

1. Objetivo

O objetivo deste procedimento é apresentar a sistemática das amostragens realizadas pela EcoCerta e orientar seus clientes para a realização de forma correta.

2. Responsabilidade

Todos os colaboradores que realizam amostragens devem seguir esse procedimento para garantir a integridade e segurança das amostras a serem analisadas.

3. Desenvolvimento

Os ensaios realizados na amostragem (a campo) de amostras ambientais devem seguir o PE-800.

3.1 Plano de amostragem

As instruções de amostragem seguem o SMEWW (*Standard Methods for the Examination of Water & Wastewater, 23ª edition*) e demais normas, manuais e guias referenciados nesse procedimento.

O plano de amostragem para ensaios em amostras ambientais é determinado em função da licença de operação (LO) do cliente e/ou pela necessidade do mesmo, sendo a periodicidade mínima da amostragem definida na LO do cliente, quando aplicável.

No Plano de Amostragem constam os ensaios (parâmetros) a serem analisados com as informações específicas (quantidade, frasco, preservação, validade, metodologia de análise, limite de quantificação), o tipo de amostragem (simples ou composta), além de campos para preenchimento de informações relevantes.

Quando a EcoCerta é responsável pela amostragem, transporte e acondicionamento, devem ser seguidas as instruções específicas, sendo preenchido, no momento da amostragem, o Plano de Amostragem EcoCerta, que é gerado automaticamente no QualiLIMS. Quando o Cliente acompanhar as coletas, o mesmo deverá assinar os respectivos Planos de Amostragem (no campo Acompanhante da Amostragem (Cliente)).

Quando a amostragem é realizada pelo cliente, ele deverá seguir as orientações contidas no Orçamento, no PA-070, e preencher corretamente o Plano de Amostragem Cliente e/ou FR058-Requisição de Ensaios/Cadeia de Custódia, ou FR115-Requisição de Ensaios em Alimentos, ou FR151-Requisição de Ensaios e cadeia de custódia HO.

3.2 Amostragem e transporte de amostras

A amostragem deve ser realizada por pessoal qualificado da EcoCerta ou pelo cliente, seguindo as especificações descritas a seguir, de acordo com o tipo de matriz e ensaio a ser realizado.

Os materiais necessários para amostragem, dentre eles EPIs (luvas de procedimento, óculos de proteção, jaleco ou uniforme, máscara, quando necessário; sapato ou botina de segurança, etc), devem ser utilizados corretamente.

3.3 Amostras ambientais

Para amostras ambientais, o Plano de Amostragem faz parte do kit de coleta, que é composto pelos devidos frascos para as amostras, frasco do branco de campo, gelo e/ou outro material para refrigerar as amostras dentro da caixa de isopor. Além disso, os materiais necessários para amostragem devem ser utilizados corretamente, dentre eles medidor de temperatura (termômetro) e de pH (pHmetro portátil), pisseta com água de osmose (para limpeza do pHmetro, do medidor de OD), borrifador com álcool 70 °GL, pinça metálica, clorímetro, ferramentas manuais, dentre outros. Além disso, o coletador sempre deve ter frascos reservas disponíveis no veículo, caso ocorra qualquer eventualidade (quebra de frascos na movimentação, solicitação extra do cliente,...). A listagem dos materiais utilizados pelo coletador está descrita no FR018-Materiais para coleta e amostragem.

As amostras devem ser identificadas, e após a amostragem, as mesmas devem ser acondicionadas corretamente em caixas de isopor refrigeradas, para evitar quebra e/ou contaminação, e transportadas ao laboratório o mais breve possível. Sempre atentando o tempo necessário para que a análise ocorra dentro do prazo de validade da amostra.

O transporte das amostras, realizado pela EcoCerta, até o laboratório pode ser realizado com o uso de veículos próprios ou locados, devendo ser preenchido o formulário FR019-Uso do veículo.

4. Instruções gerais para amostragem de amostras ambientais líquidas (águas e efluentes)

Os coletadores devem fazer a antisepsia das mãos com álcool 70 °GL, não fumar, não falar ou comer durante o procedimento de amostragem. Devem utilizar os EPI's visando a proteção da amostra e de si próprio.

Para a amostragem, deverão ser usados frascos adequados (com preservantes e/ou esterilizados, quando aplicável), fornecidos pela EcoCerta. No momento da amostragem, identificar o frasco, lembrando que a quantidade de amostra deve levar em consideração o número de ensaios (parâmetros) solicitados, conforme estabelecido no Plano de Amostragem, que também deve ser preenchido nesse momento.

Manter o frasco fechado até o momento da amostragem e quando for aberto, evitar que a tampa entre em contato com qualquer objeto ou material. Após a amostragem, fechar imediatamente o frasco e acomodá-lo em ambiente refrigerado.

As amostras, sob refrigeração, devem ser encaminhadas o mais breve possível ao laboratório, evitando exceder 24 h entre a coleta e o recebimento no laboratório. As amostras devem ser transportadas em recipiente térmico, acompanhadas de gelo ou outra substância refrigerante, com o objetivo de evitar qualquer alteração.

As amostras enviadas por clientes devem ser mantidas em sua embalagem original para evitar modificações em suas características, e deverão ser acompanhadas do Plano de Amostragem e/ou FR058-Requisição de Ensaios/Cadeia de custódia.

Não serão analisadas amostras contidas em frascos inadequados ou em quantidade insuficiente sem a autorização formal do cliente, conforme PGQ-018.

4.1 Águas superficiais (rios, lagoas, piscinas, arroios, dentre outros)

Rios e lagos: por questão de segurança, nunca efetuar uma amostragem sozinho em rios e lagos. Usar formas seguras de deslocamento em rios e lagos profundos, onde o acesso é perigoso ou impraticável. Localizar um canal direto e uniforme para amostragem. A não ser que especificado no Plano de Amostragem, evitar locais próximos a confluências ou fontes de ponto de contaminação e não amostrar ao longo de contenção, pois ela não pode ser representativa do corpo d'água superficial como um todo.

Amostrar, segurando o frasco verticalmente próximo à base, conforme Figura 1, quando possível:



Figura 1: Amostragem de água superficial diretamente do corpo d'água.

4.2 Águas subterrâneas de poços profundos com bomba

Bombear a água durante aproximadamente 20 a 30 min para obtenção de água do fluxo laminar, utilizando bomba de baixa vazão, conforme PA-022. Caso houver indícios de contaminação externa, a desinfecção da torneira deverá ser feita com álcool 70 °GL. Neste caso, proceder ao escoamento da água da torneira por período suficiente para eliminar todo resíduo que possa vir a interferir na análise da amostra.

A amostra deve ser amostrada preferencialmente na válvula de saída do poço ou então na entrada do reservatório.

Nota 1: Caso a amostra apresente característica de lodo (muito espessa/grossa) que impossibilite que a coleta seja realizada com a bomba de baixa vazão, proceder a amostragem com bailer, conforme descrito no item 4.5.

4.3 Águas subterrâneas de poços rasos com bomba

Bombear a água durante aproximadamente 5 a 10 min, utilizando bomba de baixa vazão, conforme PA-022. Caso haja indícios de contaminação externa, a desinfecção da torneira deverá ser feita com álcool 70 °GL, devendo neste caso, proceder ao escoamento da água da torneira por período suficiente para eliminar todo resíduo que possa vir a interferir na análise da amostra. Reduzir o fluxo de água para permitir o enchimento do frasco sem respingos. Ver Nota 1.

4.4 Águas subterrâneas de poços rasos sem bomba

A amostragem deve ser realizada com auxílio de balde de aço inox e corda limpos. O conjunto balde e corda só deve ser desembalado no momento da amostragem, para evitar contaminação. Utilizar um conjunto para cada ponto de amostragem, para evitar a contaminação cruzada de um ponto para outro e, conseqüentemente, da própria amostra. Descer o balde até que afunde na água, evitando-se o contato com as paredes do poço e da corda com a água. Após enchimento, retirá-lo com os mesmos cuidados.

4.5 Águas subterrâneas em poços de monitoramento e piezômetros (postos de combustíveis e de indústrias) com bailer

Introduzir o amostrador descartável (bailer) preso a um barbante (ou fio de nylon) sem tocar as paredes do poço, aguardar seu enchimento, retirá-lo do poço e descartar a primeira amostragem. Após isso, reintroduzir o amostrador, aguardar seu enchimento, retirá-lo do poço e transferir a amostra para o frasco adequado, conforme Figura 2:

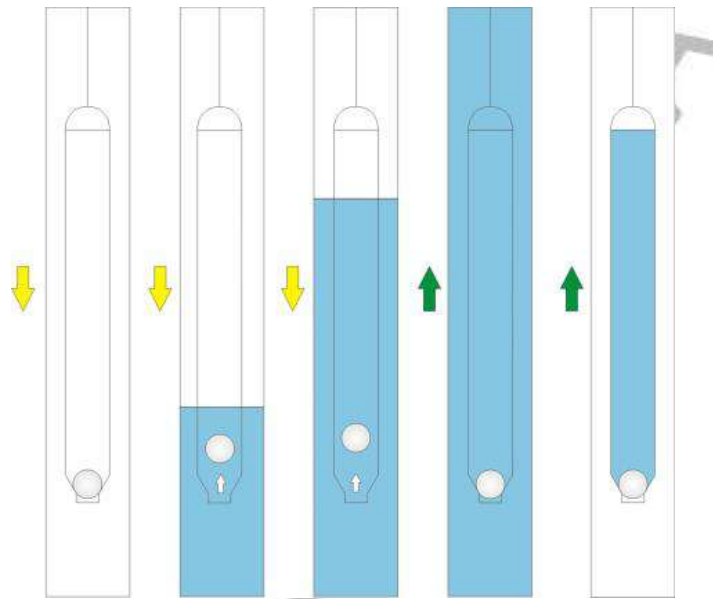


Figura 2: Enchimento do amostrador descartável bailer.

Quando solicitado pelo Cliente, também pode ser realizada a amostragem, utilizando a bomba de baixa vazão, conforme PA-022.

Nota 2: Quando não for possível realizar a coleta com bailer e o poço apresentar características de poço seco, deve ser realizada a medida de COV (Compostos Orgânicos Voláteis), utilizando o equipamento Fotoionizador PID (PA-055), conforme descrito no PE-800.

4.6 Efluentes

Remover a tampa do frasco tomando precauções para evitar a contaminação da amostra pelas luvas ou outro material e realizar a amostragem diretamente na torneira ou local apropriado.

4.6.1 Amostragem em caixas separadoras de água-óleo (CSAO)

Conforme a Resolução CONAMA nº 273 de 2000, postos de revenda e de consumo de combustíveis devem ser dotados de sistema de drenagem oleosa, a fim de promover o tratamento de efluentes provenientes de áreas de abastecimento, troca de óleo e lavagem, para posterior despejo na rede pública coletora.

Separadores água-óleo ou simplesmente os SAO, são usados para receber efluentes e águas contaminadas com óleos e graxas em estabelecimentos industriais ou comerciais de áreas de manutenção, lavagem de veículos, máquinas em oficinas mecânicas, etc.. O SAO também pode ser utilizado no tratamento preliminar de uma estação de tratamento de efluentes ou esgotos (ETE), no intuito de minimizar os impactos do óleo nas etapas seguintes, como, por exemplo, no tratamento biológico.

As caixas separadoras de água e óleo (CSAO) são destinadas a separar óleos não emulsivos em água, através de processo físico de decantação e operando em regime laminar. Os separadores água-óleo empregam métodos físicos e trabalham por densidade, usando a tendência de o óleo flutuar na água. O efluente que entra na caixa separadora encontrará uma série de obstáculos até a saída, visando aumentar a área de contato e o tempo de residência do efluente, facilitando a coalescência e a consequente separação água-óleo. Por diferença de densidade, o óleo se dirige para a superfície e a água para baixo da superfície, conforme Figura 3:

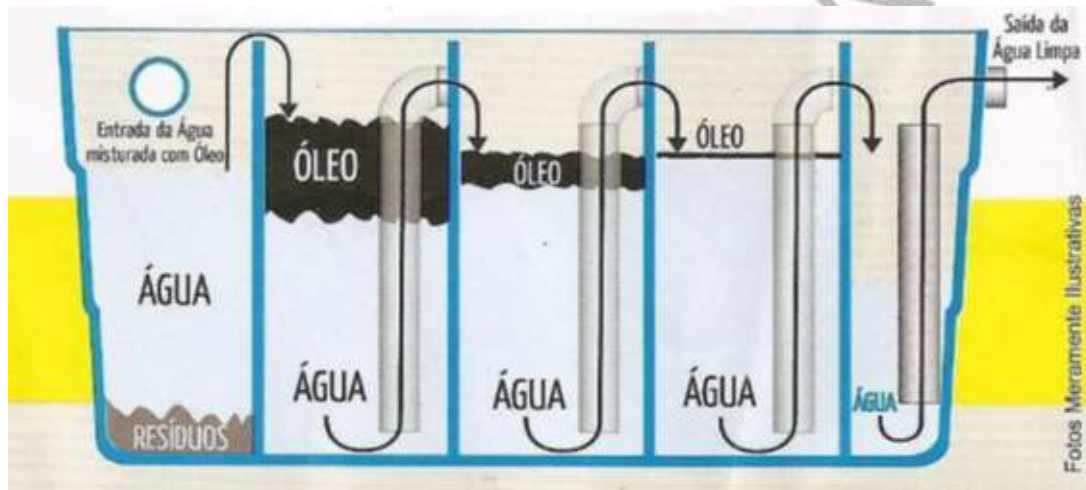


Figura 3: Exemplo de sistema separador água e óleo.

A amostragem em CSAO deve ser realizada no último compartimento, preferencialmente na saída da água limpa.

O sistema utilizado em postos de combustíveis é, geralmente, composto da seguinte forma:

- Caixa retentora de areia: que retém os sólidos grosseiros e materiais sedimentáveis (como areia e lodo) provenientes dos chassis, rodas e lavagem de piso;
- Caixa separadora de óleo: que reduz a velocidade do fluxo e retém a maior parte do óleo;
- Caixa coletora de óleo: que recebe o óleo que vem da caixa separadora;
- Caixa de inspeção: onde a remoção do óleo pode ser verificada e é o local onde a amostra deve ser coletada (saída da água limpa).

4.7 Instruções gerais para coleta de amostras ambientais compostas

Amostras podem ser simples ou compostas:

- A amostra simples é coletada em uma única tomada de amostra, indicada para os casos onde a vazão e a composição do líquido não apresentam variações significativas;
- A amostra composta é constituída por uma série de amostras simples, retiradas durante um determinado período e misturadas para constituir uma única amostra homogeneizada, pois ocorre uma grande variação de vazão e/ou composição do líquido. O período total da amostragem composta poderá ser subdividido, não excedendo o período máximo de 24 h.

Para uma amostragem composta, deverá ser pré-estabelecido o número de alíquotas que vão constituir a amostra composta (geralmente definido na L.O. do cliente ou pelo próprio cliente). Sugere-se amostrar pelo menos 1 L de amostra, em recipiente limpo, a qual terá o local de amostragem, horário, temperatura ambiente e da amostra, e pH medidos em cada alíquota e informados no respectivo Plano de Amostragem. Após a medida dos parâmetros, a amostra é acondicionada em galão de 5 ou 10 L, o qual receberá as demais alíquotas. Ao final da amostragem deve-se homogeneizar o líquido do interior do galão por agitação e então proceder a transferência para os frascos adequados, conforme ensaios (parâmetros) solicitados.

4.8 Instruções específicas para ensaios microbiológicos em amostras ambientais

A amostragem para ensaios microbiológicos deve ser realizada sempre antes da amostragem de qualquer outro tipo de ensaio. Tal procedimento visa evitar a contaminação do local da amostragem com frascos não estéreis.

Selecionar uma torneira sem aeradores ou filtros, antes de reservatórios e caixas d'água e que seja proveniente diretamente da rede. Se a limpeza da torneira for questionável, escolher outra. Realizar a descontaminação externa: a desinfecção da torneira deverá ser feita com álcool 70 °GL. Deixar escorrer a água durante cerca de 2 min para eliminar as impurezas e a água acumulada na rede de distribuição. Reduzir o fluxo de água para permitir o enchimento do frasco sem respingos.

Considera-se o procedimento de flambagem desnecessário, pois além de provocar danos às torneiras e válvulas de plástico, comprovou-se não ter efeito letal sobre as bactérias. Porém alguns clientes solicitam a flambagem, que deve ser realizada da seguinte maneira: passar álcool 70% V/V na torneira com borifador; utilizar uma pinça com bucha de algodão embebida em álcool etílico e acender a chama no algodão, passar a chama sobre a parte da torneira que entra em contato com a água por alguns segundos. Deixar escorrer a água durante cerca de 2 min para eliminar as impurezas e água acumulada na rede de distribuição. Reduzir o fluxo de água para permitir o enchimento do frasco sem respingos.

As amostras devem, preferencialmente, ser recolhidas diretamente nos frascos esterilizados que são utilizados para análise:

- a) Remover a tampa do frasco, tomando precauções para evitar a contaminação da amostra pelas luvas ou outro material. Manter a tampa próxima ao frasco no momento da amostragem a uma distância de aproximadamente 10 cm, para evitar a contaminação da parte interna da tampa ou queda de qualquer material no interior do frasco;
- b) Realizar a amostragem, segurando o frasco verticalmente próximo à base, conforme Figura 1;
- c) A quantidade mínima de amostra deve levar em consideração o número de ensaios solicitados, conforme Plano de Amostragem;
- d) O frasco não deve ser completamente preenchido com amostra, devendo-se deixar um espaço vazio de cerca de 2,0 cm do topo, possibilitando a homogeneização correta da amostra antes do início da análise;
- e) Após a amostragem, fechar imediatamente o frasco, colocá-lo em saco plástico individual e acomodá-lo na caixa de coleta, mantendo-a sob refrigeração até a chegada no laboratório.

4.9 Instruções específicas para ensaios Físico-químicos, de Metais e de compostos orgânicos por Cromatografia em amostras ambientais

No Quadro 1 são apresentados os tipos de frascos e os devidos cuidados:

Quadro 1: Tipos de frascos e os devidos cuidados.

Tipo de Frascos	Cuidados
Frascos sem preservante	<ul style="list-style-type: none">• Remover a tampa do frasco;• Colocar um pouco da amostra no frasco de coleta e enxaguá-lo, para ambientá-lo;• Preencher o frasco de coleta*, deixando um espaço vazio de cerca de 2,0 cm do topo;• Fechar em seguida.
Frascos com preservante (H ₂ SO ₄ , HNO ₃ , MnSO ₄ /KI, Zn(CH ₃ CO ₂) ₂ /NaOH, NaOH, HCl,...)	<ul style="list-style-type: none">• Remover a tampa do frasco;• Preencher o frasco de coleta, deixando um espaço vazio de cerca de 2,0 cm do topo;• No caso dos viais, encher até a boca sem deixar espaços de ar (não formar bolhas), fechando-o em seguida;• Fechar em seguida.

* Ver especificações no item 7 sobre os frascos para a Ecotoxicologia.

4.10 Instruções específicas para ensaios de Ecotoxicologia em amostras ambientais

Cuidados que devem ser seguidos:

- Preencher todo o volume do frasco sem deixar espaços vazios, de maneira a evitar a presença de ar;
- Tampar o frasco, deixá-lo em repouso por alguns minutos e verificar se não existem bolhas de ar no seu interior. Caso haja presença de bolhas, bater levemente nas laterais do frasco, visando o desprendimento das bolhas. Completar o volume do frasco, se necessário;
- Acondicionar a amostra em ambiente refrigerado para transporte.

Na impossibilidade do início do ensaio em até 12 h após a coleta, a amostra deve ser acondicionada sob refrigeração em temperatura inferior a 10 °C por até 48 h, após este período, deve ser congelada a temperatura inferior a -10 °C, tomando o cuidado de retirar um pouco de líquido do frasco, para que o mesmo não estufe o frasco com a expansão da amostra congelada.

4.11 Instruções específicas para ensaios de Ecobiologia em amostras ambientais

As amostragens para ensaios de Ecobiologia estão descritas no PA-105.

5. Instruções gerais para amostragem de solo

A amostragem de solos é realizada mediante Plano de Amostragem previamente definido, contendo informações sobre a distribuição, número e profundidade de pontos de amostragem, além do tipo de amostragem (simples ou composta).

São amostrados em torno de 2000 g de solo, de forma a se obter uma amostragem representativa do local escolhido, para permitir uma posterior homogeneização das amostras e possuir material suficiente para execução das análises necessárias e replicatas, se necessário.

5.1 Instruções específicas

O procedimento de amostragem é realizado de acordo com a CETESB, com trado desenvolvido especificamente para solos. Deve-se proceder da seguinte maneira:

- a) Com auxílio de uma enxada, limpar a área a ser amostrada de qualquer fragmento presente na superfície. Pode ser apropriado, em determinadas situações, que sejam removidos os primeiros 8 a 15 cm da superfície do solo de uma área de aproximadamente 30 cm de diâmetro ao redor do ponto a ser amostrado;
- b) Utilizar o trado do tipo rosca para perfuração do solo;
- c) Quando o trado estiver cheio ou após atingir a profundidade desejada, remover lentamente e com cuidado do interior da sondagem. Quando a amostragem for realizada diretamente do trado, esse procedimento deve ser realizado com o trado fora do furo realizado. A porção superior da amostra retirada deve ser descartada. Para amostras compostas, transferir o solo para a bandeja ou balde de aço inoxidável, onde será efetuada a sua homogeneização;
- d) Amostrar e manusear as amostras de acordo com o tipo de substância a ser investigada (voláteis, semivoláteis ou metais);
- e) Para a análise de nitrato, deve-se remover a vegetação e outros detritos da superfície do solo a ser amostrado, descartando-se a porção externa da amostra, para evitar a contaminação das paredes do furo feito pelo trado. Na certeza da contaminação da amostra, a coleta pode ser feita próxima à superfície (0-20 e 20-40 cm), em solos com pedregosidade aparente ou pouco profundas, sugere-se que restrinja-se a camada de 0-20 cm;
- f) Para análises biológicas, a profundidade geralmente limita-se à camada agricultável do solo (0 a 20 ou 25 cm) ou ao horizonte que concentra a maior quantidade de raízes (0 a 10 cm). O instrumento utilizado deve ser primeiramente lavado com água e depois com álcool 70°GL. Para análises faunísticas, a mais alta concentração de indivíduos normalmente é encontrada próxima a superfície, a cerca de 15 cm;
- g) Registrar, no respectivo Plano de Amostragem, as coordenadas geográficas do local de coleta, por meio de GPS;
- h) Proceder à descontaminação dos equipamentos antes da próxima amostragem.

6. Instruções gerais para amostragem de alimentos

A amostragem constitui a primeira fase da análise do produto. As amostras de produtos alimentícios destinadas à análise poderão ser colhidas nos locais de fabricação, preparo, depósito, acondicionamento, transporte e exposição à venda.

É fundamental que os responsáveis pela amostragem assegurem a integridade das amostras, bem como sua rastreabilidade documental. Devem ser evitadas modificações nas características da amostra, utilizando-se sempre que possível a sua embalagem original, exceto nos casos de amostras a granel e gelo, e produtos em peças grandes ou excessivamente volumosos (presunto Parma, Pata Negra, certos queijos, etc).

A amostragem será de responsabilidade do Cliente. A amostra deverá ser colhida em quantidade suficiente para a realização da análise (ver abaixo) e acondicionada de forma a resguardá-la de qualquer alteração e ser adequadamente identificada.

A quantidade mínima necessária é de:

- ensaios bromatológicos: 250 g ou mL

- ensaios microbiológicos: 250 g ou mL

Em caso de amostras de leite para o ensaio de densidade, é necessário no mínimo 1 L.

Em caso de amostras de ovos, é necessário no mínimo 1 dúzia.

A amostra, identificada e rotulada, será acompanhada do FR115 - Requisição de ensaios em alimentos, com as informações necessárias para a realização da análise e a emissão do Relatório de ensaio, como data e local da coleta, datas de fabricação e validade, nº de lote, e/ou qualquer outra informação que for de relevância ao Cliente.

6.1 Transporte de amostras de alimentos

A EcoCerta não faz amostragem de alimentos, somente realiza o transporte das amostras até o laboratório, quando solicitado pelo Cliente.

- As amostras devem ser transportadas em caixas térmicas higienizadas com água e sabão neutro e álcool 70% e com uso exclusivo para alimentos;
- A temperatura das amostras congeladas e resfriadas deve ser medida no momento da retirada da amostra no Cliente e após, devem ser mantidas refrigeradas com gelos recicláveis, evitando contaminações cruzadas;
- A temperatura medida das amostras deve ser registrada no respectivo FR115 - Requisição de ensaios em alimentos ou no FRQ-042;
- O transporte das amostras de alimentos deve ser efetuado o mais rápido possível e ao chegar ao laboratório as amostras devem ser levadas imediatamente ao setor de Recebimento de Alimentos para serem tratadas conforme PGQ-018.

7. Instruções gerais para amostragem de agentes de risco ocupacional

As amostragens de agentes de risco para Higiene Ocupacional estão descritas no PA-069.

8. Referências

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

<http://arquivos.ana.gov.br/institucional/sge/CEDOC/Catalogo/2012/GuiaNacionalDeColeta.pdf>

- Amostragem do solo CETESB. Disponível em:

<http://areascontaminadas.cetesb.sp.gov.br/wp-content/uploads/sites/45/2013/11/6300.pdf>

- Manual Prático de Análise de Água FUNASA. Disponível em:

http://www.funasa.gov.br/site/wp-content/files_mf/manual_pratico_de_analise_de_agua_2.pdf

- Diretriz nacional do plano de amostragem da vigilância em saúde ambiental relacionada à qualidade da água para consumo humano / Ministério da Saúde, Secretaria de Vigilância em Saúde. Brasília: Ministério da Saúde, 2006. Disponível em: http://bvsms.saude.gov.br/bvs/publicacoes/diretriz_nacional_plano_vigiagua.pdf
- *Standard Methods for the examination of water and wastewater, 23rd edition, 10200 B. American Public Health Association, 2017.*
- Manual de procedimentos de coleta de amostras em áreas agrícolas para análise da qualidade ambiental: solo, água e sedimentos. Editado por Heloisa Ferreira Filizola, Marcos Antonio Ferreira Gomes e Manoel Dornelas de Souza. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente, 2006, 169 p.
- ABNT NBR 15469:2021-Ecotoxicologia — Coleta, preservação e preparo de amostras.

CÓPIA CONTROLADA