

1. OBJETIVO

Orientar os clientes que realizam a amostragem sobre a metodologia correta de manuseio, preservação e transporte das amostras a serem entregues no laboratório, assegurando a integridade e qualidade dos ensaios realizados após o recebimento.

2. REVISÕES

Revisão	Alteração
08	Alteração: Água Potável ou Purificada, Água Residuária ou Superficial, Anexo 01
09	Alteração: Frascos, Volumes, Validades e Preservantes, Amostragem, Anexo 01

3. PROCEDIMENTO

3.1. Generalidades

O objetivo da amostragem é coletar uma porção de amostra em conformidade com cada procedimento analítico (tipo do frasco, volume, preservante, refrigeração), objetivando assegurar a representatividade da mesma, e mantendo a proporcionalidade do material original que foi coletado. Os métodos de preservação são relativamente limitados e seu objetivo é basicamente retardar a ação biológica, retardar a hidrólise de compostos químicos e reduzir a volatilidade de alguns constituintes.

Estas condições serão **INSPECIONADAS NO MOMENTO DO RECEBIMENTO DAS AMOSTRAS**, e quaisquer desvios observados durante a avaliação serão reportados ao cliente responsável pela coleta.

3.2. Frascos, Volumes, Validades e Preservantes

Os frascos enviados pela Acqualab aos seus clientes já possuem a preservação adequada a cada tipo de ensaio e ao serem retirados no laboratório o cliente deverá assinar o documento de FRM-LAB-082_Entrega de kit de coleta. Os frascos são identificados pelo tipo de preservante da análise a ser feita ("HCl", "H₂SO₄", "HNO₃", entre outros) e **NÃO DEVEM SER LAVADOS OU TRANSBORDADOS** a fim de evitar a perda do preservante. Caso os frascos não tenham etiqueta significa que o ensaio solicitado não necessita de preservação específica. Em geral quanto mais curto o tempo entre a amostragem e o ensaio, maior a confiabilidade nos resultados. Para maiores informações, verifique o anexo 1 com a tabela de frascos, preservantes e validade de cada ensaio.

3.3. Amostragem

Todas as amostras entregues deverão estar refrigeradas entre 2°C e 6°C, respeitando os prazos de validade e acompanhadas da Cadeia de Custódia. Todos os frascos devem ser cheios até aproximadamente 95% do volume, com exceção dos frascos para o ensaio de VOCS (estes devem ser cheios por completo, sem bolhas de ar) e dos Óleos e Graxas (cheios até a marcação de 1 litro).

3.3.1. Água Potável ou Purificada (Torneira, Bebedouro, Cavalete, Osmose, Deionizador)

- a) Abrir o registro da tubulação e deixar a água escorrer por pelo menos 2 minutos. Caso o ponto de coleta seja em um local de uso muito frequente esse período pode ser reduzido para evitar desperdícios da água. Fechar o registro e colher amostra para os ensaios de campo, caso venham a ser realizados in loco, como por exemplo, cloro, pH, temperatura, oxigênio dissolvido. Todo o procedimento deve ser realizado com as mãos limpas utilizando luvas ou fazendo assepsia com o álcool 70°, e respeitando as condições de coleta de cada local.
- b) Após a realização dos ensaios de campo, se necessário, realizar a coleta dos ensaios físico-químicos.
- c) Fechar o registro novamente e fazer a assepsia do local com álcool 70°, hipoclorito de sódio, ou água sanitária, caso o ponto de coleta tenha algum aparato como diminuidor de pressão, rosca de mangueira entre outros, retirar o aparato antes da assepsia
- d) Abrir o registro novamente e deixar escorrer por mais 2 minutos. Caso o ponto de coleta seja em um local de uso muito frequente esse período pode ser reduzido para evitar desperdícios da água.
- e) Coletar uma porção de amostra para ensaios microbiológicos (deve-se evitar falar ou respirar próximo ao local durante a coleta). O frasco bacteriológico é estéril e, portanto, não deve ser reutilizado, deve ser aberto apenas no momento da coleta e deve ser preenchido e fechado rapidamente. Tomar cuidado para que as mãos não entrem em contato com o interior do frasco
- f) Identificar os frascos e anotar as informações (ensaios de campo, condições climáticas, ensaios a serem realizados, etc.) na Cadeia de Custódia.
- g) Guardar as amostras na caixa térmica ou caixa de isopor e acondicioná-las com gelo.

3.3.2. Água Residuária e Superficial (ETEs, Calha Parshall, Lagoas de Tratamento, Rios, Córregos, Lagos)

- a) Após definir o local onde será feita a coleta, avaliar as condições de homogeneidade da amostra neste local*.
- b) Utilizar luvas e EPIs adequados ao local de amostragem. Utilizar baldes e canecas preferencialmente de Aço Inox, limpos e secos. Caso sejam utilizadas cordas amarradas ao balde, todo o pedaço da corda que teve contato com a amostra deverá ser descartado após o uso, evitando contaminações.
- c) Encher o recipiente (balde ou caneca), preferencialmente retirando-se um volume suficiente para encher **TODOS OS FRASCOS DE COLETA COM A MESMA PORÇÃO RETIRADA**. Retirar uma porção à parte, suficiente para realizar os ensaios de campo (pH, temperatura, Oxigênio Dissolvido...), caso seja necessário
- d) Caso seja solicitado a análise de Óleos e Graxas, este deve ser coletado primeiro.

- e) Encher os demais frascos, tomando cuidado para a amostra do balde não decantar. Se necessário, agitar a amostra antes de passá-la aos frascos de coleta. Não transbordar os frascos, para que não haja perda dos preservantes.
- f) Identificar os frascos e anotar as informações (ensaios de campo, condições climáticas, ensaios a serem realizados, etc.) na Cadeia de Custódia.
- g) Guardar as amostras na caixa térmica ou caixas de isopor e acondicioná-las com gelo.

**Em casos de sistemas muito heterogêneos (uma lagoa de estabilização, por exemplo), ou quando houver interesse, pode-se fazer a compostagem da amostra, retirando, por exemplo, 8 porções próximas desta amostra. O recipiente que receberá as porções de amostra deverá ficar refrigerado durante todo o tempo de amostragem.*

3.4. Transporte e Armazenamento

As amostras devem chegar ao laboratório acondicionadas em caixa térmica ou similar, e refrigeradas com gelo entre 2 e 6°C. Deve-se respeitar o transporte correto de amostras de matrizes diferentes, nunca acondicionando amostras de efluente e água potável na mesma caixa térmica, por exemplo.

3.5. Informações de Coleta

As amostras encaminhadas ao laboratório Acqualab deverão estar acompanhadas obrigatoriamente do documento “CADEIA DE CUSTÓDIA” devidamente preenchido.

Anexo 1

	Ensaio	Matriz	Validade da Amostra	Frasco	Volume ¹	Preservante
METAIS	Metais Gerais	A	06 meses	Plástico ²	100 ml	1 ml de HNO ₃ PA ou até pH <2
		S	06 meses	Plástico ou Vidro	20 g	Refrigeração
	Metais Solúveis	A	06 meses	Plástico ²	100 ml	1 ml de HNO ₃ PA ou até pH <2- Após Filtração
	Mercúrio	A	28 dias	Plástico ²	100 ml	1 ml de HNO ₃ PA ou até pH <2, Refrigeração
S		28 dias	Plástico ou Vidro	10 g	Refrigeração	
FARMACOPÉIA	Acidez ou Alcalinidade (FARM)	A	10 dias	Plástico	500 ml	Refrigeração
	Cor e Transp. (FARM)	A				
	Dióxido de Carbono (FARM)	A				
	Metais Pesados (FARM)	A				
	Substâncias Oxidáveis (FARM)	A				
FÍSICO-QUÍMICOS	Acidez	A	14 dias	Plástico	100 ml	Refrigeração
	Alcalinidade	A	14 dias	Plástico	100 ml	Refrigeração
	Amônia / N. Amoniacal (Potenciometria)	A	28 dias	Plástico	100 ml	1 ml de H ₂ SO ₄ 1:3 ou até pH <2, Refrigeração
		S	28 dias	Plástico ou Vidro	10 g	Refrigeração
	Cianeto	A	14 dias	Plástico	200 ml	1 ml de NaOH 6N ou até pH >9, Refrigeração
		S	28 dias	Plástico ou Vidro	10 g	Refrigeração
	Cloreto (Titulação)	A	28 dias	Plástico	150 ml	Não há
	Condutividade	A	28 dias	Plástico	100 ml	Refrigeração
	Cor	A	48 horas	Plástico	20 ml	Refrigeração
	Cromo Hexavalente	A	28 dias	Plástico	100 ml	1 ml de NaOH 6N ou até pH >9, Refrigeração
		S	30 dias	Plástico ou Vidro	10 g	Refrigeração
	DBO	A	48 horas	Plástico	1000 ml	Refrigeração
	DQO	A	28 dias	Plástico	20 ml	1 ml de H ₂ SO ₄ 1:3 ou até pH <2, Refrigeração
	Dureza (Titulação)	A	06 meses	Plástico	100 ml	1 ml de H ₂ SO ₄ 1:3 ou até pH <2
	Fenóis	A	28 dias	Plástico	500 ml	1 ml de H ₂ SO ₄ 1:3 ou até pH <2 e 1 ml de Sulf. Ferroso Amoniacal 0,11%, Refrigeração
		S	28 dias	Plástico ou Vidro	50 g	Refrigeração
	Fluoreto (Potenciometrico)	A	28 dias	Plástico	50 ml	Não há
	Fosfatos	A	48 horas	Plástico	20 ml	Refrigeração
	Gosto e Odor	A	48 horas	Vidro Âmbar	120 ml	Refrigeração
	Nitrogênio Kjeldahl	A	28 dias	Plástico	500 ml	1 ml de H ₂ SO ₄ 1:3 ou até pH <2, Refrigeração
		S	28 dias	Plástico ou Vidro	10 g	Refrigeração
	Nitrogênio Total	A	28 dias	Plástico	50 ml	1 ml de H ₂ SO ₄ 1:3 ou até pH <2, Refrigeração
		S	28 dias	Plástico ou Vidro	10 g	Refrigeração
	Óleos e Graxas	A	28 dias	Vidro boca larga	1000 ml ³	2 ml de HCl 1:1 ou até pH <2, Refrigeração
		S	28 dias	Vidro	500 g	Refrigeração
	Oxigênio Consumido	A	24 horas	Plástico	300 ml	Refrigeração
	Resíduo Sedimentável	A	48 horas	Plástico	1000 ml	Refrigeração
	Série de Sólidos (Totais, Suspensos e Dissolvido)	A	07 dias	Plástico	500 ml	Refrigeração
		S	-	Plástico ou Vidro	50 g	Refrigeração
	Sílica	A	28 dias	Plástico	20 ml	Refrigeração
	Sulfato (Colorimetria)	A	28 dias	Plástico	150 ml	Refrigeração
	Sulfeto	A	7 dias	Plástico	200 ml	1 ml de NaOH 6N ou até pH >9, Refrigeração
		S	28 dias	Plástico ou Vidro	10 g	Refrigeração
Surfactantes	A	48 horas	Plástico	20 ml	Refrigeração	
Turbidez	A	48 horas	Plástico Âmbar	20 ml	Refrigeração	

	Ensaio	Matriz	Validade da Amostra	Frasco	Volume ¹	Preservante
CROMATOGRAFICOS	Ácidos Haloacéticos	A	07 dias	Vial	40 ml	1ml de Sulfito de Sódio 50g/L, Refrigeração
	Ânions (Fluoreto, Bromato, Cloreto, Sulfato)	A	28 dias	Plástico	30 ml	Refrigeração
		S	28 dias	Plástico ou Vidro	10 g	Refrigeração
	Ânions (Nitrato, Nitrito, Fosfato)	A	48 horas	Plástico	30 ml	Refrigeração
		S	-	Plástico ou Vidro	10 g	Refrigeração
	Ânions (Clorito)	A	14 dias	Plástico	30 ml	Refrigeração
		S	14 dias	Plástico ou Vidro	10 g	Refrigeração
	Cátions (Li/ Na/NH ₃ / K/Mg/Ca)	A	28 dias	Plástico/PET	30 ml	Refrigeração
		S	28 dias	Plástico ou Vidro	10 g	Refrigeração
	Glifosato / AMPA	A	14 dias	Plástico	30 ml	Refrigeração
		S	14 dias	Plástico ou Vidro	10 g	Refrigeração
	SemiVoláteis/PAH	A	07 dias	Vidro Âmbar	1000 ml	1ml de Tiosulfato de Sódio 10%, Refrigeração
S		14 dias	Plástico ou Vidro	20 g	Refrigeração	
VOCs	A	14 dias	2 Vials de 40 mL	40ml (Vial)	2 gotas de HCl 1:1 em cada vial, Refrigeração	
	S	14 dias	Vial	40ml (Vial)	Refrigeração	
TPH	A	07 dias	Vidro Âmbar	1000 ml	Refrigeração	
	S	14 dias	Plástico ou Vidro	20 g	Refrigeração	
MICROBIOLÓGICOS	Bolores e Leveduras	A	24 horas	Plástico Estéril	5 ml	1 Pastilha de tiosulfato de sódio ⁴ , Refrigeração
	Clorofila	A	48 horas	Vidro âmbar	1000 ml	Refrigeração
	Clostridium	A	24 horas	Plástico Estéril	100 ml	1 Pastilha de tiosulfato de sódio ⁴ , Refrigeração
	Coliformes Fecais	A	24 horas	Plástico Estéril	100 ml	1 Pastilha de tiosulfato de sódio ⁴ , Refrigeração
	Coliformes Totais	A	24 horas	Plástico Estéril	100 ml	1 Pastilha de tiosulfato de sódio ⁴ , Refrigeração
	Contagem Cianobactéria	A	6 meses	Vidro âmbar	1000 ml	3 ml de Lugol, Refrigeração
	Contagem Heterotrófica	A	24 horas	Plástico Estéril	5 ml	1 Pastilha de tiosulfato de sódio ⁴ , Refrigeração
		A	48 horas 60 dias cong.	Plástico	1000ml (Aguda) 3000ml (Crônica)	Refrigeração
	E. coli	A	24 horas	Plástico Estéril	100 ml	1 Pastilha de tiosulfato de sódio ⁴ , Refrigeração
	Endotoxinas	A	24 horas	Tube Pirogênico	10 ml	Refrigeração
	Enterococos	A	24 horas	Plástico Estéril	100 ml	1 Pastilha de tiosulfato de sódio ⁴ , Refrigeração
	Legionella	A	24 horas	Plástico Estéril	5 ml	1 Pastilha de tiosulfato de sódio ⁴ , Refrigeração
	Lodo Ativado	A	2 horas	Plástico	20 ml ⁵	Refrigeração
	Microcistina	A	24 horas	Vidro ou Plástico	120 ml	Refrigeração
	Pseudomonas	A	24 horas	Plástico Estéril	100 ml	1 Pastilha de tiosulfato de sódio ⁴ , Refrigeração
Salmonella	A	24 horas	Plástico Estéril	100 ml	1 Pastilha de tiosulfato de sódio ⁴ , Refrigeração	
Staphylococos	A	24 horas	Plástico Estéril	100 ml	1 Pastilha de tiosulfato de sódio ⁴ , Refrigeração	
CAMPO	Cloro R. Livre e Total	Ensaio de Campo				
	Condutividade (campo)	Ensaio de Campo				
	Dióxido de Cloro	Ensaio de Campo				
	ORP	Ensaio de Campo				
	Oxigênio Dissolvido	Ensaio de Campo				
	pH (Campo)	Ensaio de Campo				
	Temperatura	Ensaio de Campo				

1: Volume padrão a ser utilizado para cada ensaio. Os volumes podem variar dependendo do tipo de amostra e autorizados pelos supervisores do setor.

2: Frascos para metais devem ser lavados com HNO₃ antes do uso

3: O volume para Óleos e Graxas depende da composição da amostra. Para amostras carregadas com óleos ou gordura, o volume deve ser menor.

4: Os frascos estéreis para coleta microbiológica já são adquiridos com este preservante.

5: O frasco só deve ser coletado até a metade.

A: Águas e Efluentes

S: Solo, Sedimento, Resíduo