

## INSTRUÇÕES PARA AMOSTRAGEM

A Qualy Lab disponibiliza o procedimento de amostragem de forma que todos os seus clientes estejam de posse de todas as informações necessárias para realizar uma coleta bacteriológica e/ou físico-química de forma correta e dentro dos padrões estabelecidos pelo Standards Methods e do Manual da CETESB.

Visando garantir a integridade das amostras, devem ser adotados os seguintes procedimentos:

### 1. Coleta de Água e Efluentes para Ensaio Orgânicos e Físico-Químicos

- Todo o material necessário às coletas deverá ser conferido antes da saída para o campo.
- Utilizar frascos adequados à prova de vazamentos;
- Verificar limpeza dos frascos e demais materiais de coleta, tais como: Frasco coletor de aço inox, garrafas, pipetas, provetas, e demais materiais.
- Para realizar a coleta de efluente sanitário e/ou industrial, antes de iniciar a amostragem devem ser definidos os pontos de coleta da entrada e saída do sistema de tratamento.
- As amostras não devem conter partículas grandes, detritos, folhas, ou outro tipo de material acidental, salvo quando se tratar de amostras de sedimento;
- Fazer todas as determinações de campo em alíquotas de amostras separadas das que serão enviadas ao laboratório, evitando-se assim, o risco de contaminação;
- Os frascos de coleta só deverão ser abertos o tempo necessário ao seu preenchimento, devendo ser mantidos ao abrigo do sol, antes e imediatamente após a coleta e preservação das amostras.
- A parte interna dos frascos e das tampas não poderá ser tocada com as mãos, assim como não devem ser expostas a qualquer tipo de pó, fumaças ou outra fonte de impurezas.
- Convém levar frascos adicionais ao programado, pois podem ocorrer quebras, contaminação ou vazamento obrigando o técnico a realizar nova coleta ou coleta adicional.
- Em todas as campanhas amostrais, deverá ser priorizado o menor deslocamento possível entre os pontos;
- Em casos de amostras que necessitem de preservação em campo, deve-se consultar o anexo I: Tabela de Coleta e Preservação de Amostras.

### 2. Amostragem de Água Superficial:

- Em geral, a amostra deve ser coletada mergulhando-se o frasco de coleta com a boca voltada contra a corrente.
- A amostra deve ser coletada diretamente no frasco adequado. Quando não for possível, coletar um volume suficiente de amostra em frasco coletor (frasco de aço inox) e transferir para um recipiente adequado, o volume coletado deve ser igualmente distribuído pelos diversos frascos de coleta. Ainda assim, pode ocorrer a necessidade de se coletarem vários frascos coletores de amostras, sendo o volume de cada um deles distribuído igualmente entre todos os frascos, a fim de garantir a homogeneidade das amostras nos diversos frascos.
- No caso de amostragem a partir das margens, em locais de difícil acesso, utilizar o frasco coletor arremessando-a uma distância aproximadamente dois metros da margem mantendo fixo até o completo enchimento; prender a extremidade da corda em um ponto fixo.

### 3. Amostragem de Águas de profundidade

- A amostra deve ser coletada utilizando uma garrafa coletora ou amostradores descartáveis.
- Para realizar a coleta deve-se mergulhar o frasco coletor ou amostrador descartável a uma profundidade adequada que possibilite a obtenção de uma amostra representativa.
- O volume coletado deve ser transferido para os frascos de coleta. Sempre que for necessário coletar um volume maior de amostra, devem-se repetir o procedimento acima descrito, sendo o volume distribuído igualmente em todos os frascos de coleta, visando garantir a homogeneidade da amostra em todos os frascos.
- Evitar que o recipiente toque no fundo, para não suspender o sedimento e consequentemente contaminar a amostra.

#### **4. Amostragem Composta (Rios, Lagos, Estações de Tratamento de Esgoto e Efluentes)**

- Estabelecer um intervalo de horário para cada fração de amostra.
- Lançar o frasco coletor (frasco de aço inox) até recolher o volume correspondente as frações/ tempo. O volume coletado deve ser igualmente distribuído pelos diversos frascos de coleta, utilizando uma proveta para medir os volumes das frações.
- No próximo horário, repetir a etapa acima e transferir para os mesmos recipientes.
- Para análises de óleos e graxas, orgânicos voláteis e sulfetos, coletar direto em seus respectivos frascos em um único horário.
- Os parâmetros de campo deverão ser realizados em cada horário, no final da coleta tirar à média dos resultados descartando o maior e o menor resultado para se obter o resultado final.

#### **5. Coleta de Água para Ensaio Bacteriológicos**

- Utilizar frascos estéreis à prova de vazamentos;
- Escolher frasco com tamanho adequado para a quantidade de amostra que será coletada
- As determinações de campo, tais como cloro, pH e temperatura, devem ser feitas em amostras distintas das que serão enviadas para o laboratório;
- Higienizar as mãos com etanol 70%.
- Calçar as luvas descartáveis.
- Limpar a área externa da saída com etanol 70%.
- Abrir o frasco próximo ao ponto de coleta, tomando devidos cuidados para que a parte interior do frasco não fique exposta (não caminhar com o frasco aberto, não falar próximo à amostra, não tocar na borda e ou tampa).
- Abrir a torneira de forma a obter um fluxo pequeno de água, para evitar respingos fora do frasco de coleta, posicioná-lo verticalmente.
- Deixar a água fluir por 2 a 3 minutos, antes da coleta.
- Fechar o frasco imediatamente após a coleta e escrever a origem da amostra ou o código especificado no roteiro.
- Anotar todas as informações de campo, tais como hora, data e responsável pela coleta na ficha de coleta.
- As águas de cisternas, quando não for possível coletar na superfície, devem ser coletadas suspendendo os frascos de coleta por um barbante, tomando os devidos cuidados com assepsia;

#### **6. Coleta de Água em poços**

- Amarrar um barbante no frasco de coleta, tomando cuidado com que nada toque o interior do mesmo.
- Descê-lo com cuidado até que seja submerso por completo na água.
- Puxar o barbante vagarosamente até a superfície. Tampar o frasco.

#### **7. Coleta de Água de rios**

- Com o uso de luvas e todos os cuidados de assepsia, remover a tampa do frasco, segurar o frasco pela base com uma das mãos.
- Mergulhar o frasco de boca para baixo (contra a corrente), de 15 cm a 30 cm da superfície da água, inclinar o frasco para cima, afim de que saia o ar e preencha o mesmo.
- Retirar o frasco da água e desprezar uma pequena quantidade da mesma para facilitar posterior homogeneização. Tampar o frasco.

## 8. Coleta em Água de praias

- Coletar a amostra nas áreas utilizadas para recreação, em locais com aproximadamente 1 metro de profundidade.
- Mergulhar o frasco de boca para baixo (contra a corrente), de 15 cm a 30 cm da superfície da água, inclinar o frasco para cima, afim de que saia o ar e preencha o mesmo.
- Coletar preferencialmente no período de maior utilização.

## 9. Identificação, Transporte e Estocagem das Amostras

- As Fichas de Coleta devem ser utilizadas pela equipe de campo responsável pela amostragem. Nela devem ser incluídos os parâmetros, os pontos de coleta e o código das amostras. A equipe de coleta deve preencher, quando possível, todas as lacunas da ficha de coleta. Ao fim das coletas, a mesma deve ser entregue no setor de recebimento, junto às amostras.
- Imediatamente após a coleta, acondicionar os frascos sob refrigeração dentro de uma caixa térmica com gelo de tal modo que fiquem firmes durante todo o transporte para evitar quebra de frascos.
- Cuidar para que os frascos, ao final do transporte, não fiquem imersos na água formada pela fusão do gelo, o que aumenta o risco de contaminação.
- O responsável pelo recebimento das amostras na Quality Lab irá consultar o anexo I: Tabela de Coleta e Preservação de Amostras para verificar a quantidade e quais frascos devem ser preservados, empregando somente os frascos e preservação recomendada para cada tipo de parâmetro.
- Cabe ao setor de recebimento verificar as condições em que as amostras chegaram ao laboratório, medindo a temperatura da caixa térmica e efetuando o devido registro na Ficha de Coleta.

**Anexo I:** Tabela de Coleta e Preservação de Amostras

TABELA DE COLETA E PRESERVAÇÃO DE AMOSTRAS				
Parâmetros	Frasco para Coleta	Volume de Amostra (mL)	Preservação da amostra	Prazo máximo recomendado e Tolerável para análise
Acidez	Poliétileno ou vidro de borossilicato	100	Refrigerar entre >2°C a ≤6°C	Recomendável 24 horas Tolerável 14 dias
Alcalinidade	Poliétileno ou vidro	200	Refrigerar entre >2°C a ≤6°C	Recomendável 24 horas Tolerável 14 dias

Amônia	Polietileno ou vidro	250	Analisar o mais rápido possível ou adicionar H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1:1 até pH<2 e refrigerar >2°C a ≤ 6°C	Recomendável 7 dias Tolerável 28 dias
Bactérias Patogênicas	Polietileno ou Vidro	1000	Refrigeração de 2 a 8°C para amostras de água bruta, tratada e água residuária/ manter protegido da luz. NÃO CONGELAR	24 horas
Bacteriologia	Polietileno ou vidro (autoclavado ou estéril) com capacidade de 250 mL (Bolsa NASCO)	125	Tiosulfato de Sódio e refrigerar >2°C a < 8°C. NÃO CONGELAR.	24 horas
Brometo	Polietileno ou vidro	100	Não requerida	28 dias
Carbono Orgânico Total (TOC)	Vidro de borossilicato ou Polietileno	100	Analisar imediatamente ou refrigerar entre >2°C a ≤6°C, e adicionar HCl, H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> ou H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1:1 até pH < 2	Recomendável 7 dias Tolerável 28 dias
Cianeto	Polietileno ou vidro	500	Adicionar NaOH 10M até pH >12, refrigerar entre >2°C a ≤6°C ao abrigo de luz	Recomendável 24horas Tolerável 14 dias se a amostra contiver sulfeto 24 horas
Cianobactérias (qualitativa e quantitativa)	Vidro Âmbar	1000	Em duplicata: Uma preservar com Lugol, outra sem preservação e refrigerar entre 2 a 8°C	Preservada: 1 ano Sem preservação: 1 mês
Cianotoxinas	Vidro Âmbar de Boca Larga	100	Refrigeração de 2 a 8°C e manter protegido de luz	48 horas
Cloreto	Polietileno ou vidro	50	Não requerida	28 dias
Cloro Total e Residual	Polietileno ou vidro	100	Analisar imediatamente	15 minutos
Clorofila	Vidro âmbar	1000	Se não filtrar a amostra refrigerar a 4°C no escuro, se filtrar a amostra armazenar a amostra no escuro a - 20°C	Amostra sem filtrar 24-48h Amostra filtrada 28 dias

Compostos Orgânicos Voláteis (COV) Aromáticos (Benzeno, Tolueno, Etilbenzeno, Xileno e estireno (BTEXE))	Vial	40	Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Resfriamento (em gelo) / Refrigeração de 2 a 6°C para amostras de água tratada (sem bolhas no vial)	14 dias
Condutividade Elétrica/Específica	Polietileno ou vidro	100	Refrigerar entre >2°C a ≤6°C	28 dias
Cor	Polietileno ou vidro	500	Refrigerar entre >2°C a ≤6°C	48 horas
COV aromáticos (BTEXE) (VOC)	Vial	40	Refrigeração de 2 a 6°C para amostras de água bruta e residuária (sem bolhas no vial)	14 dias
COV varredura (VOC)	Vial	40	Refrigeração de 2 a 6°C para amostras de água tratada (sem bolhas no vial)	14 dias
COV varredura (VOC)	Vial	40	Refrigeração de 2 a 6°C para amostras de água bruta e residuária (sem bolhas no vial)	14 dias
Cromo Hexavalente	Polietileno ou vidro	500	Refrigerar entre >2°C a ≤6°C	24 horas
Giardia e Cryptosporidium	Polietileno	5000	Refrigerar a 8°C	72 horas
Demanda Bioquímica de oxigênio (DBO)	Polietileno ou vidro	1000	Refrigerar entre >0°C a ≤6°C	Recomendável: 6 horas Tolerável: 48 horas
Demanda Química de Oxigênio (DQO)	Polietileno ou vidro	100	Analisar o mais rápido possível ou adicionar H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1:1 até pH<2 e refrigerar entre >0°C a ≤6°C	Recomendável 7 dias Tolerável 14 dias
Dióxido de carbono	Polietileno ou vidro	100	Analisar imediatamente	15 minutos
Dióxido de cloro	Polietileno ou vidro	500	Analisar imediatamente	15 minutos

Dureza Total	Polietileno ou vidro	100	Adicionar HNO <sub>3</sub> 1:1 ou H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1:1 até pH<2	06 meses
Fenóis	Polietileno ou vidro	500	Refrigerar entre >2°C a ≤6°C, adicionar H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1:1 até pH<2	28 dias
Fitoplâncton	Vidro Âmbar	1000	Em duplicata: Uma preservar com Lugol, outra sem preservação e refrigerar entre 2 a 8°C	24h para amostras sem preservação; 3 meses para amostras preservadas
Fluoreto	Polietileno	100	Não requerida	28 dias
Fosfato	Vidro rinsado com solução de HNO <sub>3</sub> 1:1	100	Refrigerar entre >2°C a ≤6°C, se for fosfato dissolvido filtrar imediatamente.	48 horas
Fósforo total	Polietileno ou vidro	100	Adicionar H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1:1 até pH <2 e refrigerar entre >2°C a ≤6°C	28 dias
HAP (Hidrocarbonetos policíclicos Aromáticos) / Benzopireno; 1,1 Dicloroetano; 1,2 Dicloroetano e Diclorometano	Vidro Âmbar	1000	Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Resfriamento (em gelo) / Refrigeração de 2 a 6°C para amostras de água tratada	7 dias
HAP /Benzopireno;	Vidro Âmbar	1000	Refrigeração de 2 a 6°C para amostras de água bruta e residuária	7 dias
Coliformes Termotolerantes, Enterococos, Clostridium perfringens, Staphylococcus e Pseudomonas aeruginosa	Polietileno ou Vidro	100	Refrigeração de 2 a 8°C para amostras de água bruta, tratada, água residuária e água para consumo humano e manter protegido da luz. Preservar com Tiosulfato de sódio 1,8%. NÃO CONGELAR	24 horas
Iodo	Polietileno ou vidro	500	Analisar imediatamente	15 minutos
MBAS	Polietileno ou vidro	250	Refrigerar entre >2°C a ≤6°C	48 horas

Mercúrio	Polietileno ou Vidro	500	Adicionar HNO <sub>3</sub> 1:1 até pH<2 e refrigerar entre >2°C a ≤6°C	28 dias
Metais Solúveis (dissolvidos)	Polietileno ou Vidro	500	Filtrar a amostra imediatamente e adicionar HNO <sub>3</sub> 1:1 até pH<2	06 meses
Metais totais	Polietileno ou Vidro	500	Adicionar HNO <sub>3</sub> 1:1 até pH<2	06 meses
Microcistinas	Vidro Âmbar	100	Refrigeração de 4 a 8°C para amostras de água bruta e tratada e manter protegido da luz.	24 horas
Nitrogênio Amoniacal	Polietileno ou vidro	500	Analisar o mais rápido possível ou adicionar H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1:1 até pH<2 e refrigerar entre >2°C a ≤6°C	Recomendável 7 dias Tolerável 28 dias
Nitrogênio Kjeldahl Total	Polietileno ou vidro	500	Refrigerar entre >2°C a ≤6°C, adicionar H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1:1 até pH<2.	Recomendável: 07 dias Tolerável: 28 dias
Nitrogênio Nitrato	Polietileno ou vidro	100	Analisar o mais rápido possível; Refrigerar entre >2°C a ≤6°C	48 horas
Nitrogênio Nitrito	Polietileno ou vidro	100	Analisar o mais rápido possível; Refrigerar entre >2°C a ≤6°C	Tolerável: 48 horas
Odor	Polietileno	500	Analisar o mais rápido possível, Refrigerar entre >2°C a ≤6°C	6 horas
Óleos e Graxas	Vidro com boca larga	500	Adicionar HCl 1:1 ou H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1:1 até pH<2, Refrigerar entre >2°C a ≤6°C	28 dias
Oxigênio dissolvido (OD)	Vidro de DBO	300	Analisar imediatamente	15 minutos
Pesticidas Organoclorados / PCB (Aldrin, Dieldrin, Atrazina, Clordano, Endrin, Endosulfan, Lindano, (Bifenilaspolicloradas)	Vidro Âmbar	1000	Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Resfriamento (em gelo) / Refrigeração de 2 a 6°C para amostras de água tratada	7 dias

pH	Polietileno ou vidro	50	Analisar imediatamente	15 minutos
Ponto de Fulgor	Plástico	100	-	-
Protozoários	Polietileno	5000	Refrigeração de 2 a 8°C para amostras de água bruta, tratada e água residuária/ manter protegido da luz. NÃO CONGELAR	72 horas
Resíduos Sedimentáveis	Vidro Âmbar	1000	Não requerida	48 Horas
Salinidade	Vidro	240	Analisar imediatamente ou usar selo de cera	6 meses
Salmonella	Plástico	100	Refrigerar 2 a 8°C Manter protegido da luz	48 horas
Sílica	Polietileno	200	Refrigerar a 4+ou-2°C	28 dias
Sólidos Dissolvidos, Suspensos e Totais	Vidro Âmbar	200	Refrigerar a 4+ou-2°C	7 dias
Sulfactantes Aniônicos	Polietileno	250	Refrigeração de 2 a 6°C para amostras de água bruta e tratada	48 horas
Sulfato	Polietileno ou vidro	100	Refrigerar entre >2°C a ≤ 6°C	28 dias
Sulfeto	Polietileno ou vidro	500	Refrigerar entre >2.°C a ≤6°C e adicionar 4 gotas de solução de acetato de Zinco 2N para 100mL de amostra, adicionar NaOH até pH >9	7 dias
Sulfito	Vidro de DBO	200	Refrigerar 4+ou-2°C e adicionar 1ml de EDTA 2,5%	24 horas



Temperatura	Poliétileno ou vidro	-	Analisar imediatamente	15 minutos
Toxicidade	Poliétileno ou vidro	5000	Refrigeração de 2°C a 6°C ou Congelamento a -15°C a -25°C	Recomendável refrigerada: 24 horas Tolerável congelada: 60 dias
Trihalometanos	Vial	40	HCl 1:1 até pH < 2, se Cloro, 4 gotas de Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 10%. Refrigerar.	14 dias
Turbidez	Poliétileno ou vidro	100	Analisar no mesmo dia, refrigerar entre >2°C a ≤6°C ao abrigo de luz	Recomendável: 24 horas Tolerável: 48 horas
Vírus Ambientais	Poliétileno ou Vidro	2000	Refrigeração de 2 a 8°C para amostras de água bruta, tratada e água residuária/ manter protegido da luz. NÃO CONGELAR	48 horas
Obs: Para parâmetros não listados, consultar o gerente técnico.				