SO4*	H2SO4*; Refrigerar a 4°C ± 2°C	7 d	24 h	7 d
pH	P, V	P, V	-	50	200	-	Ensaio imediato	Refrigerar a 4°C	-	0.25 h	6 h*	Ensaio imediato
Prata Total	**	P, V*	P*, V*	**	250	250*	**	HNO3*	HNO3; Refrigerar a 4°C ± 2°C*	**	10 d	6 m*
Sólidos Sedimentáveis	P, V	P, V	P, V	1000	1000	1500	Refrigerar, 6°C	Refrigerar a 4°C	Refrigerar a 4°C ± 2°C	7 d	7 d	24h
Sulfatos	P, V, FP	P, V	P	100	300	250	Refrigerar, 6°C	Refrigerar a 4°C	Refrigerar a 4°C ± 2°C	28 d	7 d	28 d
Sulfeto Total	P, V, FP	V	V*	100	1000	300	NaOH*	NaOH*	Refrigerar a 4°C ± 2°C*	28 d	7 d	7 d
Temperatura	P, V, FP	-	-	-	-	-	-	-	-	0.25 h	-	-

Fonte: APHA et al. (2017), ABNT (1987), Brandão et al. (2011), COPASA (2014).

Legenda: P= plástico (polietileno); V= vidro; V BL= vidro de boca larga; FP= frasco de PTFE (teflon); s= simples; c= composta; d= dias; m= meses; h= horas; *= maiores informações na referência **=informações similares ao parâmetro Metais conforme o SMEWW.

O checklist proposto neste artigo encontra-se na Tabela 2, a seguir:

Tabela 2. Roteiro para avaliação da coleta de efluentes líquidos segundo Norma COPASA T-187/5

Roteiro para Avaliação da Coleta de Efluentes Líquidos (segundo Norma COPASA T-187/5)					
Nome do Coletor:		Data:			
Nome do Avaliador:		Empresa:			
Avaliação Documental (prévia à data da coleta)		S Sim	N Não	P Parcial	Observações
1 ^a	O responsável (empresa) que executará a coleta e análise dos efluentes apresentou a lista de ensaios e serviços reconhecidos?				
2 ^b	O escopo acreditado (lista de ensaios) engloba todos os parâmetros a serem analisados, de acordo com o plano de monitoramento de efluentes líquidos aprovado junto à companhia de saneamento (conforme ABNT NBR ISO/IEC 17025) (ABNT, 2017)?				
3 ^b	O limite de quantificação dos ensaios é compatível com os parâmetros a serem analisados? PS: O limite de quantificação deve ser menor do que o limite máximo do parâmetro				
4 ^a	Solicitar o registro de calibração do termômetro e do pHmetro a serem utilizados no dia da coleta, A empresa que gerou o laudo de calibração é reconhecida pela Rede Brasileira de Calibração - RBC (consultar no site da RBC)? Verificar acreditação para os grupos de serviço de calibração: "físico-químico" e "temperatura e umidade",				
	Pelo registro do laudo de calibração dos equipamentos, os padrões contemplaram valores próximos às faixas citadas abaixo?				-
	pH: 4, 7 e 10 (sugestão)				
	Temperatura: 4º, 20º e 45º (sugestão)				
5 ^c	Verifique todos os parâmetros definidos pela companhia de saneamento, a serem monitorados (de acordo com o plano de monitoramento de efluentes líquidos). Foi possível estimar o volume mínimo das coletas (amostras simples e compostas), avaliando os métodos a serem adotados conforme campo 2? PS: Consultar o Standard Methods of Examination of Water and Wastewater (APHA <i>et al.</i> , 2017)				
Armazenamento das amostras		S Sim	N Não	P Parcial	Observações
6 ^{c,d,e}	Os frascos destinados para armazenar os efluentes estão devidamente identificados? (Metais, Cianetos totais, Cromo hexavalente, DQO, Fenóis totais; Gorduras, óleos e graxas, Nitrogênio amoniacal total, Substâncias tensoativas – ATA, Sulfeto total e Ferro solúvel). Deve haver no mínimo 10 (dez) frascos. Anotar o número de frascos no campo observações e os parâmetros identificados nos frascos.				
7 ^{c,d,e}	Na amostragem, foi utilizado 1 (um) frasco de vidro de boca larga para o parâmetro gorduras, óleos e graxas?				
8 ^{c,d,e}	Na amostragem, foi utilizado 1 (um) frasco de PTFE (teflon) ou outro fluoropolímero para o parâmetro boro (ou para todos os metais)?				
9 ^{d,e}	O coletor evitou tocar com as mãos a parte interna dos frascos e das tampas?				-
	Coleta 1				
	Coleta 2				
	Coleta 3				

10 ^{d,e}	Os recipientes para amostras estão sendo abertos somente o tempo necessário ao seu preenchimento?				-
	Coleta 1				
	Coleta 2				
	Coleta 3				
11 ^{d,e}	Os recipientes estão mantidos ao abrigo do sol e refrigerados?				-
	Coleta 1				
	Coleta 2				
	Coleta 3				
Medições e registros imediatos		S Sim	N Não	P Parcial	Observações
12 ^{c,d,e}	A medição de pH e temperatura está sendo feita para cada alíquota da amostra composta?				-
	Coleta 1 Horário da coleta:				pH: Temp: °C
	Coleta 2 Horário da coleta:				pH: Temp: °C
	Coleta 3 Horário da coleta:				pH: Temp: °C
	Coleta 4 Horário da coleta:				pH: Temp: °C
	Coleta 5 Horário da coleta:				pH: Temp: °C
	Coleta 6 Horário da coleta:				pH: Temp: °C
13 ^{c,d,e}	O coletor está registrando cada informação em planilha apropriada, imediatamente após cada coleta (aplicável a coletas simples ou alíquotas da coleta composta)?				
14 ^c	As amostras estão sendo mantidas refrigeradas a 6°C ou menos? PS 1: Anotar abaixo a temperatura do interior da caixa em que as amostras estão sendo mantidas - no mínimo 3 medições feitas ao longo da realização da coleta composta. PS 2: A refrigeração não pode ser realizada com gelo seco PS 3: Solicitar ao laboratório que faça o registro da temperatura da amostra no momento em que ela chegar ao laboratório para análise (sugestão: registrar no laudo).				
	Medição 1 Horário da coleta:				Temp: °C
	Medição 2 Horário da coleta:				Temp: °C
	Medição 3 Horário da coleta:				Temp: °C
	Medição final Na chegada da amostra no laboratório				Temp: °C
Procedimentos de coleta		S Sim	N Não	P Parcial	Observações
15 ^a	Os equipamentos utilizados na coleta possuem selo de calibração por empresa reconhecida pela Rede Brasileira de Calibração - RBC? (Conferir pHmetro e termômetro)				
	O prazo de validade mencionado no selo de calibração está ativo?				
16 ^d	Foi feita ambientação nos equipamentos (recipientes de coleta) utilizados para recolhimento de cada alíquota, usando o efluente do próprio local? PS: não deve ser feito ambiente nos frascos de armazenamento das amostras, pois eles podem conter reagentes preservantes.				-
	Coleta 1				
	Coleta 2				
	Coleta 3				
	Coleta 4				
	Coleta 5				
	Coleta 6				
17 ^f	O período de coleta composta abrangeu todo o horário de funcionamento da empresa? PS1: Empresas que funcionam 24h devem ser monitoradas durante o período de um dia PS2: Anotar o horário inicial e final da coleta composta				Data: / / Hora inicial: Data: / / Hora final:

18 ^d	A coleta composta está sendo feita em alíquotas que permitam atingir no mínimo calculado no campo 5? PS1: multiplicar o número de coletas pelo volume de cada alíquota coletada. Registrar o volume de cada alíquota no campo observações e verificar se cada coleta está atendendo ao volume proposto. PS2: Volume sugerido: 6.0 L				Volume de cada alíquota coletada:
19 ^c	Foram realizadas coletas simples, armazenadas imediatamente após a coleta, em frascos específicos que totalizam no mínimo 1.25 L? PS: Não pode ser considerada a fração descrita no campo 18 (dedicada a coleta composta).				
20 ^{c,d,e}	Os frascos dedicados a coleta simples estão devidamente preservados? (Deve conter preservante químico e ser mantido em ambiente refrigerado).				
21 ^{c,d,e}	Foi realizada filtração da amostra de efluente para análise de ferro solúvel? A filtração deve ser realizada no momento da coleta.				
22 ^{c,d,e}	O frasco dedicado ao parâmetro ferro solúvel foi devidamente preservado após filtração? (Deve conter preservante químico e ser mantido em ambiente refrigerado).				
Higiene durante o procedimento		S Sim	N Não	P Parcial	Observações
23 ^e	O coletor higienizou as mãos antes de iniciar o procedimento de coleta? PS: recomendado ter álcool gel ou líquido para este procedimento.				
24 ^{d,e}	O(s) coletor(es) está(ão) trabalhando devidamente protegido(s)? - observar o uso de equipamentos de proteção individual (EPI), tais como uniforme, luvas, botas e, em alguns casos, máscaras.				
	Uniforme				
	Luvas				
	Botas				
	Máscara - registrar em observações se não aplicável				
	Óculo de proteção - registrar em observações se não aplicável				
25 ^e	O coletor está evitando o contato direto com o efluente? Observar se houve contato do efluente com alguma parte do corpo do trabalhador que estava desprotegida (registrar em observações).				
	O coletor higienizou as mãos ao final do procedimento de coleta?				
Pós coleta (solicitar resultados parciais de alguns parâmetros)		S Sim	N Não	P Parcial	Observações
26 ^{c,d}	No laudo final, são apresentadas informações sobre a data e hora das coletas e das análises de cada parâmetro. A data de realização das análises estão de acordo com o SMEWW (APHA <i>et al.</i> , 2017) e o GNCA (Brandão <i>et al.</i> , 2011) para cada parâmetro?				
	PS1: Cianeto total deve ser analisado em até 24h após a coleta (prazo máximo de 14 dias em caso de ausência de sulfeto),				
	PS2: Sólidos sedimentáveis devem ser analisados em até 24h após a coleta (de acordo com o GNCA) (Brandão <i>et al.</i> , 2011).				
	PS3: É sugerido que a DBO seja analisada em até 6h após a coleta (prazo máximo permitido 48h).				
	PS4: DQO e Nitrogênio amoniacal total devem ser analisados em até 7 dias após a coleta.				
	PS4: Muitos parâmetros devem ser analisados entre 28 dias e 6 meses.				

Legenda: ^a= Deliberação Normativa COPAM nº 216, de 27 de outubro de 2017 (Minas Gerais, 2017), ^b= ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 (ABNT,2017), ^c= SMEWW (APHA *et al.*, 2017), ^d= Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras (Brandão *et al.*, 2011), ^e= NBR 9898 (ABNT,1987), ^f= COPASA T-187/5 (COPASA, 2014). Quando a pergunta for não aplicável, anular o campo avaliação.

O checklist foi desenvolvido com o intuito de ser preenchido a cada acompanhamento da coleta, sendo recomendado que o campo “Avaliação Documental” seja preenchido uma semana antes do início da coleta. Os demais parâmetros devem ser preenchidos no momento da coleta. Alguns campos do checklist estão sendo propostos no formato amostral, ou seja, indicando que se acompanhe de três a seis procedimentos de coleta de alíquotas, conforme os campos nº 9, 10, 11, 12, 14 e 16 da Tabela 2. Contudo, é recomendado acompanhar todas as coletas de alíquotas possíveis, o que geraria maior confiabilidade em relação ao procedimento de amostragem. Nestes casos, o formulário pode ser ajustado inserindo novas linhas para que todos os registros sejam feitos adequadamente, de acordo com a demanda do usuário.

Para o cálculo do volume mínimo de efluentes líquidos a serem amostrados, visando tornar viável a realização da análise laboratorial de todos os parâmetros, foram adotadas a tabela 1060: I do SMEWW (APHA *et al.*, 2017) e as recomendações de Brandão *et al.* (2011). Destaca-se que métodos distintos podem requer diferentes volumes de amostra. A Tabela 3, a seguir, aponta a composição dos parâmetros para se chegar no volume mínimo a ser coletado adotado nesta pesquisa.

Tabela 3. Relação de volume mínimo e tipo de coleta por parâmetro a ser analisado

Parâmetro	Volume mínimo	Unid.	Tipo de coleta	Fonte
Cianeto total	1000	mL	s, c **	SMEWW
Cromo hexavalente	250	mL	s	SMEWW
DBO	1000	mL	s, c **	SMEWW
DQO	100	mL	s, c **	SMEWW
Fenóis	500	mL	s, c **	SMEWW
Ferro solúvel*	100	mL	s, c **	SMEWW/GNCPA
Fluoreto total	100	mL	s, c **	SMEWW
Metais	1000	mL	s, c **	SMEWW
Nitrogênio amoniacal total	500	mL	s, c **	SMEWW
Gorduras, óleos e graxas	1000	mL	s	SMEWW
Sólidos sedimentáveis	1500	mL	s, c **	SMEWW/GNCPA
Sulfatos	100	mL	s, c **	SMEWW
Sulfeto total	100	mL	s, c **	SMEWW
Total – geral (s+c)	7250	mL	-	-
Total – coleta simples (s)	1250	mL	-	-
Total - coleta composta (c)	6000	mL	-	-

*filtrar no momento da coleta; ** pode ser realizada coleta simples (s) ou composta (c)

Fonte: APHA *et al.* (2017), Brandão *et al.* (2011).

Apesar de não obrigatório, o cálculo da vazão do efluente é outra informação que pode ser obtida e ficar registrada no campo observações, sendo sugerida sua medição a cada alíquota coletada.

Discussão

Algumas companhias de saneamento, como é o caso da COPASA em Minas Gerais, adotam programas para garantir o gerenciamento dos efluentes líquidos e atender aos parâmetros estabelecidos pela resolução nacional, mesmo com a mistura dos efluentes industriais e esgoto doméstico (COPASA, 2014). As atividades industriais cujos efluentes são lançados nas redes coletoras devem efetivar programas de monitoramento e análise dos efluentes líquidos periodicamente, tornando possível o gerenciamento dos impactos desse lançamento e adoção de medidas preventivas ou corretivas no controle da qualidade do efluente, caso necessário (Brandão *et al.*, 2011).

O monitoramento da coleta de efluentes se torna mais complexo à medida que o número de parâmetros a serem analisados é maior, pois cada um deles pode requerer um tipo de preservação específico que difere dos demais, fazendo com que seja necessário o armazenamento em frascos distintos. A Norma Técnica T187/5 (COPASA, 2014) apresenta 40 parâmetros a serem monitorados, sendo que alguns podem sofrer alterações químicas ao longo do tempo, caso não sejam preservados da forma correta. Metais podem precipitar-se como hidróxidos, ou formar complexos com outros constituintes; os cátions e ânions podem mudar o estado de oxidação; íons podem ser adsorvidos na superfície interna do frasco de coleta; e outros constituintes podem dissolver-se ou volatilizar-se com o tempo além da ação biológica que pode conduzir à alteração da valência de elementos ou radicais (Brandão *et al.*, 2011).

O lançamento de efluentes industriais na rede pública de coleta terá um potencial de impacto variável na estação de tratamento de esgoto, dependendo de fatores como diluição, os seus constituintes, tipos de poluente e o processo usado para o tratamento. Desse modo, a condição de aceitação do recebimento do efluente na rede de esgotamento considera os parâmetros apresentando valores inferiores aos limites máximos aceitáveis. Caso os resultados excedam o máximo permitido, para quaisquer parâmetros, pode ser necessário um pré-tratamento do efluente líquido em questão, visando estar regular com o lançamento na rede pública de coleta (Silva *et al.*, 2007).

Falhas no monitoramento de efluentes podem comprometer o bom funcionamento do sistema de esgotamento sanitário, através de interferências como rompimento de coletores devido à corrosão, além da diminuição da seção por causa do assoreamento e incrustações. Muitos desses problemas podem estar associados ao lançamento de efluentes ácidos ou alcalinos, ou contendo concentrações altas de sulfetos, sulfatos, óleos, graxas e excesso de sólidos sedimentáveis,

ressaltando assim a importância do correto monitoramento dos efluentes líquidos, especialmente quando provenientes de atividades industriais. Dependendo das características do efluente lançado, pode haver danos no sistema de tratamento, como no caso do tratamento de efluente através de lodo ativado, que são sensíveis a modificações físico-químicas no efluente (Delatorre Junior *et al.*, 2007).

Independente da origem do efluente líquido, não é possível obter a completa estabilidade de todos os seus constituintes na amostragem. Contudo, é de grande importância o uso de técnicas de preservação para assegurar a máxima representatividade da amostra possível, sendo recomendado o uso de frascos adequados, adição de produtos preservantes e o armazenamento sugerido pelos métodos estabelecidos pelas normativas de cada ensaio. Todos os cuidados são necessários para que os constituintes não sofram interferências decorrentes de ações biológicas, alterações químicas ou volatilidade de compostos, sendo primordial a manutenção das características morfológicas e fisiológicas das amostras até o momento do ensaio. As recomendações podem ser distintas para cada ensaio, sendo fundamental o cumprimento criterioso das recomendações do SMEWW (APHA *et al.*, 2017). A preservação pode ser realizada de diferentes maneiras, tanto através da adição de reagentes químicos no momento da amostragem quanto através do resfriamento da amostra (APHA *et al.*, 2017).

Outro cuidado necessário com a preservação das características dos parâmetros é o método de armazenamento usado, uma vez que alguns parâmetros presentes nas normas técnicas das companhias de saneamento, como o caso da COPASA, podem ter suas características alteradas rapidamente. Exemplificando, recomenda-se avaliar o tipo de frasco utilizado para cada parâmetro, pois algumas análises podem ter seus resultados alterados devido ao contato da amostra com o material do frasco. Alguns componentes podem ser absorvidos pelas paredes do recipiente, ou sofrer alterações. Contaminantes de frascos de plástico podem interferir na amostra (APHA *et al.*, 2017).

Ainda se destaca que alguns empreendimentos estão localizados em prédios antigos, com estrutura de acesso às caixas de passagem de efluentes líquidos precária. Isto representa um desafio operacional no momento da coleta e amostragem dos efluentes líquidos. Recomenda-se a adequação das caixas de coleta e criação de pontos de visita seguindo as normas técnicas das companhias de saneamento.

As referências SMEWW (APHA *et al.*, 2017), NBR 9898 (ABNT, 1987) e GNCPA Brandão *et al.* (2011) divergem em alguns aspectos metodológicos propostos, como o tipo de frasco para armazenamento das amostras. Enquanto o SMEWW (APHA *et al.*, 2017) sugere usar vidro somente para o parâmetro gordura, óleos e graxas, a NBR 9898 (ABNT, 1987) e o GNCPA (Brandão *et al.*, 2011) sugerem o uso do vidro também para os parâmetros fenóis totais e sulfeto total. Adotou-se neste artigo, prioritariamente, as orientações presentes na tabela 1060: I do SMEWW

(APHA *et al.*, 2017). Ainda sobre o tipo de frasco para armazenamento, é recomendado pelo SMEWW (APHA *et al.*, 2017) o uso de frasco de PTFE (teflon) ou outro fluoropolímero quando for realizar a análise do parâmetro boro. Sendo assim, é recomendado adotar para todos os metais o mesmo tipo de frasco, para evitar que se tenha um frasco específico para realizar a análise deste parâmetro.

Devido estas diferenças observadas entre as normas, o volume mínimo de coleta apresentado na Tabela 3 foi proposto de forma que todas as três normas consultadas fossem contempladas, ou seja, considerando o caso mais crítico. Ressalta-se que adaptações ao checklist (Tabela 2) devem ser realizadas de acordo com a metodologia selecionada pelo usuário.

Neste estudo, as técnicas de amostragem usadas abrangem a amostragem simples e composta. A primeira é uma coleta feita em um ponto específico durante um dado momento, que representa as características do efluente apenas no momento e local em que foi amostrada. Por outro lado, a amostragem composta é uma técnica mais representativa, realizada através de alíquotas em diferentes intervalos de tempo, que representam a amostragem como se fosse uma combinação de várias amostras simples. A coleta composta não é recomendada para alguns parâmetros, que apresentam propriedades instáveis (APHA *et al.*, 2017).

Segundo orientações da APHA *et al.* (2017), os parâmetros como hexavalente e gorduras, óleos e graxas devem ser amostrados através de coleta simples. Segundo Brandão *et al.* (2011), tanto óleos e graxas quanto sulfetos devem ser amostrados por coleta simples. Por outro lado, segundo a NBR 9898 (ABNT, 1987), apenas a análise de óleos e graxas é recomendada por coleta simples.

As fontes consultadas, SMEWW (APHA *et al.*, 2017), NBR 9898 (ABNT, 1987) e GNCPA (Brandão *et al.*, 2011), sugerem que a análise de qualquer metal solúvel seja realizada incluindo a filtração da amostra imediatamente após a coleta do efluente líquido. A Norma Técnica T187/5 (COPASA, 2014) define a necessidade de monitoramento do ferro solúvel, sendo este o único metal dissolvido exigido. O profissional responsável pela coleta dos efluentes líquidos deve possuir equipamentos adequados para que seja possível a filtração no momento da amostragem.

Um destaque deve ser dado aos parâmetros associados aos metais. Apesar de haver um limite distinto para cada metal referenciado na Norma Técnica T187/5 (COPASA, 2014), há um valor total permitido para a soma das concentrações dos metais pesados: “o somatório das concentrações dos parâmetros referentes à série de metais pesados (arsênio, cádmio, chumbo, cobalto, cobre, cromo trivalente, estanho, mercúrio, níquel, selênio, zinco e vanádio), permitido para lançamento na rede coletora pública de efluentes, é de 20 mg/L” (COPASA, 2014). Sendo assim, mesmo que todos os metais citados estejam dentro do limite individual de lançamento definido, a concentração total dos metais poderia chegar a um valor superior ao limite proposto para os metais, alcançando 64.5 mg/L.

A limitação imposta aos metais está associada aos impactos negativos provocados por eles. No tratamento de esgoto, as limitações para metais estão principalmente relacionadas à inibição e ou toxicidade para o crescimento de microrganismos e a incorporação de metais ao lodo. Para certos constituintes é preciso estabelecer a carga máxima admissível, para evitar problemas como inibição de microrganismos, deterioração da qualidade do efluente e impedir possíveis reutilizações do lodo (Silva *et al.*, 2001).

Comparando-se de forma geral a Norma Técnica T187/5 (COPASA, 2014) com a CONAMA n° 430/2011 (Brasil, 2011), nota-se algumas semelhanças uma vez que, para os parâmetros como benzeno, boro total, clorofórmio, dicloroetano, estireno etilbenzeno, fluoreto total, sulfeto total, tetracloro de carbono, tolueno, tricloroetano e xileno, a concentração máxima aceitável coincide com o que é exigido na CONAMA n° 430/2011 (Brasil, 2011). Existem parâmetros como alumínio total, bário total, cobalto total, cobre total, cromo total que não estão presentes na CONAMA n° 430/2011 (Brasil, 2011), mas são exigidos pela COPASA em seu programa de recebimento e controle de efluentes para usuários não domésticos. Também existem parâmetros como cianeto livre, cobre dissolvido, cromo trivalente, manganês dissolvido, materiais sedimentáveis, zinco total, óleos minerais, óleos vegetais e gorduras animais que são exigidos pela CONAMA n° 430/2011 (Brasil, 2011), mas não estão presentes na Norma Técnica T187/5 (COPASA, 2014).

Após a caracterização inicial do efluente não doméstico, novos parâmetros podem ser implementados de acordo o potencial poluidor da atividade industrial. Cada tipologia de indústria produzirá efluentes distintos, a serem monitorados através de parâmetros presentes na CONAMA n°430 (Brasil, 2011). Destaca-se que nem todos parâmetros estabelecidos na legislação federal estão presentes na Norma Técnica T187/5 (COPASA, 2014).

Além disso, novos parâmetros para microcontaminantes poderiam ser adicionados a este monitoramento. Substâncias como medicamentos e pesticidas estão sendo detectados em ambientes aquáticos e se tornaram um desafio ambiental. O monitoramento destes parâmetros colaboraria para uma melhor compreensão da forma e concentração de entrada destes microcontaminantes nos ambientes aquáticos (Luo *et al.*, 2014).

Outro fator a ser considerado e que representa um desafio operacional é o cumprimento dos prazos para efetivação da análise das amostras de efluentes, após a coleta, conforme campo 26 da Tabela 2, Alguns parâmetros, como é o caso da DBO, possuem a recomendação da APHA *et al.* (2017) para que seja realizada a análise em até 6h após a coleta da amostra, considerando como aceitável um prazo máximo de até 48h. Por outro lado, no caso do parâmetro cianeto total, há a observação de maior prazo no caso de haver ausência de sulfetos, contudo, para efluentes líquidos, é muito complexa a comprovação de sua ausência. O mesmo ocorre com outros parâmetros, indicando que as análises devem ser realizadas o mais breve possível.

O contratante do serviço de coleta e análise dos efluentes líquidos deve monitorar os prazos de realização dos ensaios, através das datas informadas no laudo do laboratório. Auditar o laboratório prestador do serviço também é recomendado, para verificar se as instalações e condições de trabalho estão em conformidade com as normativas de qualidade laboratorial.

Finalmente, alguns problemas associados à saúde dos operadores que executam a amostragem dos efluentes foram considerados no checklist, uma vez que estes trabalhadores podem estar diretamente expostos aos poluentes lançados nos efluentes. Foram propostos os campos 23 a 25 da Tabela 2 que têm por finalidade facilitar a avaliação em relação à exposição dos operadores. Substâncias tóxicas ou agentes infecciosos podem estar presentes nos efluentes, e eventualmente, provocar danos à saúde dos indivíduos expostos. Estudos realizados por companhias de saneamento internacionais têm demonstrado associação entre o lançamento de efluentes industriais e casos de irritação na pele, cefaleias, edemas pulmonares e até morte em operadores (Delatorre Junior *et al.*, 2007).

Os contatos com metais pesados também podem ser tóxicos para saúde humana, especialmente quando eles excedem uma concentração limite. O chumbo, mercúrio e cádmio não existem naturalmente no organismo, e não podem ser metabolizados, sendo mantidos e acumulados ao longo do tempo, podendo gerar efeitos tóxicos. Os efeitos dependem do material envolvido e intensidade da intoxicação, pode variar desde uma manifestação na pele, membrana pulmonar ou trato intestinal até efeitos mutagênicos, teratogênicos e carcinogênicos, ou até mesmo morte (Von Sperling, 2007).

Conclusões

O grande número de parâmetros exigidos pela Norma Técnica da COPASA T-187/5 (COPASA, 2014) representa um desafio ao responsável pelo acompanhamento da coleta, uma vez que requer conhecimento sobre os cuidados recomendados para os distintos parâmetros. Portanto, é esperado que o checklist tenha a função de guia para permitir o efetivo monitoramento e possa, dentro do possível, auxiliar na redução de possíveis interferências no efluente líquido amostrado.

A necessidade de monitoramento ambiental das atividades industriais potencialmente geradoras de impactos ambientais representa um desafio aos seus gestores. É fundamental assegurar ao máximo possível a fidelidade dos impactos ambientais e suas respectivas informações geradas. A proposta do checklist surgiu como uma colaboração para a otimização do processo de amostragem dos efluentes líquidos, com foco na preservação das características do efluente líquido coletado, tornando o processo de amostragem dos efluentes mais criterioso.

Espera-se que este checklist possa servir de instrumento para melhoria contínua do processo de coleta de efluentes líquidos, favorecendo o diálogo entre os executores dos serviços de coleta e análise com os contratantes e com as companhias de saneamento. Modificações podem ser realizadas no modelo proposta, visando tornar o instrumento mais adequado possível às necessidades do usuário.

Lista de Siglas:

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas.

COPASA - Companhia de Saneamento de Minas Gerais.

CONAMA - Conselho Nacional do Meio Ambiente.

GNCPA- Guia nacional de coleta e preservação de amostras: água, sedimento, comunidades aquáticas e efluentes líquidos.

SMEWW - Standard Methods of Examination of Water and Wastewater.

Agradecimentos

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais - FAPEMIG, pelo apoio financeiro; à Fundação Ezequiel Dias - FUNED, pelo apoio na realização da pesquisa, em especial à Unidade de Gestão Ambiental (UGA); à Elci de Souza Santos, pelo apoio.

Referências bibliográficas

- ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas (1987) *NBR 9898: Preservação e Técnicas de Amostragem de Efluentes e Corpos Receptores*, Rio de Janeiro, 22 pp.
- ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas, (2017) *NBR ISO/IEC 17025: Requisitos Gerais para Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração*, Rio de Janeiro, 37 pp.
- Almeida, E., Assalin, M. R., Rosa, M. A., Duran, N. (2004) Tratamento de efluentes industriais por processos oxidativos na presença de ozônio, *Revista Química Nova*, **27**(5), 818-824.
- Alvares, A. B. C., Diaper, C., Parsons, S. A. (2001) Partial Oxidation by Ozone to Remove Recalcitrance from Wastewaters - a Review, *Environmental Technology*, **22**(4), 409-427.
- APHA, American Public Health Association (2017) *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 23a ed., Washington, DC, 1496 pp.
- Brandão, C. J., Botelho, M. J. C., Sato, M. I. Z. Lamparelli, M. C. (2011) *Guia nacional de coleta e preservação de amostras: água, sedimento, comunidades aquáticas e Efluentes Líquidos*, São Paulo: CETESB; Brasília: ANA, 327 pp.
- Brasil, Conselho Nacional do Meio Ambiente - CONAMA (2011) Resolução Conama N° 430. Acesso em 13 de setembro 2016. Disponível em: <http://www.mma.gov.br/port/conama/legiabre.cfm?codlegi=646>
- COPASA, Companhia de Saneamento de Minas Gerais (2014) *Lançamento de efluentes não domésticos no sistema de esgotamento sanitário da COPASA (T.187/5)*. Acesso em 11 de julho 2016, disponível em: <http://www.copasa.com.br/wps/wcm/connect/d8ad6d32-a0c6-46f7-a3cd-94bdc93a7d6b/T-187-5.pdf?MOD=AJPERES>

- Delatorre Junior, I., Morita, D. M. (2007) Avaliação da eficácia dos critérios de recebimento de efluentes não domésticos em sistemas de coleta e transporte de esgotos sanitários em São Paulo, *Revista Engenharia Sanitária e Ambiental*, **12**(1), 62-70.
- Luo, Y., Wenshan G., Huu H. N., Long D. N., Faisal I. H., Jian Z., Shuang L., Xiaochang C. W. (2014) A Review on the Occurrence of Micropollutants in the Aquatic Environment and Their Fate and Removal during Wastewater Treatment, *Science of The Total Environment* **473-474**(03 2014), 619-41.
- Jordao, C. P., Silva, A. C., Pereira, J. L., Brune, W. (1999) Contaminação por cromo de águas de rios proveniente de curtumes em Minas Gerais, *Revista Química Nova* **22**(1), 47-52.
- Minas Gerais, Conselho De Política Ambiental De Minas Gerais – COPAM (2017), *Deliberação Normativa Nº 216, 27 out, 2017*, Belo Horizonte. Disponível em: <http://www.siam.mg.gov.br/sla/download.pdf?idNorma=45423>
- Peralta-Zamora, P., Esposito, E., Reyes, J., Duran, N. (1997) Remediação de efluentes derivados da indústria de papel e celulose: tratamento biológico e fotocatalítico, *Revista Química Nova* **20**(2), 186-190.
- Silva, S. M. C. P., Fernandes, F., Soccol, V. T., Morita, D. M. (2007) Main contaminants in sludge, In Von Sperling, M. Andreoli, C. V., *Biological Wastewater Treatment Series, Vol. 6, Sludge Treatment and Disposal*, IWA Publishing, London, 31-47.
- Von Sperling, M., (2007) Wastewater characteristics. In Von Sperling, M., *Biological Wastewater Treatment Series, Vol. 1, Wastewater characteristics, treatment and disposal*, IWA Publishing, London, 11-76.