



SETOR GEOAMBIENTAL

**PROCEDIMENTO PARA FILTRAÇÃO DAS AMOSTRAS
DE ÁGUA COLETADAS NA INB CALDAS**

**PROCEDIMENTO INTERNO
PI-LAPOC-9004 – REVISÃO 00**

09/FEVEREIRO/2015

COORDENAÇÃO DO LABORATÓRIO DE POÇOS DE CALDAS

◆ VÁLIDO SOMENTE NA WEB – IMPRESSÃO NÃO OFICIAL ◆

SUMÁRIO

1. OBJETIVO	3
2. CAMPO DE APLICAÇÃO	3
3. REFERÊNCIAS	3
4. DEFINIÇÕES E SIGLAS.....	3
5. DOCUMENTOS COMPLEMENTARES	3
6. CLIENTES E USUÁRIOS	3
7. ROTINAS.....	4
7.1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS.....	4
7.2. PROCEDIMENTO PARA FILTRAÇÃO NOS SISTEMAS A VÁCUO	4
7.3. PROCEDIMENTO PARA FILTRAÇÃO NO EQUIPAMENTO DE FILTRAÇÃO POR PRESSÃO.	5
8. QUADRO DE EDIÇÃO	7
9. ANEXOS	7

1. OBJETIVO

- 1.1. Os procedimentos contidos neste documento têm por objetivo estabelecer as rotinas de filtração de amostras líquidas obtidas pelo Serviço de Inspeção Residente na UTM-INB Caldas, que posteriormente serão encaminhadas para análise.

2. CAMPO DE APLICAÇÃO

- 2.1. Setor Geoambiental da Seção Técnica da Coordenação do Laboratório de Poços de Caldas.

3. REFERÊNCIAS

- 3.1. Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras: água, sedimento, comunidades aquáticas e efluentes líquidos. Companhia Ambiental do Estado de São Paulo. Organizadores: Carlos Jesus Brandão et al. São Paulo: CETESB; Brasília: ANA (Agência Nacional de Águas); 2011.
- 3.2. NOTA: o guia citado na referência 3.1 foi aprovado pela Agência Nacional de Águas por meio da sua Resolução Nº 724 de 03 de outubro de 2011.
- 3.3. Standard Methods For the Examination of Water and Wastewater, 22nd Edition, 2012, Prepared and Published Jointly by: American Public Health Association, American Water Works Association and Water Environment Federation.

4. DEFINIÇÕES E SIGLAS

- 4.1. **LAPOC** – Laboratório de Poços de Caldas da Comissão Nacional de Energia Nuclear.
- 4.2. **UTM-INB Caldas** – Unidade de Tratamento de Minérios de Caldas das Indústrias Nucleares do Brasil.

5. DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

- 5.1. PI-LAPOC-9001 – Procedimento para o Serviço de Inspeção Residente na UTM-INB Caldas –, em sua revisão vigente.
- 5.2. PI-LAPOC-9003 – Procedimento para descontaminação de frascos plásticos, vidrarias e dos equipamentos de filtração –, em sua revisão vigente.

6. CLIENTES E USUÁRIOS

- 6.1. Este procedimento é destinado aos colaboradores do Setor Geoambiental do LAPOC que realizem filtração de amostras obtidas pelo Serviço de Inspeção Residente da UTM-INB Caldas.

7. ROTINAS

7.1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS

- 7.1.1. A filtração das amostras tem por objetivo separar a fração solúvel da fração particulada, possibilitando assim a análise independente das duas frações.
- 7.1.2. Os laboratórios de análise do LAPOC reportam as análises químicas e radioquímicas da fração particulada em base volumétrica. Por isso, é necessário filtrar um volume conhecido da amostra, e este volume deve ser informado aos laboratórios.
- 7.1.3. Tipicamente, nas amostragens mensais cujas amostras serão filtradas, o Serviço de Inspeção Residente realiza a coleta em frascos plásticos que têm capacidade nominal de 3 litros, porém com capacidade efetiva ligeiramente superior.

7.2. PROCEDIMENTO PARA FILTRAÇÃO NOS SISTEMAS A VÁCUO

PREPARAÇÃO

- 7.2.1. Para a filtração de cada amostra de água deve ser utilizado um sistema de filtração tipo sterifil, fabricado pela MF-Millipore em material polisulfona, com capacidade de 500 mL, que utiliza elemento filtrante de 47 mm de diâmetro.
- 7.2.2. Devem ser utilizados elementos filtrantes tipo membrana de celulose mista com diâmetro de 47 mm, tamanho de poro de 0,45 µm, branco, liso, fabricados preferencialmente pela empresa MF-Millipore.
- 7.2.3. Todos os frascos e componentes que entrem em contato com a amostra antes ou depois da filtração devem ter sido descontaminados segundo o procedimento PI-LAPOC-9003 – Procedimento para descontaminação de frascos plásticos, vidrarias e dos equipamentos de filtração –, em sua revisão vigente.
- 7.2.4. Os elementos filtrantes devem ser novos e devem estar dentro do prazo de validade indicado pelo fabricante na embalagem.
- 7.2.5. As amostras devem ser mantidas no gelo ou em freezer regulado para manter temperatura entre 0 °C e 4 °C até o momento da filtração e imediatamente após.

FILTRAÇÃO

- 7.2.6. Desrosquear a base do suporte de filtração.
- 7.2.7. Utilizando uma pinça, colocar o elemento filtrante centralizado na base do suporte.
- 7.2.8. Rosquear a base no suporte de filtração.
- 7.2.9. Posicionar o suporte de filtração em frasco kitasato de capacidade suficiente para acondicionar todo o volume da amostra a ser filtrada, que é de 3 litros.
- 7.2.10. Conectar a mangueira de vácuo na tomada lateral do frasco kitasato.
- 7.2.11. Abrir a válvula de vácuo, permitindo a sucção da amostra.
- 7.2.12. Homogeneizar (por agitação manual) a amostra por cerca de dez vezes.

- 7.2.13. Medir 1000 mL de amostra em proveta de 1000 mL.
- 7.2.14. Transferir 1/3 do volume da proveta para o suporte de filtração.
- 7.2.15. Aguardar a filtração daquele volume.
- 7.2.16. Repetir os 2 passos anteriores para completar a filtração de todo o volume da proveta.
- 7.2.17. Repetir os 5 passos anteriores para completar a filtração de toda a amostra.
- 7.2.18. Fechar a válvula de vácuo.
- 7.2.19. Desconectar a mangueira de vácuo da tomada lateral do frasco kitasato.
- 7.2.20. Retirar o suporte de filtração do frasco kitasato.
- 7.2.21. Utilizando um funil, transferir a amostra filtrada contida no frasco kitasato para um frasco plástico com capacidade adequada. O frasco plástico deve ser identificado com marcador permanente.
- 7.2.22. Tampar o frasco plástico e guardá-lo em freezer regulado para manter temperatura entre 0 °C e 4 °C até o momento de entregar a amostra ao setor responsável pela análise.
- 7.2.23. Desrosquear cuidadosamente a base do suporte de filtração.
- 7.2.24. Utilizando uma pinça, remover o elemento filtrante e colocá-lo em cápsula de porcelana de tamanho adequado, identificada com marcador permanente.
- 7.2.25. Colocar a cápsula de porcelana (com o elemento filtrante) em estufa para secagem regulada para manter temperatura de 37 °C, durante 24 horas.
- 7.2.26. Proceder a descontaminação de todos os frascos e componentes do sistema de filtração conforme o procedimento PI-LAPOC-9003 – Procedimento para descontaminação de frascos plásticos, vidrarias e dos equipamentos de filtração –, em sua revisão vigente.

7.3. PROCEDIMENTO PARA FILTRAÇÃO NO EQUIPAMENTO DE FILTRAÇÃO POR PRESSÃO

PREPARAÇÃO

- 7.3.1. As amostras devem ser filtradas utilizando-se o conjunto de filtração por pressão disponível no Setor Geoambiental. O conjunto é composto por:

- Vaso de pressão em aço inox com capacidade para 5 litros de amostra;
- Suporte em aço inox para elemento filtrante de 293 mm de diâmetro;
- Bomba de vácuo/pressão de bancada;
- Mangueiras de conexão.

NOTA: A bomba de vácuo/pressão pode ser substituída por sistema de ar comprimido, desde que o ar comprimido não seja preparado para ferramentas pneumáticas com adição de óleo lubrificante e desde que o ar comprimido seja filtrado em filtro regulador de pressão.

- 7.3.2. Devem ser utilizados elementos filtrantes tipo membrana de celulose mista com diâmetro de 293 mm e tamanho de poro de 0,45 μm , fabricados preferencialmente pela empresa MF-Millipore.
- 7.3.3. Todos os frascos e componentes que entrem em contato com a amostra antes ou depois da filtração devem ter sido descontaminados segundo o procedimento PI-LAPOC-9003 – Procedimento para descontaminação de frascos plásticos, vidrarias e dos equipamentos de filtração –, em sua revisão vigente.
- 7.3.4. Os elementos filtrantes devem ser novos e devem estar dentro do prazo de validade indicado pelo fabricante na embalagem.
- 7.3.5. As amostras devem ser mantidas no gelo ou em freezer regulado para manter temperatura entre 0 °C e 4 °C até o momento da filtração e imediatamente após.
- 7.3.6. Verificar se a mangueira que conecta o vaso de pressão ao cabeçote do suporte do elemento filtrante está firmemente presa com abraçadeiras aparafusadas. Verificar se o cabeçote do suporte está firmemente preso pela manopla.
- 7.3.7. Verificar se a mangueira de ar comprimido que conecta a bomba de vácuo/pressão ao vaso de pressão está firmemente presa com abraçadeiras aparafusadas. A mangueira deve estar conectada à bomba na saída de pressão.

FILTRAÇÃO

- 7.3.8. Abrir o suporte do elemento filtrante, desrosqueando os parafusos com auxílio da chave própria.
- 7.3.9. Utilizando duas pinças, colocar o elemento filtrante centralizado na base do suporte.
- 7.3.10. Fechar o suporte, realizando aperto suficiente com a chave própria, de modo a impedir vazamentos pelas laterais do suporte.
- 7.3.11. Posicionar a mangueira de condução do filtrado dentro de frasco plástico com capacidade de 3 litros, que irá recolher a amostra filtrada.
- 7.3.12. Abrir a alça da tampa do vaso de pressão e remover a tampa.
- 7.3.13. Retirar a amostra do armazenamento sob refrigeração e homogeneizá-la, por agitação manual, por cerca de dez vezes.
- 7.3.14. Medir 1000 mL de amostra em proveta de 1000 mL e transferir para o vaso de pressão.
- 7.3.15. Repetir mais duas vezes o passo anterior tal que os 3 litros de amostra estejam dentro do vaso de pressão.
- 7.3.16. Colocar a tampa do vaso de pressão e fechar a alça.
- 7.3.17. Verificar se as válvulas de alívio do vaso de pressão e do suporte do elemento filtrante estão fechadas.
- 7.3.18. Verificar se a válvula de liberação de fluxo entre a bomba de vácuo/pressão e o vaso de pressão está fechada.
- 7.3.19. Ligar a bomba de vácuo/pressão.

- 7.3.20. Abrir totalmente a válvula de liberação de fluxo. A filtração irá começar.
- 7.3.21. Aguardar que toda a amostra filtrada seja recolhida no frasco plástico de acondicionamento, até que pare de gotejar.
- 7.3.22. Fechar a válvula de liberação de fluxo.
- 7.3.23. Desligar a bomba de vácuo/pressão.
- 7.3.24. Abrir as válvulas de alívio do vaso de pressão e do suporte do elemento filtrante. Um volume residual de amostra filtrada irá escorrer para o frasco plástico de acondicionamento.
- 7.3.25. Transferir aproximadamente 1 litro da amostra filtrada para um frasco plástico com capacidade de 1 litro.
- 7.3.26. Tampar os dois frascos plásticos e armazená-los em freezer regulado para manter temperatura entre 0 °C e 4 °C. Ambos os frascos devem ser identificados com marcador permanente.
- 7.3.27. Abrir o suporte do elemento filtrante, desrosqueando os parafusos com auxílio da chave própria.
- 7.3.28. Utilizando duas pinças, remover o elemento filtrante e colocá-lo em cápsula de porcelana de tamanho adequado, identificada com marcador permanente. Em função da cápsula disponível, é possível que seja necessário dobrar o elemento filtrante uma ou duas vezes para que ele caiba dentro dela.
- 7.3.29. Colocar a cápsula de porcelana (com o elemento filtrante) em estufa para secagem regulada para manter temperatura de 37 °C, durante 24 horas.
- 7.3.30. Proceder a descontaminação dos componentes do sistema de filtração conforme o procedimento PI-LAPOC-9003 – Procedimento para descontaminação de frascos plásticos, vidrarias e dos equipamentos de filtração –, em sua revisão vigente.
- 7.3.31. Se for necessário filtrar outra amostra imediatamente, secar (com ar comprimido filtrado) todos os componentes que entrem em contato com a amostra e retornar ao item 7.3.9.

8. QUADRO DE EDIÇÃO

REVISÃO	PÁGINA	DATA	ELABORAÇÃO	OBSERVAÇÕES
00	Todas	09/02/2015	Alexandre P. de Oliveira	Emissão inicial

9. ANEXOS

Não há.

FIM DE DOCUMENTO