AMOSTRAGEM E TRANSPORTE DE ITENS DE ENSAIO

PGQ-017	
12	
29/11/2023	

1. Objetivo

O objetivo deste procedimento é apresentar a sistemática das amostragens realizadas pela EcoCerta e também orientar seus Clientes para a realização das amostragens de forma a garantir que ela seja a mais representativa possível.

2. Responsabilidade

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

3. Amostragens ambientais de águas, efluentes, solos, resíduos,...

O objetivo da amostragem é obter uma pequena porção de amostra, representativa do todo, que seja transportada convenientemente e em quantidade suficiente para a rotina dos ensaios envolvidos. Em outras palavras, a concentração dos analitos deve ser igual aquela presente na sua composição inicial, sem mudanças significativas desde a amostragem até a realização dos ensaios.

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

3.1 Plano de amostragem/Cadeia de custódia

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

O plano de amostragem é determinado em função da licença de operação (LO) do Cliente e/ou pela necessidade do mesmo, sendo a periodicidade mínima da amostragem também 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, método de ensaio, limite de quantificação), o tipo de amostragem (simples ou composta), além de campos para preenchimento de informações relevantes. No FR063 - Instruções específicas para coletas de amostras também constam algumas dessas informações necessárias para a correta execução da amostragem.

Preencher o Plano de Amostragem com todas as informações disponíveis e pertinentes a amostra, essas poderão auxiliar na interpretação dos resultados, utilizar o campo Observações (no final do Plano de Amostragem) para descrever quaisquer informações que não esteja de acordo com o procedimento ou com o Orçamento:

A CONTRACTOR OF THE PARTY OF TH	Acompanhante (Cliente):	Responsável	CR	Assinatur
Base Caxias do Sul		Ana Cristina Atti dos Santos	CRQ 053 02072	L

Elaborador: Ana Cristina Atti dos Santos Aprovador: Catusa De Marco 01 de 14

PGQ-017 12 29/11/2023

AMOSTRAGEM E TRANSPORTE DE ITENS DE ENSAIO

Registrar a localização geográfica e/ou fotos, quando pertinente e solicitado, conforme descrito em campo específico no Plano de Amostragem. Coordenadas deverão ser informadas no Plano de Amostragem, as fotos podem ser enviadas por WhatsApp ou e-mail para a Logística ou salvas em: R:\Logistica\Amostragem\FOTOS AMOSTRAGEM\2023, com as devidas informações.

Data	Hora	Temperatura Amostra (°C	
Ensaios realizados na Amostragem	Método	Resultado	Unid
Espumas	PE-800	6)	=
Materiais flutuantes	PE-800	0	_
Odor	PE-800		- 2
Foto (imagem) do local de amostragem	1		12

Quando a EcoCerta é responsável pela amostragem, transporte e acondicionamento das amostras, preencher o Plano de Amostragem (respectivo FRQ gerado no QualiLIMS) ou FR058-Requisição de Ensaios/Cadeia de Custódia <u>no momento da amostragem.</u> Quando o Cliente acompanhar essas amostragens, o mesmo deverá assinar como acompanhante no campo identificado abaixo:

		Amostragem		
Amostrado por:	Acompanhante (Cliente):	Responsável	CR	Assinatur
Base Caxias do Sul		Ana Cristina Atti dos Santos	CRQ 053 02072	Ju

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.

Abaixo seguem as instruções para preenchimento dos Planos para Amostragem Simples:

Elaborador: Ana Cristina Atti dos Santos Aprovador: Catusa De Marco 02 de 14

PGQ-017

29/11/2023

12

AMOSTRAGEM E TRANSPORTE DE ITENS DE ENSAIO

Procedénda: ÁGUA PARA CON SUMO HUMANO - POTABILIDADE SIMPLES

Local: Caxias do Sul/RS [Caxias do Sul e Arredores]

Ponto de Coleta (Coordenadas): /
Latitude: Longitude: Longitude:

Descrição do ponto de amostragem: Tempo Bom Tempo Nublado Tempo Instável Chuva intensa

Data Hora Temperatura Amostra (°C) Temperatura Ambiente (°C)

Ensaios Solicitados	Método	LQ/unidade	Preservação	Frasco	Quantidade Mi nima (em g ou mL)	Validade
Escherichia coli	SMWW 23* 9223 B	Ausência em 100 mL	Na2S2O3/Refrigeração	PP estéril	100	30 horas
Coliformes totais	SMWW 23* 9223 B	Ausência em 100 mL	Na2S2O3/Refrigeração	PP estéril	100	30 horas
Cor aparente	PE-509 / SMWW 23* 2120C	10,0 mg Pt/L	Refrigeração	PE	10	2 dias
Turbidez	SMWW 23* 2130 B	1,0 NTU	Refrigeração	PE	50	48 horas
Dureza	PE-130 / SMWW 23* 2340 B / EPA 200.7:2001	3,0 mg/L	HNO3/Refrigeração	PE	100	180 dias
Cálcio [A]	EPA 200.7:2001/ PE-100 e PE-136	0,2 mg/L	HNO3/Refrigeração	PE	100	180 dias
Magnésio [A]	EPA 200.7:2001/ PE-100 e PE-136	0,05 mg/L	HNO3/Refrigeração	PE	100	180 dias
Ferro	EPA 200.7:2001/ PE-100 e PE-136	0,05 mg/L	HNO3/Refrigeração	PE	100	180 dias
Cloro residual livre (medido na EcoCerta após Recebimento)	SMWW 23* 4500 CI G	0,1 a 6 mg/L	72	PE	100	15 minutos
pH (medido na EcoCerta após Recebimento)	SMWW 23* 4500 H+ B	0-14	2	PE	100	15 minutos

- Os campos destacados em **azul** são OPCIONAIS: para que seja apresentado no Relatório de Ensaio, caso seja requisito do Cliente, a informação das coordenadas do Ponto de Amostragem devem ser informadas nestes campos;
- Os campos destacados amarelo são OBRIGATÓRIOS: devem ser preenchidos de acordo com cada amostragem, baseada nessas informações será realizada a inspeção da amostra no Recebimento. O não preenchimento de qualquer dado desses campos, ocasiona uma Inadequação no Recebimento da amostra, pois são requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017;
- Na tabela dos ensaios solicitados há colunas que descrevem o tipo de frasco (destacado em roxo) e a preservação necessária (destacado em laranja). As determinações dos frascos e preservações necessárias, são baseadas nos métodos de ensaio, portanto, estando em desacordo, a amostra será considerada Inadequada no Recebimento da mesma;
- Na tabela dos ensaios solicitados também está indicada a validade da amostra, ou seja, o tempo entre a amostragem e o início dos ensaios (destacado em verde). Deve-se atentar ao fato de que, os ensaios microbiológicos possuem prazo de validade curto, sendo assim as amostras precisam ser coletadas e recebidas em tempo hábil (menos de 24 ou 30h, dependendo do tipo da amostra);
- Os ensaios destacados em vermelho são ensaios que podem ser medidos no Recebimento da amostra, porém, entrarão com a Validade expirada, pois suas validades são de apenas 15 minutos após a amostragem. O ideal dessas medições é serem realizadas no momento da Amostragem, outra opção é solicitar a Amostragem EcoCerta, na qual o Técnico de amostragem irá até o local com os equipamentos necessários para realizar essas medições em campo;
- Caso algum ensaio esteja com a validade expirada no momento do recebimento da amostra, a mesma será informada na Inspeção da amostra.

Elaborador: Ana Cristina Atti dos Santos Aprovador: Catusa De Marco 03 de 14

AMOSTRAGEM E TRANSPORTE DE ITENS DE ENSAIO

PGQ-017
12
29/11/2023

Abaixo seguem as instruções para preenchimento dos Planos para Amostragem Composta:

onto de Coleta (Coordenada stitude:	as): /	Longitud	:		
escrição do ponto de amos	tragem:				
ondição Meteorológica:	☐ Tempo Bom	□ Tempo Nubl	ado □ Tempo in	ståvel □ Chuva	intensa
dos das alíquotas (amostras	simples):	194		- Fi	0
Hora	T. ambiente (°C)		. amostra (°C)	pH	Vazão (m³/ħ)
		- 6			
					-
Temperatura uipamentos:					o de la companya de
dos da amostra composta:				14	
Data		Ho	ora	Temperatura	Ambiente (°C)
nsaios realizados na Amos	tragem Méto	odo	Resultado	Unidade	Validade
1	SMWW 23°	4500-H+ B		-	15 minutos
emperatura da amostra	SMWW 23° 2550 B		13 (1)	°C	15 minutos

- Os campos destacados em **azul** são OPCIONAIS: para que seja apresentado no Relatório de Ensaio, caso seja requisito do Cliente, a informação das coordenadas do Ponto de Amostragem devem ser informadas nestes campos;
- Os campos destacados amarelo são OBRIGATÓRIOS: devem ser preenchidos de acordo com cada amostragem, baseada nessas informações será realizada a inspeção da amostra no Recebimento. O não preenchimento de qualquer dado desses campos, ocasionará uma Inadequação no Recebimento da amostra, pois são requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017;
- Os campos destacados em verde devem ser preenchidos com os resultados dos respectivos ensaios, medidos na amostra final (composta das alíquotas), realizados no final da amostragem;
- Para ensaios onde consta um [A] ao lado do nome do mesmo, significa ensaio de dependência (os resultados são necessários para a execução de um ensaio contratado, por exemplo ensaios de Toxicidade necessitam informações como pH, OD e Condutividade). Nestes casos de dependências, caso o Cliente não informe, as medições serão realizadas no Recebimento da amostra.

3.2 Pessoal e materiais

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

PGQ-017

12 29/11/2023

AMOSTRAGEM E TRANSPORTE DE ITENS DE ENSAIO

Utilizar corretamente os EPIs conforme listagem disponível no PGR vigente (luvas de procedimento, óculos de proteção, jaleco ou uniforme, sapato ou botina de segurança, máscara - quando necessário, etc).

Os materiais necessários estão descritos no FR018 - Materiais para coleta e amostragem, entre eles, medidor de temperatura (termômetro) e de pH (pHmetro portátil), clorímetro, pisseta com água de osmose (para limpeza do pHmetro, do medidor de OD, sonda multiparâmetros, cubetas do clorímetro,...), borrifador com álcool 70 °GL, pinça metálica, ferramentas manuais, dentre outros. Além disso, o coletador sempre deve ter frascos reservas disponíveis no veículo, para atender qualquer eventualidade (quebra de frascos na movimentação, solicitação extra do Cliente,...). Utilizar equipamentos de amostragem limpos e livres de contaminação.

O Plano de Amostragem faz parte do kit de amostragem, que é composto pelos devidos frascos de coleta das amostras, frasco do branco de campo, gelo e/ou outro material para refrigerar as amostras dentro da caixa de transporte. O transporte das amostras até o laboratório, quando realizado pela EcoCerta pode ser feito com o uso de veículos próprios ou locados, devendo ser preenchido o formulário FR019-Uso do veículo.

3.3 Instruções gerais para amostragem simples de águas e efluentes

Deverão ser usados frascos adequados (com preservantes e/ou esterilizados, quando aplicável) fornecidos pela EcoCerta, os quais passaram por todo o processo de limpeza e preservação, conforme PGQ-018 - Manuseio e armazenamento de itens de ensaio. A quantidade de amostra deve levar em consideração o número de ensaios solicitados, conforme estabelecido no Plano de Amostragem.

O coletador (EcoCerta ou Cliente) deve fazer a antissepsia das mãos com álcool 70 °GL, não fumar, não falar ou comer durante o procedimento de amostragem. Na sequência, preencher os frascos diretamente com a amostra, tendo ou não preservantes pré-adicionados (não rinsar). Preencher os frascos até a borda para os ensaios de compostos orgânicos e deixar um espaço para aeração e/ou agitação para os frascos de ensaios microbiológicos e de metais, conforme Figura 1:



Figura 2: Preenchimento de frascos para Metais.

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

Elaborador: Ana Cristina Atti dos Santos Aprovador: Catusa De Marco 05 de 14

AMOSTRAGEM E TRANSPORTE DE ITENS DE ENSAIO

PGQ-017	
12	
29/11/2023	
29/11/2023	

Quadro 1: Tipos de frascos e os devidos cuidados.

Tipo de Frascos	Cuidados				
Frascos sem preservante,	Remover a tampa do frasco;				
plástico ou vidro e para	Preencher o frasco de coleta¹, até a boca;				
ensaios de orgânicos	Fechar em seguida.				
Frascos com preservante	Remover a tampa do frasco;				
(H ₂ SO ₄ , HNO ₃ , MnSO ₄ /KI,	Preencher o frasco de coleta, deixando um espaço vazio de cerca d				
Zn(CH ₃ CO ₂) ₂ /NaOH, NaOH,	, 2,0 cm do topo;				
HCI,)	No caso dos viais, encher até a boca sem deixar espaços de ar (sem				
	presença de bolhas), fechando-o em seguida;				
Filtração de metais a campo	Para o ensaio de metais dissolvidos, filtrar preferencialmente a campo, antes				
	da preservação com ácido nítrico.				
	Filtrar no laboratório somente se as condições a campo trouxerem erros o				
	contaminações à amostra. Neste caso, filtrar assim que chegarem ao				
	laboratório.				

¹ Ver especificações no item 3.6 sobre os frascos para os ensaios de Toxicidade.

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. Sempre que possível, quando a amostragem conter mais de um ponto, identificar o frasco, utilizando a etiqueta colada nos frascos (bruto, tratado, etc). Esta identificação evita troca de amostras no Recebimento das mesmas (Figura 2):



Figura 2: Identificação de amostras.

Elaborador: Ana Cristina Atti dos Santos Aprovador: Catusa De Marco 06 de 14

PGQ-017

12 29/11/2023

AMOSTRAGEM E TRANSPORTE DE ITENS DE ENSAIO

As amostras, sob refrigeração, devem ser encaminhadas o mais breve possível ao laboratório, evitando exceder 24 h entre a amostragem 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. Sempre atentando o tempo necessário para que o ensaio ocorra dentro do prazo de validade da amostra, conforme Plano de Amostragem.

Não serão analisadas amostras que apresentam irregularidades (amostras em frascos inadequados, em quantidade insuficiente,...) sem a autorização formal do Cliente, conforme PGQ-018.

3.3.1 Amostragem de águas superficiais (rios, lagoas, piscinas, arroios, dentre outros)

Por questão de segurança, não efetuar amostragem em rios e lagos sem acompanhamento. 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 ou na Cadeia de custódia (FR058), evitar águas estagnadas, locais próximos a confluências ou fontes de ponto de contaminação e não amostrar ao longo de contenção, pois ela pode não ser representativa do corpo d'água superficial como um todo.

Amostrar, segurando o frasco verticalmente próximo à base, conforme Figura 3, quando possível:



Figura 3: Amostragem de água superficial diretamente do corpo d'água.

3.3.2 Amostragem de águas subterrâneas

Águas subterrâneas podem ser amostradas com bomba ou bailer, conforme descrito no PA-022 - Amostragem de poços de monitoramento e operação de bombas de baixa vazão.

3.3.3 Amostragem de efluentes de ETE (águas residuais)

Além dos EPIs descritos no item 3.2., usar respiradores no caso de substâncias tóxicas. Lavar as mãos antes e depois da amostragem. Remover a tampa do frasco, tomando precauções para evitar a contaminação da amostra pelas luvas ou outro material. Realizar a amostragem diretamente na torneira ou local apropriado (ETE, Calha Parshall, tanque,...).

Elaborador: Ana Cristina Atti dos Santos Aprovador: Catusa De Marco 07 de 14

AMOSTRAGEM E TRANSPORTE DE ITENS DE ENSAIO

PGQ-017
12
29/11/2023

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

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 do 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 4:

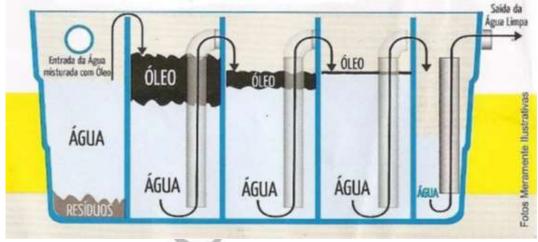


Figura 4: Exemplo de sistema separador água e óleo.

A amostragem em CSAO deve ser realizada no <u>último compartimento</u>, 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).

3.4 Instruções gerais para amostragem e preparo de amostras compostas

As amostras podem ser simples ou compostas:

Elaborador: Ana Cristina Atti dos Santos Aprovador: Catusa De Marco 08 de 14

PGQ-017

12 29/11/2023

AMOSTRAGEM E TRANSPORTE DE ITENS DE ENSAIO

- 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, o qual terá o local de amostragem, hora, pH, temperatura ambiente e da amostra medidos em cada alíquota, sendo esses dados informados no respectivo Plano de Amostragem, conforme descrito no item 3.1. Após a medida dos ensaios, 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, realizar a medição dos ensaios da amostra composta total (geralmente pH e temperatura) e então proceder a transferência para os frascos adequados, conforme ensaios solicitados. No caso de alíquotas com preservação, adicionar as alíquotas em frascos com preservantes e misturar em bombona no final. Refrigerar as alíquotas da amostra composta durante todo o processo de amostragem para eliminar a interferência das propriedades dos ensaios, principalmente em dias quentes e em períodos extensos entre uma alíquota e outra.

Não é possível realizar composição de amostras para os ensaios de óleos e graxas, sulfeto, oxigênio dissolvido, solventes halogenados, VOCs e indicadores microbiológicos, pois esses podem sofrer alterações (transferência de frascos, volatilização, oxidação e redução, perda de viabilidade, etc) durante o processo de composição ou pelo prazo requerido para o ensaio. Nesses casos, deve ser realizada a coleta de amostra simples, normalmente coletada na última alíquota da amostra composta.

3.5 Instruções específicas de amostragem para ensaios microbiológicos

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.

Caso não especificado o local pelo Cliente, 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 a 3 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.

Elaborador: Ana Cristina Atti dos Santos Aprovador: Catusa De Marco 09 de 14

PGQ-017

12 29/11/2023

AMOSTRAGEM E TRANSPORTE DE ITENS DE ENSAIO

Considera-se o procedimento de flambagem desnecessário, pois além provocar danos às torneiras e válvulas de plástico, comprovou-se não ter efeito letal sobre as bactérias. No entanto, alguns Clientes solicitam a flambagem, que deve ser realizada da seguinte maneira: passar álcool 70% V/V na torneira com borrifador; utilizar uma pinça com bucha de algodão embebida em álcool etílico e acender a chama no algodão ou gaze, 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 a 3 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.

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 5:



Figura 5: Coleta de amostra para ensaios microbiológicos.

- 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 a amostra, devendo-se deixar um espaço vazio de cerca de 2,0 cm do topo, possibilitando a homogeneização correta da amostra antes do início do ensaio, conforme Figura 2;
- e) Após a amostragem, fechar imediatamente o frasco, colocá-lo em saco plástico individual, amarrar para não entrar água ou gelo, evitando contaminação cruzada dos frascos, e acomodá-lo na caixa de coleta, mantendo-a sob refrigeração até a entrega no laboratório (Figura 6):

Elaborador: Ana Cristina Atti dos Santos Aprovador: Catusa De Marco 10 de 14

AMOSTRAGEM E TRANSPORTE DE ITENS DE ENSAIO

PGQ-017

12
29/11/2023



Figura 6: Armazenamento frasco com amostra para ensaios microbiológicos.

f) Não se realiza amostragem composta para ensaios microbiológicos.

3.6 Instruções específicas de amostragem para ensaios de Toxicidade

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.

3.7 Instruções específicas de amostragem na área de Limnologia

As amostragens para ensaios biológicos de Fitoplâncton, Zooplâncton e Bentos da área de Limnologia estão descritas no PA-105 - Amostragens específicas (Fitoplâncton, Zooplâncton e Bentos).

3.8 Instruções gerais para amostragem de solos

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 <u>2000 g de solo</u>, de forma a se obter uma amostragem representativa do local escolhido, para permitir uma posterior homogeneização das amostras e possuir material suficiente para execução dos ensaios necessários e replicatas, se necessário.

3.8.1 Instruções específicas para amostragem de solos

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

Elaborador: Ana Cristina Atti dos Santos Aprovador: Catusa De Marco 11 de 14

PGQ-017

12

29/11/2023

AMOSTRAGEM E TRANSPORTE DE ITENS DE ENSAIO

- 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, metais ou físico-químicos);
- 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. 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 ensaios faunísticos, 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 ponto de amostragem, por meio de GPS ou outro recurso disponível;
- h) Proceder à descontaminação dos equipamentos antes da próxima amostragem.

4. Amostragem de alimentos e swab

4.1 Instruções específicas para 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 é de responsabilidade do Cliente. A amostra deverá ser recebida em quantidade suficiente para a realização dos ensaios (ver abaixo) e acondicionada de forma a resguardá-la de qualquer alteração e ser adequadamente identificada.

A quantidade mínima necessária é de:

- ensaios físico-químicos: 250 g ou mL

Elaborador: Ana Cristina Atti dos Santos Aprovador: Catusa De Marco 12 de 14

PGQ-017 12 29/11/2023

AMOSTRAGEM E TRANSPORTE DE ITENS DE ENSAIO

ensaios microbiológicos: 250 g ou mL
ensaios de sujidades: 250 g ou mL
ensaios terceirizados: 1000 g ou mL

- contra-prova: 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 in natura, é necessário no mínimo 1 dúzia.

A amostra identificada e rotulada, deverá vir acompanhada do FR115 - Requisição de ensaios em alimentos, com as informações necessárias para a realização dos ensaios 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.

4.2 Instruções específicas para SWAB

Para realizar a amostragem de swab em superfícies, mãos,... seguir as instruções constantes no PA-098 - Guia para amostragem com swab e preencher o FR168-Requisição de Ensaios - SWAB e Exposição Ambiental.

4.3 Transporte de amostras de alimentos e swab

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, sabão neutro e álcool 70% e com uso exclusivo para alimentos e/ou swab;
- 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 de alimentos deve ser registrada no respectivo FR115 -Reguisição de ensaios em alimentos ou no FRQ-042;
- A temperatura medida das amostras de Swab deve ser registrada no respectivo FR168-Requisição de Ensaios em SWAB;
- O transporte das amostras de alimentos e swab 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.

5. Amostragem de agentes de risco ocupacional

As amostragens de agentes de risco para Higiene Ocupacional estão descritas no PA-069-Amostragem de ar para Higiene Ocupacional. As amostras de ensaios para Higiene Ocupacional devem estar acompanhadas pelos respectivos planos de amostragens, nos quais estão definidos os amostradores, vazão, volume e demais informações necessárias para a correta execução da amostragem. Quando enviadas somente as amostras (amostragem realizada por Consultorias e/ou Clientes), as mesmas devem estar acompanhadas do FR151-Requisição de Ensaios e cadeia de custódia HO, com todas as informações necessárias para a publicação do Relatório de ensaio.

Elaborador: Ana Cristina Atti dos Santos Aprovador: Catusa De Marco 13 de 14

AMOSTRAGEM E TRANSPORTE DE ITENS DE ENSAIO

6. 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, 24th edition, 10200 B. American Public Health Association, 2023.
- 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.

Elaborador: Ana Cristina Atti dos Santos Aprovador: Catusa De Marco 14 de 14