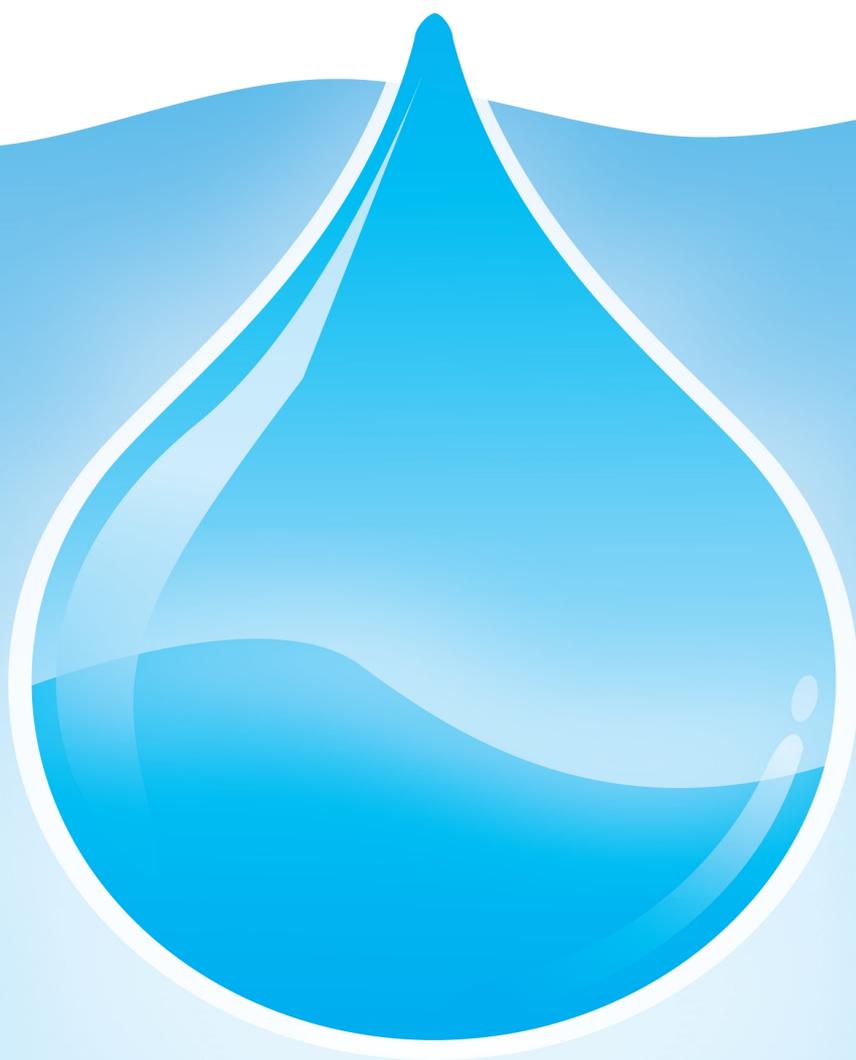




Estado de Santa Catarina  
MINISTÉRIO PÚBLICO

CME Centro de Apoio Operacional  
do Meio Ambiente

# MANUAL TÉCNICO PARA COLETA DE AMOSTRAS DE ÁGUA



## INTRODUÇÃO

A água de abastecimento refere-se à água fornecida para consumo humano, para fins industriais, agricultura e outras atividades humanas, pressupondo assim a existência de captação, transporte e distribuição da água aos consumidores, com ou sem tratamento. O abastecimento de água tem implicações diversas de caráter ambiental, relacionadas ao bem-estar da população e à saúde pública, com o desenvolvimento das atividades econômicas e com a manutenção da paisagem em meio rural, visando à preservação dos ecossistemas.

Pode-se considerar que, em relação ao ambiente, a água gera algumas preocupações essenciais, nomeadamente no que diz respeito à limitação dos recursos e às consequências dessa limitação para as atividades humanas, além da manutenção da qualidade da água perante as condições do aumento da procura. Outra preocupação resulta da relação direta que existe entre a saúde e a água, particularmente no que diz respeito às doenças associadas à insuficiência da água, quer qualitativa, quer quantitativa. As doenças decorrentes da água são classificadas em doenças de origem hídrica (decorrente da presença de metais pesados, por exemplo) e de veiculação hídrica (gastroenterites, amebíases, hepatite, leptospirose etc.)

A poluição ambiental por micro-organismos e por agentes tóxicos é uma realidade preocupante e crescente e é causada pelo desrespeito aos bens naturais que se manifesta de diversas formas, como o lançamento direto ou indireto de despejos domésticos e agropecuários sem tratamento ou após tratamentos ineficazes; deposição inadequada desses resíduos, muitas vezes de maneira clandestinamente.

Como em qualquer análise laboratorial, a coleta adequada das amostras é de fundamental importância para garantir representatividade, consequentemente, resultados confiáveis. É importante salientar que, devido às constantes alterações ambientais, não existem amostras iguais; dessa forma, o planejamento da coleta deverá ser criterioso para fornecer quantidade de amostras suficiente para a realização de todos os testes requeridos.

O presente guia de coleta de amostras de águas utiliza como referências suplementares as seguintes Normas Brasileiras Registradas (NBR), da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), e do *Standard Methods for Water and Wastewater*, 21 ed.:

- ✓ NBR 9896 – Glossário de poluição das águas - AGO 1993;
- ✓ NBR 9897 – Planejamento de amostragem de efluentes líquidos e corpos receptores – Jun 1987
- ✓ NBR 9898 – Preservação e técnicas de amostragem de efluentes líquidos e corpos receptores – Jun 1987
- ✓ NBR ISO/IEC 17025 – Requisitos gerais para competência de laboratório de ensaio e calibração – Jan 2001;
- ✓ *Standard Methods for Examination of Water and Wastewater*, 21.ed. (2005).

O objetivo deste manual é a padronização, por meio de procedimentos operacionais-padrão, da realização da coleta, do armazenamento e do transporte de água para análises microbiológicas e físico-químicas de águas.

Este manual pode fornecer informações para amostragens de águas por razões não regulatórias. Qualquer monitoramento submetido ao laboratório para esses propósitos deve também seguir os requisitos descritos neste manual. De uma maneira geral, não importando qual o objetivo e o tipo de exame que será realizado, algumas diretrizes devem ser seguidas para a coleta e preservação das amostras.

## **2. PLANO DE AMOSTRAGEM**

### **2.1. Planejamento**

O planejamento tem por objetivo definir as atividades de coleta, preservação, manuseio e transporte das amostras, de modo a assegurar a obtenção de todas as informações necessárias da forma mais precisa, com o menor custo possível.

Esta fase deverá definir, em detalhes, o programa de coleta de amostras, levando em consideração os métodos analíticos que serão aplicados, assim como prever os recursos humanos, materiais e financeiros necessários. Um bom planejamento deverá ser embasado em informações preliminares como a cuidadosa determinação dos pontos de coleta e o estabelecimento de um itinerário racional, levando em conta a disponibilidade do laboratório para a execução das análises e os prazos de preservação das amostras. É importante também definir se o local de amostragem é um corpo receptor de efluentes, sendo necessário conhecer, em detalhes, os processos industriais responsáveis pela produção dos efluentes no entorno.

Se o objetivo da análise é pericial e visa a avaliar a contribuição do lançamento de um determinado tipo de efluente na qualidade do corpo receptor, a coleta deve ser realizada sempre que possível, em pelo menos três pontos: Montante (ponto controle, localizado antes do lançamento, de forma que este ponto não seja influenciado pela zona de difusão), Zona de mistura (confluência do efluente com o corpo receptor), e Jusante (logo após o lançamento da fonte poluidora), evitando-se, porém, retirar água da pluma do efluente; além de vários pontos no curso do corpo d'água para avaliar a capacidade de diluição. Paralelamente, deve ser feita a coleta de um ponto controle da origem, ou seja, a coleta do próprio efluente que está sendo lançado, e/ou na origem do local suspeito para que seja possível a caracterização e o confronto.

### **2.2. Amostra:**

De acordo com a NBR ISO/IEC 17.025 a amostragem é um procedimento definido, pelo qual uma parte de uma substância, material ou produto é retirada para produzir uma amostra representativa do todo, para ensaio ou calibração. A amostragem também pode ser requerida pela especificação apropriada, para a qual a substância, o material ou o produto é ensaiado ou calibrado. Em alguns casos (por exemplo: análise forense), a amostra pode não ser representativa, mas determinada pela disponibilidade.

### 3. COLETA DE AMOSTRAS E PROCEDIMENTOS DE CAMPO

#### 3.1. Coleta de Amostras:

Um *checklist* deverá ser realizado, antes de se partir para a coleta das amostras, esse procedimento é necessário para evitar que a equipe responsável pela coleta não possa realizá-la pela falta de algum equipamento ou material.

LISTA DE EQUIPAMENTOS	CHEC K	LISTA DE EQUIPAMENTOS	CHECK
<b>Documentação</b>		<b>Acondicionamento e transporte</b>	
Plano de monitoramento		Gêlo reciclável	
Mapas apropriados da área		Material de embalagem	
Caderno de campo/ ficha de coleta		Fita adesiva (vedação caixas)	
Canetas e lápis/ relógio		Etiquetas de identificação/Lacres	
<b>Equipamentos de coleta</b>		<b>Equipamentos de segurança</b>	
Haste de coleta		Kit de primeiros socorros	
Coletor de profundidade		Óculos de sol/proteção	
Frasco coletor		Botas de cano alto impermeáveis	
Medidores de campo		Água potável	
Caixa de luvas		Capa de chuvas	
Frascos de coleta		Filtro solar/ repelente	
Etiquetas de identificação		Antisséptico para mãos	
<b>Descontaminação</b>		Colete salva-vidas	
Álcool 70%		<b>Outros</b>	
Esponja e Escova		Máquina fotográfica digital/ carregador	
Solução detergente		Filmadora/ carregador	
Papel absorvente		Caixa de ferramentas	
		GPS e baterias	
		Confirmação de acesso (chaves)	
		Outros materiais específicos	

#### 3.1.1. Frascos para Coleta

✓ Dependendo do tipo de coleta, os materiais podem sofrer pequenas variações. Os frascos de coleta deverão ser resistentes, de vidro borosilicato (V), de vidro borosilicato âmbar (VB) ou polietileno (P), além de ser quimicamente inertes e permitir uma perfeita vedação. Preferencialmente, as tampas deverão ser do tipo auto-lacráveis, permitindo assim uma maior confiabilidade na amostra. Todos os frascos devem ser escrupulosamente limpos, conforme descritos nos procedimentos operacionais padrões de cada tipo de análise. Os frascos deverão ser preferencialmente de boca larga, para facilitar a coleta e sua limpeza e resistentes a autoclavação, naqueles destinados a análises microbiológicas.

✓ Em casos onde houver necessidade, deverá ser utilizado frasco de oxigênio dissolvido, os quais deverão ser de vidro borosilicato com tampa esmerilhada e estreita (pontaguda), com selo d'água.

✓ Convém levar frascos adicionais ao programado, pois poderão ocorrer quebras, contaminação ou vazamento, obrigando o técnico coletor a substituir a embalagem e, em alguns casos, a repetir a coleta.

✓ Não tocar a parte interna dos frascos e do material de coleta (como tampas) nem deixá-los expostos ao pó, fumaça e outras impurezas, tais como: gasolina, óleo e fumaça de exaustão de veículos, pois podem ser grandes fontes de contaminação de amostras. Cinzas e fumaça de cigarro podem contaminar fortemente as amostras com metais pesados e fosfatos, entre outras substâncias.

✓ Recomenda-se aos coletores fazer a sepsia nas mãos com álcool 70°GL, e não fumar, não falar ou comer durante o procedimento da coleta de amostras. Deverá também adotar o uso de EPIs (luvas, avental, máscara etc.) com vistas à proteção da amostra e também do próprio coletor, no caso de águas suspeitas de contaminação. Dever-se-á utilizar um par de luvas de procedimento para cada ponto de coleta, no caso das análises físico-químicas, as luvas não deverão ser lubrificadas com talco.

✓ Caso sejam utilizadas amostras para análises de campo, essas não deverão ser enviadas ao laboratório.

✓ Os frascos de coleta deverão permanecer abertos apenas o tempo necessário para o seu preenchimento e ser mantidos ao abrigo do sol.

✓ Os reagentes utilizados na coleta deverão ser de mínimo grau Para Análise (P.A.) e, se possível, grau ISO ou superior. Isso evita a contaminação das amostras por reagentes de baixa qualidade.

### 3.2 Análises de Campo:

Sempre que necessário, durante a coleta, deverão ser realizadas as determinações do pH e da temperatura, e no caso de redes de abastecimento de cloro residual. As determinações de campo deverão ser realizadas em recipientes separados daqueles que serão enviados ao laboratório, evitando-se, assim, possíveis contaminações. Para a determinação de cloro residual livre e total deverá ser utilizado, de preferência, equipamento colorimétrico digital, ou papeis indicadores quantitativos com valores de leituras compatíveis com os estabelecidos na legislação de água para consumo para a determinação do pH, quando possível, deverá ser usado um pH metro portátil, caso isso não seja possível, poderá ser utilizado papel de pH de boa qualidade. A determinação da temperatura deverá seguir o mesmo padrão, quando na falta de um termômetro digital portátil com certificado de calibração, poderá ser utilizado termômetro calibrado com escala entre 0°C e 50°C.

Além das determinações já citadas se possível poderão ainda ser realizadas as seguintes análises:

- Turbidez;
- condutividade e
- oxigênio dissolvido.

#### **OBS:**

1. todos os equipamentos utilizados deverão estar calibrados e com certificado de calibração emitido por órgão competente. O técnico coletor não deverá esquecer-se das soluções de calibração dos equipamentos;

2. os medidores de campo não fornecerão resultados precisos, a menos que eles sejam calibrados antes de cada utilização. Em particular, oxigênio dissolvido, pH e turbidez, frequentemente, variam durante o dia. Os requisitos de calibração variarão entre medidores e fabricantes, assim é importante seguir as instruções fornecidas com

o equipamento. É recomendado que, no mínimo, o medidor seja calibrado antes de cada evento de amostragem;

3. oxigênio dissolvido (OD) é uma medida da quantidade de oxigênio disponível dentro de um corpo d'água e, é medido em uma escala de 0 mg/L–20 mg/L ou como porcentagem de saturação. Pode ser determinado usando medidores eletrônicos portáteis (Figura 1) ou por titulação. Os medidores eletrônicos (são, sem dúvida, os mais convenientes e deveriam ser usados onde quer que seja, sempre que possível; e

4. vários analitos, tais como: cálcio, nitrito, nitrogênio amoniacal, fluoreto, etc., quando medidos em medidores eletrônicos, podem ser apropriados para situações onde os parâmetros estão presentes em concentrações altas, mas podem estar sujeitos a interferência de outras substâncias. Então, os resultados produzidos por esses medidores de campo poderão não ser comparáveis com aqueles produzidos no laboratório.

#### 4. PRESERVAÇÃO DAS AMOSTRAS

As técnicas de preservação são vitais para minimizar alterações nas amostras. Alguns preservativos comuns estão descritos abaixo:

a) Congelamento – é um método de preservação que pode ser aplicado para aumentar o intervalo de tempo entre a coleta e a análise, para maior parte dos parâmetros de composição química. Não poderá ser usado para a determinação de DBO e DQO, além do teor de sólidos filtráveis e não filtráveis ou de qualquer parâmetro nessas frações, pois os componentes dos resíduos em suspensão se alteram com o congelamento e posterior descongelamento.

b) Refrigeração – Manter as amostras entre 1°C e 4°C preservará a maioria de características físicas, químicas e biológicas em curto prazo (< 24 horas) e, como tal, é recomendado para todas as amostras entre coleta e entrega para o laboratório. É recomendado para amostras microbiológicas ser refrigerada entre 2°C e 10°C. O gelo pode ser rapidamente usado para resfriar amostras para 4°C antes do transporte. As barras de gelo reutilizáveis são preferidas em vez das de gelo solto. **Lembre-se:** o gelo não deve entrar em contato com as amostras.

c) Adição de agentes químicos – é um método de preservação mais conveniente, quando possível, pois oferece o maior grau de estabilização da amostra e por maior espaço de tempo. No entanto, não é possível recorrer a adições químicas em casos de determinação de parâmetros biológicos, como a DBO, contagem de microrganismos, etc., e em casos de ocorrência de interferências de análises químicas.

#### 5. RECOMENDAÇÕES PARA COLETA E PRESERVAÇÃO DE AMOSTRAS

As recomendações quanto ao tipo de frasco para coleta, à quantidade de amostra necessária, à forma de preservação e ao prazo entre a coleta e o início da análise, para os parâmetros de maior interesse, são apresentados na Tabela 1. É

possível ainda observar algumas pequenas diferenças entre os referenciais de alguns autores:

**Tabela 1:** Recomendações quanto ao tipo de frasco, forma de preservação e prazo de execução de análise para cada parâmetro.

Parâmetros	Frasco	Preservação	Prazo
Alcalinidade	Vidro polietileno ou polipropileno	Refrigeração a 4°C	14 dias água limpa 24hrs; água poluída < 24hrs*
Alumínio	Polietileno, polipropileno e vidro	HNO <sub>3</sub> para pH < que 2	6 meses menor possível*
Carbono Orgânico Total	Polietileno, polipropileno e vidro	Refrigeração a 4°C, HCl ou H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ou H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> para pH < 2	28 dias 7 dias*
Cianeto	Polietileno, polipropileno e vidro	Refrigeração a 4°C, NaOH para pH > 12	14 dias 24 horas*
Cloreto	Polietileno, polipropileno e vidro	Não é necessário	Análise imediata 7 dias*
Cobre	Polietileno, polipropileno e vidro	HNO <sub>3</sub> para pH < 2	6 meses
Condutividade	Polietileno, polipropileno ou vidro	Refrigeração a 4°C	24 horas
Cor	Polietileno, polipropileno e vidro	Refrigeração a 4°C	48 horas 24 horas*
Cromo total	Polietileno, polipropileno e vidro	HNO <sub>3</sub> para pH < 2	6 meses
Cromo 6 <sup>+</sup>	Polietileno, polipropileno e vidro	Refrigeração a 4°C	24 horas
Cromo 3 <sup>+</sup>	Polietileno, polipropileno e vidro	HNO <sub>3</sub> para pH < 2	6 meses
DBO5	Polietileno, polipropileno e vidro	Refrigeração a 4°C	48 horas 24 horas*
DQO	Polietileno, polipropileno e vidro	Refrigeração a 4°C, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> para pH < que 2	28 dias 7 dias*
Dureza Total	Polietileno, polipropileno e vidro	Refrigeração a 4°C e HNO <sub>3</sub> para pH < 2	7 dias
Dureza Cálcio	Polietileno, polipropileno e vidro	Refrigeração a 4°C e HNO <sub>3</sub> para pH < 2	7 dias
Dureza Magnésio	Polietileno, polipropileno e vidro	Refrigeração a 4°C e HNO <sub>3</sub> para pH < 2	7 dias
Fenóis	Vidro	Refrigeração a 4°C, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> para pH < que 2	28 dias 24 horas*
Ferro	Polietileno, polipropileno e vidro	HNO <sub>3</sub> para pH < 2	6 meses
Fluoreto	Polietileno ou polipropileno	Não é necessário; Refrigeração a 4°C*	28 dias 7 dias*
Fósforo reativo	Polietileno, polipropileno e vidro Vidro*	Refrigeração a 4°C, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> para pH < que 2	28 dias 7 dias*
Manganês	Polietileno,	HNO <sub>3</sub> para pH < 2	6 meses

	polipropileno e vidro		
Nitrogênio Amoniacal	Polietileno, polipropileno e vidro	Refrigeração a 4°C, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> para pH < que 2	24 horas
Nitrito	Polietileno, polipropileno e vidro	Refrigeração a 4°C	48 horas 24 horas*
<b>Parâmetros</b>	<b>Frasco</b>	<b>Preservação</b>	<b>Prazo</b>
Nitrogênio Total	Polietileno, polipropileno e vidro	Refrigeração a 4°C, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> para pH < que 2	28 dias 7 dias*
O <sub>2</sub> Consumido em H <sup>+</sup>	Vidro	Refrigeração a 4°C, HCl para pH < que 2	4 a 8 horas
Óleos e graxas	Vidro	Refrigeração a 4°C, HCl ou H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> para pH < que 2	24 horas
O <sub>2</sub> Dissolvido	Vidro	Refrigeração a 4°C, HCl para pH < que 2	4 a 8 horas
pH	Polietileno, polipropileno e vidro	-----	Análise imediata
Resíduo Mineral	Polietileno, polipropileno e vidro	Refrigeração a 4°C	7 dias
Sulfato	Polietileno, polipropileno e vidro	Refrigeração a 4°C; pH < 8,0*	28 dias 7 dias*
Sulfetos	Polietileno, polipropileno e vidro Vidro*	Refrigeração a 4°C, adicionar Acetato de Zinco + Hidróxido de Sódio para pH >9 pH 6,0 - 9,0	7 dias
Surfactantes	Polietileno, polipropileno e vidro	Refrigeração a 4°C	48 horas 24 horas*
Turbidez	Polietileno, polipropileno e vidro âmbar	Refrigeração a 4°C; Evitar exposição à luz*	48 horas 24 horas*
Zinco	Polietileno, polipropileno e vidro	HCl ou HNO <sub>3</sub> para pH < que 2	6 meses
Coliformes Totais e Fecais	Polietileno, polipropileno e vidro âmbar	Refrigeração a 4°C, 0,008% Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> – águas cloradas	8 horas preferência Não exceder 24 horas

**Fonte:** Metodologia inclusa na 21ª Edição do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, (2005) e USEPA, (1998).

\* Recomendado por: SOUZA, Helga Bernhard de. Guia técnico de coleta de amostras por Helga Bernhard de Souza e José Carlos Derísio. São Paulo, Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental, 1977.

## 6. IDENTIFICAÇÃO DA AMOSTRA

Os pontos de coleta deverão ser detalhadamente descritos na ficha de coleta, incluindo suas coordenadas; condições hidrológicas e geológicas; topografia; condições meteorológicas, no dia da coleta e nas últimas vinte e quatro ou quarenta e oito horas, utilização da água (abastecimento público, recreação, dessedentação de animais, irrigação etc..)

## 6.1. Documentação

Todo o procedimento da coleta deverá ser documentado, inclusive com fotos. A localização precisa dos pontos de coleta deverá ser conseguida por meio de um GPS (*Global Positioning System* - Sistema de Posicionamento Global).

Cada amostra (um ou mais frascos) deverá ser acompanhada por uma ficha de coleta, e os procedimentos de Cadeia de Custódia deverão ser iniciados.

A Cadeia de Custódia é um processo de documentação da história cronológica da amostra, para garantir a idoneidade e o rastreamento dessas. Isto dá a confiança de que a integridade de amostra não foi comprometida se as amostras são para fins legais ou se existe qualquer suspeita que as amostras possam ser adulteradas em qualquer etapa do processo (momento da coleta até a análise).

A ficha de coleta deve ter no mínimo as seguintes informações:

- a) código de Identificação;
- b) autoridade solicitante;
- c) identificação do ponto de amostragem e sua localização;
- d) procedência da amostra (efluente, rio, lago etc.);
- e) profundidade em que amostra foi coletada;
- f) condições Climáticas no momento da coleta e no período imediatamente anterior;
- g) parâmetros analisados no campo e seus resultados;
- h) parâmetros a serem analisados no laboratório;
- i) cadeia de custódia:
  - nome do técnico que coletou data, hora e assinatura;
  - nome do técnico que fez o transporte, data, hora e assinatura; e
  - nome do técnico que recebeu a amostra no laboratório, data, hora e assinatura;
- e
- j) espaço para anotar alterações sobre quaisquer ocorrências anormais relacionadas à amostragem, e condições especiais que possam fornecer dados de importância para a interpretação dos resultados.

A ficha de coleta deverá acompanhar as amostras respectivas, quando enviadas ao laboratório.

A amostra coletada deverá ser identificada adequadamente, sobre o próprio frasco, com tinta insolúvel em água, ou com etiquetas. O técnico coletor deverá tomar muito cuidado na transcrição da identificação da amostra para a ficha de coleta a fim de evitar trocas de identificação.

## 6.2. Acondicionamento e Transporte das Amostras

Após a coleta das amostras, essas deverão ser perfeitamente acondicionadas, para evitar quebras e contaminação, e transportadas ao laboratório, no tempo necessário para que sua análise ocorra dentro do prazo de validade da preservação.

O transporte das amostras deverá ser realizado em caixas térmicas, que permitam o controle da temperatura e o seu fechamento por meio de lacres (se possível numerado). Normalmente, a temperatura de transporte é de - 4°C. Caso não seja possível o uso de caixas térmicas, poderá ser utilizada caixa de isopor com gelo reciclável, buscando evitar o contato direto do gelo com as amostras.

Os seguintes procedimentos são recomendados ao preparar a amostra para transporte:

- a) colocar os frascos na caixa de amostras de tal modo que fiquem firmes durante o transporte;
- b) nos casos em que for utilizado gelo para preservação, cuidar para que os frascos, ao final do transporte não fiquem submersos na água formada pela sua fusão o que aumentaria o risco de contaminação; e
- c) evitar a colocação de frascos de uma mesma amostra em caixas diferentes.

Se as amostras forem enviadas por meio de transporte comercial, além dos procedimentos já listados, o técnico coletor deverá tomar os seguintes cuidados complementares:

- a) prender firmemente a tampa da caixa que contém as amostras;
- b) identificar a amostra, pelo lado de fora, indicando sua procedência, seu destino, a data de envio e outras datas que sejam importantes;
- c) indicações de “PARA CIMA”, “FRÁGIL” e “PERECÍVEL”, escritas de modo perfeitamente legível; e
- d) enviar dentro da caixa, em envelope plástico lacrado, uma cópia da ficha de coleta das amostras enviadas. Como segurança, uma cópia das fichas de coleta deverá ser retida com o técnico coletor.

#### 6.2.1. Tempo de detenção das amostras (prazo de entrega)

As técnicas de preservação poderão reduzir as taxas de degradação de um analito, mas não podem parar completamente. Todos os analitos têm um prazo de validade que é o tempo máximo previsto entre a amostragem e a análise. Esses prazos estão dispostos na Tabela 1. As amostras deverão ser entregues ao laboratório com base no parâmetro a ser analisado que apresentar o menor prazo para análise.

## **7. PROCEDIMENTOS OPERACIONAIS PADRÃO (POP's) PARA COLETA DE AMOSTRAS DE ÁGUA**

### 7.1 Análises Microbiológicas

#### **POP nº 1 – Lavagem e Esterilização do Material para Coleta**

##### Materiais Necessários:

- frascos de vidro ou plástico de boca larga (4 cm) com tampa de rosca, resistentes à esterilização, com volume mínimo de 200 ml;
- autoclave;
- detergente neutro não tóxico;
- esponja;
- escova;

- água destilada ou deionizada;
- estufa de secagem e esterilização;
- solução de tiosulfato de sódio a 1,8%;
- solução de EDTA (ácido etilendiaminotetracético) a 15%; e
- fita de autoclave.

Procedimentos:

1- Descontaminar os frascos e as tampas por autoclavação a 121°C, a pressão de 0,1 MPa (1atm), durante 30 minutos. As tampas deverão ser afrouxadas para evitar a ruptura dos frascos.

2- Após a descontaminação proceder à lavagem dos frascos e tampas na seguinte seqüência:

- a. esvaziar o conteúdo do frasco;
- b. limpar a parte externa do frasco e tampa, com auxílio de uma esponja e escova;
- c. adicionar uma gota de detergente líquido, no interior do frasco e da tampa, e escovar a parte interna com auxílio de uma escova própria;
- d. enxaguar dez vezes em água corrente, enchendo e esvaziando totalmente o frasco; e
- e. enxaguar três vezes em água destilada ou deionizada.

3- Após a lavagem dos frascos e das tampas, deixar escorrer a água e colocar em posição emborcada, em estufa a 100°C.

4- Antes da esterilização, preparar os frascos da seguinte maneira:

- a. nos frascos que serão utilizados para coleta de amostras contendo cloro residual, deverá ser adicionado 0,1 ml de uma solução de tiosulfato de sódio a 1,8%, para cada 100 ml de amostra (identificá-los);
- b. frascos que serão utilizados para coleta de amostras contendo metais pesados em concentração superior a 0,01 mg/l, deverá ser adicionado 0,3 ml de uma solução a 15% de EDTA para cada 100 ml; e
- c. fechar os frascos e colocar a fita indicadora de esterilização.

5- Os frascos deverão ser esterilizados da seguinte maneira:

- a. frascos de plástico e de vidro deverão ser esterilizados em autoclave a 121°C a 0,1 MPa (1 atm), por 30/15 minutos. Antes da autoclavação, ao colocar os frascos na autoclave, é necessário afrouxarem-se as tampas para evitar a ruptura dos frascos e permitir a entrada circulação de ar. Logo após a retirada da autoclave, fechar os frascos.
- b. os frascos deverão ser armazenados ao abrigo de luz, pó e umidade;

## POP nº 2 – Coleta de Amostra para Análises Microbiológicas em Água Tratada (Torneira)

Ensaio: Bactérias heterotróficas, Coliformes totais, coliformes de origem fecal, *Escherichia coli*.

A coleta de amostras para o exame microbiológico deverá ser realizada sempre antes da coleta de qualquer outro tipo de análise. Tal procedimento visa evitar a contaminação do local da amostragem com frascos não estéreis.

### Material Necessário:

- GPS;
- máquina Fotográfica;
- frasco estéril com solução de tiosulfato de sódio a 1,8% por 100 ml de amostra;
- luvas de procedimento;
- caixa térmica ou caixa de isopor com gelo reciclável ou gelo picado;
- termômetro 0° a 50°C ;
- equipamento ou material para determinação de pH;
- equipamento ou material para determinação de cloro;
- *swab* estéril;
- álcool a 70°GL ou hipoclorito de sódio a 2%;
- caneta própria para escrita em vidro ou plástico com tinta resistente a água ou etiqueta adesiva; e
- ficha de coleta.

### Procedimento:

- 1- anotar na ficha de coleta o endereço completo do local e, se possível, tomar as coordenadas (latitude e longitude), por meio GPS e fotografar o local da coleta;
- 2- calçar as luvas
- 3- considera-se o procedimento de flambagem desnecessário, pois além de provocar danos às torneiras e válvulas, comprovou-se não ter efeito letal sobre as bactérias. Caso haja indícios de contaminação externa, a desinfecção da torneira deverá ser feita utilizando-se *swab* estéril (haste flexível com algodão na extremidade) ou gaze estéril embebida em 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;
- 4- deixar correr a água durante cinco minutos ou o tempo suficiente para eliminar as impurezas e água acumulada na rede de distribuição;
- 5- voltar o volante da torneira para que o fluxo de água seja pequeno e não haja respingos; e
- 6- remover a tampa do frasco de coleta com todos os cuidados de assepsia, tomando precauções para evitar a contaminação da amostra pelos dedos ou por outro material.
- 7- segurar o frasco, verticalmente, próximo à base e efetuar o enchimento, deixando um espaço vazio de aproximadamente 2cm da borda, possibilitando a homogeneização correta da amostra antes do início da análise;

- 8- coletar a amostra (100 a 200 ml), deixando um espaço dentro do frasco suficiente para sua homogeneização;
- 9- fechar o frasco imediatamente após a coleta;
- 10- identificar a amostra e preencha a ficha de coleta;
- 11- acomodar as amostras na caixa de coleta ou caixa de isopor;
- 12- se possível, lacrar a caixa;
- 13- as amostras deverão ser conservadas sob refrigeração até a chegada ao laboratório;
- 14- o prazo para análise é de até 24 h, de preferência 8h; e
- 15- após a coleta, efetuar a tomada de outra amostra para as determinações de campo.

**POP nº 3** - Coleta de Amostra para Análises Microbiológicas em Águas superficiais:  
(Rios, Lagoas, Piscinas, Arroio etc.)

Ensaio: Bactérias heterotróficas, coliformes totais, coliformes de origem fecal,  
*Escherichia coli*.

A coleta de amostras para exame microbiológico, deverá ser realizada sempre antes da coleta de qualquer outro tipo análise. Tal procedimento visa a evitar a contaminação do local da amostragem com frascos não estéreis.

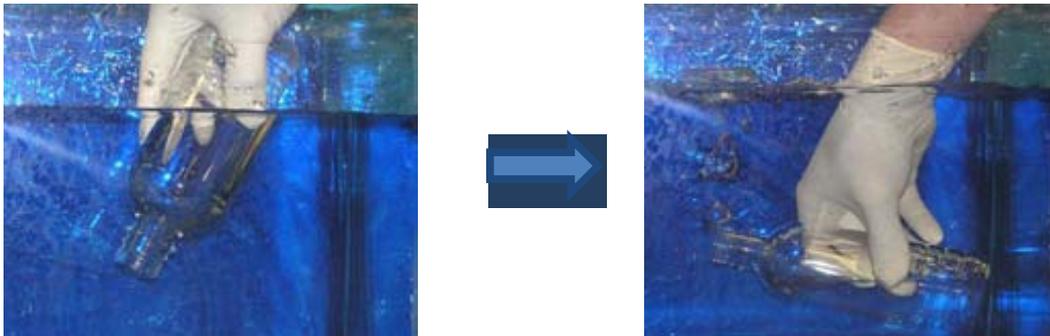
Material Necessário:

- GPS;
- máquina Fotográfica;
- luvas de procedimento;
- caixa térmica ou caixa de isopor com gelo reciclável;
- termômetro 0° a 50°C ;
- equipamento ou material para determinação de pH;
- álcool a 70°GL ;
- caneta própria para escrever em vidro ou plástico, com tinta resistente a água ou etiqueta adesiva; e
- ficha de coleta.

Procedimento:

- 1- anotar na ficha de coleta o endereço completo do local e se possível tomar as coordenadas (latitude e longitude), por meio de GPS e fotografar o local da coleta;
- 2- calçar as luvas;
- 3- remover a tampa do frasco; com todos os cuidados de assepsia (sempre que possível, remover a tampa depois que o frasco estiver submerso);
- 4- com uma das mãos, segurar o frasco pela base, mergulhando-o rapidamente com a boca para baixo, a cerca de 15 a 30cm abaixo da superfície da água, sempre que possível (Figura 1);

- 5- direcionar o frasco de modo que a boca fique em sentido contrário ao da corrente (Figura 1). Se o corpo hídrico for estático, criar uma corrente artificial, por meio da movimentação do frasco, lentamente, na direção horizontal (sempre para frente);
- 6- inclinar o frasco lentamente para cima para permitir a saída do ar e conseqüente enchimento do mesmo;
- 7- coletar a amostra (100 a 200 ml), deixando um espaço, dentro do frasco, suficiente para sua homogeneização
- 8- fechar imediatamente o frasco;
- 9- identificar a amostra e preencher a ficha de coleta;
- 10- acomodar as amostras na caixa de coleta ou caixa de isopor;
- 11- se possível, lacrar a caixa;
- 12- as amostras deverão ser conservadas sob refrigeração até a chegada ao laboratório.
- 13- o prazo para análise é de até 24h, de preferência em até 8h.
- 14- as a coleta tome outra amostra para as determinações de campo.



Fonte: EPA, 2007

**Figura 1.** Técnica de coleta de águas superficiais efetuada diretamente com as mãos.

#### Considerações:

##### a) Rios, lagos, etc.:

- Por questão de segurança, nunca efetue uma coleta sozinho, ou seja, a coleta deverá ser realizada por uma equipe de, no mínimo, duas pessoas.
- Localize um canal direto e uniforme para amostragem;
- A não ser que esteja especificado no plano de amostragem:
  - evite locais de amostragem próximo a confluências ou fontes de ponto de contaminação; e
  - não colete amostras ao longo de contenção, porque elas não podem ser representativas do corpo da água de superfície na sua totalidade;
- use formas seguras de deslocamento em rios e lagos profundos, locais em que o acesso é perigoso ou impraticável.

##### b) Águas destinadas à recreação:

- a água a ser utilizada em qualquer recreação deverá seguir o que estabelece a Resolução CONAMA nº 274/2000, que define critérios de balneabilidade em águas brasileiras (doces, salobras e salinas). Conforme descrito no seu Art 5º, a amostragem deverá ser colhida em local que apresentar a isóbata de um metro e houver maior concentração de banhistas.
- é importante lembrar que a amostragem precisa ser efetuada de 15 a 30cm abaixo da superfície da água, conforme demonstrado na Figura 1.

#### **POP nº 4 - Coleta de Amostra para Análises Microbiológicas em água de Poços Profundos com Bomba.**

Ensaio: Bactérias heterotróficas, Coliformes totais, coliformes de origem fecal, *Escherichia coli*.

A coleta de amostras para exame microbiológico, deverá ser realizada sempre antes da coleta de qualquer outro tipo análise. Tal procedimento visa a evitar a contaminação do local da amostragem com frascos não estéreis.

#### Material Necessário

- GPS;
- máquina Fotográfica;
- luvas de procedimento;
- frasco estéril com solução;
- caixa térmica ou de isopor com gelo reciclável;
- termômetro 0º a 50ºC ;
- equipamento ou material para determinação de pH;
- álcool a 70ºGL ou hipoclorito de sódio a 2%;
- caneta própria para escrever em vidro ou plástico, com tinta resistente a água ou etiqueta adesiva; e
- ficha de coleta.

#### Procedimento:

- 1- anotar na ficha de coleta o endereço completo do local e, se possível, tomar as coordenadas (latitude e longitude), por meio de GPS e fotografar o local da coleta;
- 2- calçar as luvas;
- 3- bombear a água durante, aproximadamente, 20 a 30 minutos (para obter-se a água do fluxo laminar);
- 4- considera-se o procedimento de flambagem desnecessário, pois, além de provocar danos às torneiras e válvulas, comprovou-se não ter efeito letal sobre as bactérias. Caso haja indícios de contaminação externa, a desinfecção da torneira deverá ser feita utilizando-se *swab* estéril (haste flexível com algodão na extremidade) ou gaze estéril embebida em álcool 70º GL, ou hipoclorito de sódio 2%, devendo, neste caso, proceder ao escoamento da água da torneira por

período suficiente para eliminar todo resíduo de cloro que possa vir a interferir na análise da amostra;

- 5- a amostra deverá ser coletada, preferencialmente, na válvula de saída do poço, ou, então, na entrada do reservatório;
- 6- remover a tampa do frasco de coleta com todos os cuidados de assepsia, tomando precauções para evitar a contaminação da amostra pelos dedos ou por outro material.
- 7- segurar o frasco verticalmente próximo à base e efetuar o enchimento, deixando um espaço vazio de aproximadamente 2cm da borda, possibilitando a homogeneização correta da amostra antes do início da análise;
- 8- coletar a amostra (100 a 200 ml), deixando um espaço dentro do frasco suficiente para sua homogeneização;
- 9- fechar o frasco imediatamente após a coleta;
- 10- identificar a amostra e preencher a ficha de coleta;
- 11- acomodar as amostras na caixa de coleta ou na de isopor;
- 12- se possível lacrar a caixa;
- 13- as amostras deverão ser conservadas sob refrigeração até a chegada ao laboratório.
- 14- o prazo para análise é de até 24h, de preferência 8h; e
- 15- após a coleta fazer as tome outra amostra para as determinações de campo.

**POP nº 05 - Coleta de Amostra para Análises Microbiológicas em água de Poços Rasos sem Bomba.**

Ensaio: Bactérias heterotróficas, Coliformes totais, coliformes de origem fecal, *Escherichia coli*.

A coleta de amostras para exame microbiológico deve ser realizada sempre antes da coleta de qualquer outro tipo análise. Tal procedimento visa evitar a contaminação do local da amostragem com frascos não estéreis.

Material Necessário:

- GPS;
- máquina Fotográfica;
- luvas de procedimento;
- frasco estéril com solução;
- caixa térmica ou de isopor com gelo reciclável;
- termômetro 0° a 50°C ;
- equipamento ou material para determinação de pH;
- álcool a 70°GL ou hipoclorito de sódio a 2%;
- caneta própria para escrever em vidro ou plástico, com tinta resistente a água ou etiqueta adesiva; e

- ficha de coleta.

#### Procedimento para Poços Rasos com Bomba:

- 1- anotar na ficha de coleta o endereço completo do local e, se possível, tomar as coordenadas (latitude e longitude), pelo GPS e fotografar o local da coleta;
- 2- calçar as luvas;
- 3- bombear a água durante aproximadamente 5 a 10 minutos;
- 4- o procedimento de flambagem é considerado desnecessário, pois, além de provocar danos às torneiras e válvulas, ficou comprovado que não tem efeito letal sobre as bactérias. Caso haja indícios de contaminação externa, a desinfecção da torneira deverá ser feita, utilizando-se swab estéril (haste flexível com algodão na extremidade) ou gaze estéril embebida em álcool 70° GL, ou hipoclorito de sódio 2% ,devendo, neste caso, proceder ao escoamento da água da torneira por período suficiente para eliminar todo resíduo de cloro que possa vir a interferir na análise da amostra;
- 5- deixar correr a água durante cinco minutos ou o tempo suficiente para eliminar as impurezas e água acumulada na rede de distribuição;
- 6- voltar o volante da torneira para que o fluxo de água seja pequeno e não haja respingos;
- 7- remover a tampa do frasco de coleta com todos os cuidados de assepsia, tomando precauções para evitar a contaminação da amostra pelos dedos ou outro material.
- 8- segurar o frasco verticalmente próximo à base e efetuar o enchimento, deixando um espaço vazio de aproximadamente 2cm da borda, possibilitando a homogeneização correta da amostra antes do início da análise;
- 9- coletar a amostra (100 a 200 ml), deixando um espaço dentro do frasco suficiente para sua homogeneização;
- 10- fechar o frasco imediatamente após a coleta;
- 11- identificar a amostra e preencher a ficha de coleta;
- 12- acomodar as amostras na caixa de coleta ou caixa de isopor;
- 13- se possível, lacrar a caixa;
- 14- as amostras deverão ser conservadas sob refrigeração até a chegada ao laboratório;
- 15- o prazo para análise é de até 24h, de preferência 8h; e
- 16- após a coleta, tomar outra amostra para as determinações de campo.

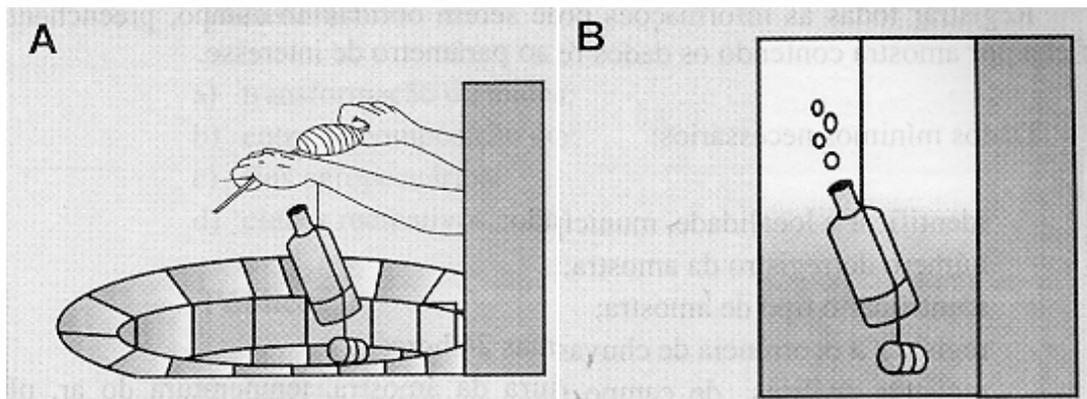
#### Procedimento para Poços Rasos sem Bomba:

- 1- anotar, na ficha de coleta, o endereço completo do local e se possível tomar as coordenadas (latitude e longitude), pelo GPS e fotografar o local da coleta;
- 2- calçar as luvas;
- 3- remover a tampa do frasco de coleta conjuntamente com o papel protetor com todos os cuidados de assepsia, tomando precauções para evitar a contaminação da amostra pelos dedos ou outro material.
- 4- proceder a coleta, conforme demonstrado na Figura 2:
  - a. descer lentamente o frasco, sem que toque nas paredes do poço (Figura 2a).

- b. submergir o frasco, para obter amostra mais profunda, não se deverá retirar amostra da camada superficial da (Figura 2b).
- 5- coletar a amostra (100 a 200 ml), deixando um espaço dentro do frasco, suficiente para sua homogeneização;
  - 6- fechar o frasco imediatamente após a coleta fixando o papel protetor;
  - 7- identifique a amostra e preencha a ficha de coleta;
  - 8- acomode as amostras na caixa de coleta ou caixa de isopor;
  - 9- se possível, lacrar a caixa;
  - 10- as amostras deverão ser conservadas sob refrigeração até a chegada ao laboratório;
  - 11- o prazo para análise é de até 24h, de preferência 8h; e
  - 12- após a coleta, tomar outra amostra para as determinações de campo.

### **OBSERVAÇÕES:**

1. dever-se-á embalar e esterilizar todo material que será utilizado no procedimento (tampa, frasco e cordão);
2. o material deverá ser mantido na embalagem em que foi esterilizado até o momento da coleta.



Fonte: Manual Ministério da Saúde, 1999.

Figura 2. Técnica de coleta de poços rasos sem bomba; (A) introdução do frasco e (B) frasco submerso.

## **7.2. Análises Físico-Químicas**

### **7.2.1. Grupos de Parâmetros:**

Para facilitar a preparação dos frascos e a sua coleta dividimos em grupos de parâmetros, como segue:

**Grupo 1:** Acidez, Alcalinidade, Cálcio, Cloreto, Condutividade, Cor, Cromo hexavalente, Fluoreto, Odor, pH, Sabor, Silício, Sólidos, Sólidos sedimentáveis, Sulfato, Sulfito, Turbidez.

**Grupo 2:** Boro, Brometo, Demanda Bioquímica de Oxigênio (DBO), Nitrito, Silício, Surfactantes Aniônicos.

**Grupo 3:** Cloro livre, Dióxido de Carbono, Sulfeto.

**Grupo 4:** Alumínio, Antimônio, Arsênico, Bário, Berílio, Cádmio, Chumbo, Cobalto, Cobre, Cromo, Dureza, Estanho, Ferro, Lítio, Magnésio, Manganês, Molibdênio, Níquel, Potássio, Prata, Selênio, Sódio, Titânio, Zinco.

**Grupo 5:** Demanda Química de Oxigênio (DQO), Fósforo Total, Nitrato, Nitrogênio Amoniacal, Nitrogênio Total, Fósforo Total.

**Grupo 6:** Biocidas Clorados e Organofosforados, Pentaclorofenol, BCP, Fenoxiácidos, Herbicidas.

**Grupo 7:** Óleos e Graxas.

**Grupo 8:** Compostos Fenólicos

**Grupo 9:** Mercúrio

**Grupo 10:** Cianeto total

**Grupo 11:** Oxigênio Dissolvido

**POP nº 6** - Lavagem do Material para Coleta dos Grupos 1, 4, 9 e 10.

Materiais Necessários:

- frascos de vidro e/ou plástico de boca larga (4cm), com volume variável, conforme os parâmetros a serem coletados
- detergente neutro;
- escova;
- água destilada ou deionizada;
- solução de ácido nítrico a 2,5% ou a 1:1; e
- solução de ácido clorídrico 1:1;

Procedimentos:

- 1- Limpeza Comum:
  - a. esvaziar o frasco;

- b. lavar e escovar o frasco e a tampa com detergente neutro e escovar a frasco internamente. Se o material estiver muito sujo, deixar de molho pelo menos 24h;
- c. enxaguar o frasco e a tampa três vezes com água de torneira;
- d. enxaguar o frasco e a tampa, três vezes, com água destilada e/ou deionizada; e
- e. deixar os frascos e as tampas invertidas para escoar a água.

2- Limpeza Especifica:

- a. Opção I: Encher o frasco com solução de ácido nítrico a 2,5%, deixar de molho 24h; enxaguar com água deionizada, pelo menos, cinco vezes;
- b. Opção II: Colocar solução de ácido nítrico 1:1 até metade do frasco, agitar, esvaziar e enxaguar, pelo menos, cinco vezes com água deionizada; repetir com solução de ácido clorídrico 1:1, enxaguando por, pelo menos, mais cinco vezes, com água deionizada.

**POP nº 07 - Lavagem do Material para Coleta dos Grupos 2 e 5**

Materiais Necessários:

- frascos de vidro ou plástico de boca larga (4cm), com volume variável, conforme os parâmetros a serem coletados
- detergente neutro;
- escova; e
- água destilada ou deionizada.

Procedimentos:

- 1- esvaziar o frasco;
- 2- lavar e escovar o frasco e a tampa com detergente neutro e escovar a frasco internamente. Se o material estiver muito sujo, deixar de molho por, pelo menos 24h;
- 3- enxaguar o frasco e a tampa, três vezes, com água de torneira;
- 4- enxaguar o frasco e a tampa, três vezes, com água deionizada; e
- 5- deixar os frascos e as tampas invertidas para escoar a água.

**POP nº 8 - Lavagem do Material para Coleta do Grupo 3 e 11**

#### Materiais Necessários:

- frascos de Oxigênio dissolvido
- detergente neutro;
- escova; e
- água destilada ou deionizada;

#### Procedimentos

- 1- esvaziar o frasco;
- 2- lavar e escovar o frasco e a tampa com detergente neutro e escovar a frasco internamente. Se o material estiver muito sujo, deixar de molho por, pelo menos 24h.
- 3- enxaguar o frasco e a tampa três vezes com água de torneira;
- 4- enxaguar o frasco e a tampa três vezes com água deionizada; e
- 5- deixar os frascos e as tampas invertidas para escoar a água.

#### **POP nº 9 - Lavagem do Material para Coleta dos Grupos 6 e 8**

#### Materiais Necessários:

- frascos de vidro de boca larga (4cm) com volume variável conforme os parâmetros a serem coletados;
- escova;
- água destilada isenta de compostos orgânicos;
- acetona P.A.;
- acetona grau pesticida;
- n-Hexano grau pesticida; e
- estufa de secagem.

#### Procedimentos:

- 1- esvaziar o frasco;
- 2- lavar e escovar o frasco somente com água de torneira;
- 3- enxaguar o frasco e a tampa, três vezes, com água de torneira;
- 4- enxaguar o frasco e a tampa, três vezes, com água destilada isenta de compostos orgânicos;
- 5- enxaguar os frascos, duas vezes, com Acetona P.A.;
- 6- enxaguar os frascos, uma vez, com Acetona grau pesticida; e
- 7- enxaguar os frascos, duas vezes, com n-Hexano grau pesticida;

## **POP nº 10 - Lavagem do Material para Coleta dos Grupos 6 e 7**

### Materiais Necessários:

- frascos de vidro plástico de boca larga (4cm) com volume variável conforme os parâmetros a serem coletados;
- escova;
- água destilada ou deionizada;
- acetona P.A.; e
- n-Hexano P.A.

### Procedimentos:

- 1- esvaziar o frasco;
- 2- lavar e escovar o frasco somente com água de torneira;
- 3- enxaguar o frasco e a tampa, três vezes, com água de torneira;
- 4- enxaguar o frasco e a tampa, três vezes, com água destilada e/ou deionizada;
- 5- enxaguar os frascos, duas vezes, com n-Hexano P.A.;
- 6- enxaguar os frascos, duas vezes, com Acetona P.A.; e
- 7- enxaguar, duas vezes, com água deionizada.

## **POP nº 11 – Coleta de Amostras para o Grupo 1**

### Ensaio

Acidez, Alcalinidade, Cálcio, Cloreto, Condutividade, Cor, Cromo hexavalente, Fluoreto, Odor, pH, Sabor, Sólidos, Sólidos sedimentáveis, Sulfato, Sulfito, Turbidez

### Material Necessário:

- GPS;
- máquina Fotográfica;
- frascos para coleta de vidro ou plástico com volume apropriado;
- luvas de borracha descartáveis;
- caixa térmica ou de isopor com gelo reciclável ou;
- termômetro 0° a 50°C;
- pH Metro portátil (se possível) ou papel de pH de boa qualidade.
- condutivímetro portátil (se possível);
- medidor de oxigênio dissolvido (mais indicado);
- prancheta;
- caneta própria para escrever em vidro ou plástico, com tinta resistente a água ou etiqueta adesiva;
- caneta comum; e
- ficha de coleta.

### Procedimento:

- 1- anotar na ficha de coleta o endereço completo do local e se possível tomar as coordenadas (latitude e longitude), pelo GPS e fotografar o local da coleta;
- 2- calçar as luvas;
- 3- durante a coleta evitar o contato da amostra com as luvas ou outros materiais;
- 4- remover a tampa do frasco;
- 5- colocar um pouco de amostra no frasco de coleta e enxaguá-lo por 3 vezes;

- 6- com uma das mãos segurar o frasco pela base, mergulhando-o rapidamente com a boca para baixo, a cerca 30cm abaixo da superfície da água;
- 7- direcionar o frasco de modo que a boca fique em sentido contrário ao da corrente. Se o corpo for estático, criar uma corrente artificial, por meio da movimentação do frasco lentamente na direção horizontal (sempre para frente);
- 8- inclinar o frasco lentamente para cima para permitir a saída do ar e conseqüente enchimento do mesmo;
- 9- identificar as amostras e preencher a ficha de coleta;
- 10- acomodar as amostras na caixa de coleta ou de isopor;
- 11- se possível, lacrar a caixa;
- 12- as amostras devem ser conservadas sob refrigeração até a chegada ao laboratório;
- 13- o prazo máximo para a entrega da amostra no laboratório:
  - para análises que incluem o parâmetro pH, 4 horas;
  - para serviços que não incluem o ensaio de pH, 12 horas.
- 14- após a coleta, tomar outra amostra e realizar os ensaios de campo; e
- 15- juntamente com as amostras deverão ser entregues as fichas de coleta preenchidas.

#### **OBSERVAÇÃO:**

1. os volumes a serem coletados serão determinados pelo laboratório que irá executar as análises, pois os volumes serão dependentes das metodologias adotadas;
2. o uso de preservativos deverá ser evitado sempre que possível;
3. as análises deverão ser analisadas imediatamente após a entrada no laboratório, sempre que elas forem utilizadas para fins legais.

#### **POP nº 12 – Coleta de Amostras para o Grupo 2**

##### Ensaio

Boro, Brometo, Demanda Bioquímica de Oxigênio (DBO), Nitrito, Silício, Surfactantes Aniônicos

##### Material Necessário:

- GPS;
- máquina fotográfica;
- frascos para coleta de vidro âmbar esterilizado ou plástico; (DBO – Vidro esterilizado);
- luvas de borracha descartáveis;
- caixa térmica ou de isopor com gelo reciclável ou;
- termômetro 0° a 50C°;
- pH Metro portátil (se possível) ou papel de pH de boa qualidade.
- prancheta;
- caneta própria para escrever em vidro ou plástico, com tinta resistente a água ou etiqueta adesiva;

- caneta comum; e
- ficha de coleta.

Procedimento:

- 1- anotar na ficha de coleta o endereço completo do local e se possível tomar as coordenadas (latitude e longitude), através de GPS e fotografar o local da coleta;
- 2- calçar as luvas;
- 3- durante a coleta evitar o contato da amostra com as luvas ou outros materiais;
- 4- remover a tampa do frasco;
- 5- colocar um pouco de amostra no frasco de coleta e enxaguá-lo por 3 vezes;
- 6- com uma das mãos segurar o frasco pela base, mergulhando-o rapidamente com a boca para baixo, a cerca 30cm abaixo da superfície da água;
- 7- direcionar o frasco de modo que a boca fique em sentido contrário ao da corrente. Se o corpo for estático criar uma corrente artificial, pela movimentação do frasco lentamente na direção horizontal (sempre para frente);
- 8- inclinar o frasco lentamente para cima para permitir a saída do ar e conseqüente enchimento do mesmo;
- 9- evitar a aeração da amostra;
- 10- identifique as amostras e preencha a ficha de coleta;
- 11- acomode as amostras na caixa de coleta ou caixa de isopor;
- 12- se possível lacrar a caixa;
- 13- as amostras deverão ser conservadas sob refrigeração até a chegada ao laboratório;
- 14- o prazo máximo para a entrega da amostra ao laboratório: 12h;
- 15- após a coleta tomar outra amostra e realizar os ensaios de campo; e
- 16- juntamente com as amostras deverão ser entregues as fichas de coleta preenchidas.

**OBSERVAÇÃO:**

1. os volumes a serem coletados serão determinados pelo laboratório que irá executar as análises, pois os volumes dependerão das metodologias adotadas;
2. o uso de preservativos deve ser evitado sempre que possível; e
3. as análises deverão ser analisadas imediatamente após a entrada no laboratório, sempre que forem utilizadas para fins legais.

**POP nº 13 – Coleta de Amostras para o Grupo 3**

Ensaio

Cloro livre, Dióxido de Carbono, Sulfeto.

Material Necessário:

- GPS;
- máquina fotográfica;
- frascos para coleta de vidro âmbar;

- luvas de borracha descartáveis;
- caixa térmica ou de isopor com gelo reciclável;
- termômetro 0° a 50°C;
- pH Metro portátil (se possível) ou papel de pH de boa qualidade;
- caneta própria para escrever em vidro ou plástico, com tinta resistente a água ou etiqueta adesiva;
- prancheta;
- caneta comum; e
- ficha de coleta.

### Procedimento:

- 1- anotar na ficha de coleta o endereço completo do local e se possível tomar as coordenadas (latitude e longitude), pelo GPS e fotografar o local da coleta;
- 2- calçar as luvas;
- 3- durante a coleta evitar o contato da amostra com as luvas ou outros materiais;
- 4- remover a tampa do frasco;
- 5- colocar um pouco de amostra no frasco de coleta e enxaguá-lo por 3 vezes;
- 6- com uma das mãos segurar o frasco pela base, mergulhando-o rapidamente com a boca para baixo, a cerca 30cm abaixo da superfície da água;
- 7- direcionar o frasco de modo que a boca fique em sentido contrário ao da corrente. Se o corpo for estático, criar uma corrente artificial, através da movimentação do frasco lentamente na direção horizontal (sempre para frente);
- 8- inclinar o frasco lentamente para cima para permitir a saída do ar e, enchendo até a boca, com a menor turbulência possível, tampando imediatamente, a fim de evitar que a amostra entre em contato prolongado com o ar;
- 9- identificar as amostras e preencha a ficha de coleta;
- 10- acomodar as amostras na caixa de coleta ou caixa de isopor;
- 11- se possível, lacrar a caixa;
- 12- as amostras devem ser conservadas sob refrigeração até a chegada ao laboratório;
- 13- o prazo máximo para a entrega da amostra ao laboratório: 12h;
- 16- após a coleta ,tomar outra amostra e realizar os ensaios de campo;
- 14- juntamente com as amostras deverão ser entregues as fichas de coleta preenchidas.

### **OBSERVAÇÃO:**

1. os volumes a serem coletados serão determinados pelo laboratório que irá executar as análises, pois os volumes dependerão das metodologias adotadas;
2. o uso de preservativos deve ser evitado sempre que possível;
3. as análises deverão ser analisadas imediatamente após a entrada no laboratório, sempre que forem utilizadas para fins legais.

**POP nº 14 – Coleta de Amostras para o Grupo 4**

## Ensaio

Alumínio, Antimônio, Arsênico, Bário, Berílio, Cádmiio, Chumbo, Cobalto, Cobre, Cromo, Dureza, Estanho, Ferro, Lítio, Magnésio, Manganês, Molibdênio, Níquel, Potássio, Prata, Selênio, Sódio, Titânio, Zinco.

## Material Necessário:

- GPS;
- máquina fotográfica;
- frascos para coleta de vidro âmbar ou plástico;
- óculos de proteção;
- luvas de borracha descartáveis;
- caixa térmica ou de isopor com gelo reciclável;
- termômetro 0° a 50°;
- pH Metro portátil (se possível) ou papel de pH de boa qualidade;
- ácido nítrico concentrado;
- pipeta graduada de 5 ml;
- pêra de sucção;
- prancheta;
- caneta própria para escrever em vidro ou plástico, com tinta resistente a água ou etiqueta adesiva;
- caneta comum; e
- ficha de coleta.

## Procedimento:

- 1- anotar na ficha de coleta o endereço completo do local e se possível tomar as coordenadas (latitude e longitude), pelo GPS e fotografar o local da coleta;
- 2- calçar as luvas;
- 3- faça a medida da temperatura e pH;
- 4- durante a coleta evitar o contato da amostra com as luvas ou outros materiais;
- 5- remover a tampa do frasco;
- 6- com uma das mãos, segurar o frasco pela base, mergulhando-o, rapidamente com a boca para baixo, a cerca 30cm abaixo da superfície da água;
- 7- direcionar o frasco de modo que a boca fique em sentido contrário ao da corrente. Se o corpo for estático criar uma corrente artificial, pela movimentação do frasco lentamente na direção horizontal (sempre para frente);
- 8- inclinar o frasco lentamente para cima para permitir a saída do ar e consequentemente enchimento daquele;
- 9- se o pH estiver abaixo de 2, fechar o frasco;
- 10- se o pH for maior que 2, esse deverá ser elevado a pH menor que 2. Para tanto, deve-se encaixar a pipeta na pêra de sucção, coletar 5 ml de ácido nítrico – **cuidado o ácido nítrico é corrosivo e perigoso** – clocar 2 gotas no frasco com amostra, agitá-la e medir de novo o pH. Se o pH continuar maior que 2, deve-se repetir o gotejamento (sempre com duas gotas de cada vez) até que o pH seja menor que 2;
- 11- identificar as amostras e preencher a ficha de coleta;
- 12- acomode as amostras na caixa de coleta ou isopor;
- 13- se possível, lacrar a caixa;

- 14- as amostras deverão ser conservadas sob refrigeração até a chegada ao laboratório;
- 15- o prazo máximo para a entrega da amostra ao laboratório: 12h;
- 17- após a coleta, tomar outra amostra e realizar os ensaios de campo; e
- 16- juntamente com as amostras, deverão ser entregues as fichas de coleta preenchidas.

#### **OBSERVAÇÃO:**

1. os volumes a serem coletados serão determinados pelo laboratório que irá executar as análises, pois os volumes serão dependentes das metodologias adotadas;
2. o uso de preservativos deve ser evitado sempre que possível;
3. as análises devem ser analisadas imediatamente após a entrada no laboratório, sempre que forem utilizadas para fins legais.

#### **POP nº 15 – Coleta de Amostras para o Grupo 5**

##### Ensaio

Demanda Química de Oxigênio (DQO), Fósforo Total, Nitrato, Nitrogênio Amoniacal, Nitrogênio Total, Fósforo Total.

##### Material Necessário

- GPS;
- máquina fotográfica;
- frascos para coleta de vidro âmbar ou plástico; (DQO – vidro)
- óculos de proteção;
- luvas de borracha descartáveis;
- caixa térmica ou de isopor com gelo reciclável;
- termômetro 0° a 50°;
- pH Metro portátil (se possível) ou papel de pH de boa qualidade;
- solução de Ácido Sulfúrico a 50%;
- pipeta graduada de 5 ml;
- pêra de sucção;
- prancheta;
- caneta própria para escrever em vidro ou plástico, com tinta resistente a água ou etiqueta adesiva;
- caneta comum; e
- ficha de coleta.

##### Procedimento

- 1– anotar na ficha de coleta o endereço completo do local e se possível tomar as coordenadas (latitude e longitude), pelo GPS e fotografar o local da coleta;
- 2– calçar as luvas;
- 3– faça a medida da temperatura e pH;
- 4– durante a coleta evitar o contato da amostra com as luvas ou outros materiais;

- 5- remover a tampa do frasco;
- 6- com uma das mãos segurar o frasco pela base, mergulhando-o rapidamente com a boca para baixo, a cerca 30cm abaixo da superfície da água;
- 7- direcionar o frasco de modo que a boca fique em sentido contrário ao da corrente. Se o corpo for estático, criar uma corrente artificial, através da movimentação do frasco lentamente na direção horizontal (sempre para frente);
- 8- inclinar o frasco lentamente para cima para permitir a saída do ar e conseqüente enchimento do mesmo;
- 9- se o pH estiver abaixo de 2, fechar o frasco;
- 10- se o pH for maior que 2, este deverá ser elevado a pH menor que 2. Para tanto, dever-se-á encaixar a pipeta na pêra de sucção, coletar 5 ml da solução de ácido sulfúrico a 50%– **cuidado o ácido sulfúrico é corrosivo e perigoso** –colocar 2 gotas no frasco com amostra, agitá-la e medir de novo o pH. Se o pH continuar maior que 2, dever-se-á repetir o gotejamento (sempre com duas gotas de cada vez) até que o pH seja menor que 2.
- 11- identificar as amostras e preencher a ficha de coleta;
- 12- acomodar as amostras na caixa de coleta ou de isopor;
- 13- se possível, lacrar a caixa;
- 14- as amostras deverão ser conservadas sob refrigeração até a chegada ao laboratório;
- 15- o prazo máximo para a entrega da amostra ao laboratório: 12h;
- 16- após a coleta, tomar outra amostra e realizar os ensaios de campo; e
- 17- juntamente com as amostras, deverão ser entregues as fichas de coleta preenchidas

#### **OBSERVAÇÃO:**

1. os volumes a serem coletados serão determinados pelo laboratório que irá executar as análises, pois os volumes serão dependentes das metodologias adotadas;
2. o uso de preservativos deve ser evitado sempre que possível;
3. as análises devem ser analisadas imediatamente após a entrada no laboratório, sempre que forem utilizadas para fins legais.

#### **POP nº 16 – Coleta de Amostras para o Grupo 6**

##### Ensaio

Biocidas Clorados e Organofosforados, Pentaclorofenol, BCP, Fenoxiácidos, Herbicidas.

##### Material Necessário

- GPS;
- máquina fotográfica;
- frascos para coleta de vidro âmbar ou plástico; (DQO – vidro)
- óculos de proteção;
- luvas de borracha descartáveis;
- caixa térmica ou de isopor com gelo reciclável;
- termômetro 0° a 50°;
- pH Metro portátil (se possível) ou papel de pH de boa qualidade;

- solução de Ácido Sulfúrico a 50%;
- pipeta graduada de 5 ml;
- pêra de sucção;
- prancheta;
- caneta própria para escrever em vidro ou plástico, com tinta resistente a água ou etiqueta adesiva;
- caneta comum; e
- ficha de coleta.

#### Procedimento:

- 1- anotar na ficha de coleta o endereço completo do local e se possível tomar as coordenadas (latitude e longitude), pelo GPS e fotografar o local da coleta;
- 2- calçar as luvas;
- 3- faça a medida da temperatura e pH;
- 4- durante a coleta evitar o contato da amostra com as luvas ou outros materiais;
- 5- remover a tampa do frasco;
- 6- com uma das mãos segurar o frasco pela base, mergulhando-o rapidamente com a boca para baixo, a cerca 30cm abaixo da superfície da água;
- 7- direcionar o frasco de modo que a boca fique em sentido contrário ao da corrente. Se o corpo for estático, criar uma corrente artificial, através da movimentação do frasco lentamente na direção horizontal (sempre para frente);
- 8- inclinar o frasco lentamente para cima para permitir a saída do ar e conseqüente enchimento do mesmo;
- 9- se o pH estiver abaixo de 2, fechar o frasco;
- 10- se o pH for maior que 2, este deverá ser elevado a pH menor que 2. Para tanto, dever-se-á encaixar a pipeta na pêra de sucção, coletar 5 ml da solução de ácido sulfúrico a 50%— **cuidado o ácido sulfúrico é corrosivo e perigoso** –colocar 2 gotas no frasco com amostra, agitá-la e medir de novo o pH. Se o pH continuar maior que 2, dever-se-á repetir o gotejamento (sempre com duas gotas de cada vez) até que o pH seja menor que 2.
- 11- identificar as amostras e preencher a ficha de coleta;
- 12- acomodar as amostras na caixa de coleta ou de isopor;
- 13- se possível, lacrar a caixa;
- 14- as amostras deverão ser conservadas sob refrigeração até a chegada ao laboratório;
- 15- o prazo máximo para a entrega da amostra ao laboratório: 12h;
- 16- após a coleta, tomar outra amostra e realizar os ensaios de campo; e
- 17- juntamente com as amostras, deverão ser entregues as fichas de coleta preenchidas

#### **OBSERVAÇÃO:**

1. os volumes a serem coletados serão determinados pelo laboratório que irá executar as análises, pois os volumes serão dependentes das metodologias adotadas;
2. o uso de preservativos deve ser evitado sempre que possível;

3. as análises devem ser analisadas imediatamente após a entrada no laboratório, sempre que forem utilizadas para fins legais.

### POP nº 17 – Coleta de Amostras para o Grupo 7

#### Ensaio

Óleos e Graxas.

#### Material Necessário:

- GPS;
- máquina fotográfica;
- frascos para coleta de vidro âmbar ou plástico; (DQO – vidro)
- óculos de proteção;
- luvas de borracha descartáveis;
- caixa térmica ou de isopor com gelo reciclável;
- termômetro 0° a 50°;
- pH Metro portátil (se possível) ou papel de pH de boa qualidade;
- solução de Ácido Sulfúrico a 50%;
- pipeta graduada de 5 ml;
- pêra de sucção;
- prancheta;
- caneta própria para escrever em vidro ou plástico, com tinta resistente a água ou etiqueta adesiva;
- caneta comum; e
- ficha de coleta.

#### Procedimento

- 1- anotar na ficha de coleta o endereço completo do local e se possível tomar as coordenadas (latitude e longitude), pelo GPS e fotografar o local da coleta;
- 2- calçar as luvas;
- 3- faça a medida da temperatura e pH;
- 4- durante a coleta evitar o contato da amostra com as luvas ou outros materiais;
- 5- remover a tampa do frasco;
- 6- com uma das mãos segurar o frasco pela base, mergulhando-o rapidamente com a boca para baixo, a cerca 30cm abaixo da superfície da água;
- 7- direcionar o frasco de modo que a boca fique em sentido contrário ao da corrente. Se o corpo for estático, criar uma corrente artificial, através da movimentação do frasco lentamente na direção horizontal (sempre para frente);
- 8- inclinar o frasco lentamente para cima para permitir a saída do ar e conseqüente enchimento do mesmo;
- 9- se o pH estiver abaixo de 2, fechar o frasco;
- 10- se o pH for maior que 2, este deverá ser elevado a pH menor que 2. Para tanto, dever-se-á encaixar a pipeta na pêra de sucção, coletar 5 ml da solução de ácido sulfúrico a 50%– **cuidado o ácido sulfúrico é corrosivo e perigoso** –colocar 2 gotas

no frasco com amostra, agitá-la e medir de novo o pH. Se o pH continuar maior que 2, dever-se-á repetir o gotejamento (sempre com duas gotas de cada vez) até que o pH seja menor que 2.

11- identificar as amostras e preencher a ficha de coleta;

12- acomodar as amostras na caixa de coleta ou de isopor;

13- se possível, lacrar a caixa;

14- as amostras deverão ser conservadas sob refrigeração até a chegada ao laboratório;

15- o prazo máximo para a entrega da amostra ao laboratório: 12h;

16- após a coleta, tomar outra amostra e realizar os ensaios de campo; e

17- juntamente com as amostras, deverão ser entregues as fichas de coleta preenchidas

### **OBSERVAÇÃO:**

1. os volumes a serem coletados serão determinados pelo laboratório que irá executar as análises, pois os volumes serão dependentes das metodologias adotadas;

2. o uso de preservativos deve ser evitado sempre que possível;

3. as análises devem ser analisadas imediatamente após a entrada no laboratório, sempre que forem utilizadas para fins legais.

### **POP nº 18 – Coleta de Amostras para o Grupo8**

#### Ensaio

Compostos Fenólicos

#### Material Necessário:

- GPS;
- máquina fotográfica;
- frascos para coleta de vidro âmbar;
- óculos de proteção;
- luvas de borracha descartáveis;
- caixa térmica ou de isopor com gelo reciclável;
- termômetro 0° a 50°;
- pH Metro portátil (se possível) ou papel de pH de boa qualidade;
- solução de Ácido fosfórico diluído a 50%;
- pipeta graduada de 5 ml;
- pêra de sucção;
- prancheta;
- caneta própria para escrever em vidro ou plástico, com tinta resistente a água ou etiqueta adesiva;
- caneta comum; e
- ficha de coleta.

## Procedimento

- 1- anotar na ficha de coleta o endereço completo do local e se possível tomar as coordenadas (latitude e longitude), pelo GPS e fotografar o local da coleta;
- 2- calçar as luvas;
- 3- faça a medida da temperatura e pH;
- 4- durante a coleta evitar o contato da amostra com as luvas ou outros materiais;
- 5- remover a tampa do frasco;
- 6- com uma das mãos segurar o frasco pela base, mergulhando-o rapidamente com a boca para baixo, a cerca 30cm abaixo da superfície da água;
- 7- direcionar o frasco de modo que a boca fique em sentido contrário ao da corrente. Se o corpo for estático, criar uma corrente artificial, através da movimentação do frasco lentamente na direção horizontal (sempre para frente);
- 8- inclinar o frasco lentamente para cima para permitir a saída do ar e conseqüente enchimento do mesmo;
- 9- se o pH estiver abaixo de 2, fechar o frasco;
- 10- se o pH for maior que 2, este deverá ser elevado a pH menor que 2. Para tanto, dever-se-á encaixar a pipeta na pêra de sucção, coletar 5 ml da solução de ácido fosfórico a 50%— **cuidado o ácido fosfórico é corrosivo e perigoso** –colocar 2 gotas no frasco com amostra, agitá-la e medir de novo o pH. Se o pH continuar maior que 2, dever-se-á repetir o gotejamento (sempre com duas gotas de cada vez) até que o pH seja menor que 2.
- 11- identificar as amostras e preencher a ficha de coleta;
- 12- acomodar as amostras na caixa de coleta ou de isopor;
- 13- se possível, lacrar a caixa;
- 14- as amostras deverão ser conservadas sob refrigeração até a chegada ao laboratório;
- 15- o prazo máximo para a entrega da amostra ao laboratório: 12h;
- 16- após a coleta, tomar outra amostra e realizar os ensaios de campo; e
- 17- juntamente com as amostras, deverão ser entregues as fichas de coleta preenchidas

### **.OBSERVAÇÃO:**

1. os volumes a serem coletados serão determinados pelo laboratório que irá executar as análises, pois os volumes serão dependentes das metodologias adotadas;
2. o uso de preservativos deve ser evitado sempre que possível;
3. as análises devem ser analisadas imediatamente após a entrada no laboratório, sempre que forem utilizadas para fins legais.

## **POP nº 19 – Coleta de Amostras para o Grupo 9**

### Ensaio

Mercúrio

### Material Necessário

- GPS;
- máquina fotográfica;
- frascos para coleta de vidro ou plástico;
- óculos de proteção;
- luvas de borracha descartáveis;
- caixa térmica ou de isopor com ou gelo reciclável;
- termômetro 0° a 50C°;
- pH Metro portátil (se possível) ou papel de pH de boa qualidade;
- solução de dicromato de potássio a 20% dissolvido em ácido nítrico diluído a 50%;
- pipeta graduada de 5 ml;
- pêra de sucção;
- prancheta;
- caneta própria para escrever em vidro ou plástico, com tinta resistente a água ou etiqueta adesiva;
- caneta comum
- ficha de coleta.

### Procedimento

- 1- anotar na ficha de coleta o endereço completo do local e se possível tomar as coordenadas (latitude e longitude), pelo GPS e fotografar o local da coleta;
- 2- calçar as luvas;
- 3- durante a coleta evitar o contato da amostra com as luvas ou outros materiais;
- 4- remover a tampa do frasco;
- 5- com uma das mãos segurar o frasco pela base, mergulhando-o rapidamente com a boca para baixo, a cerca 30cm abaixo da superfície da água;
- 6- direcionar o frasco de modo que a boca fique em sentido contrário ao da corrente. Se o corpo for estático, criar uma corrente artificial, através da movimentação do frasco lentamente na direção horizontal (sempre para frente);
- 7- inclinar o frasco lentamente para cima para permitir a saída do ar e conseqüente enchimento do mesmo;
- 8- encaixar a pipeta na pêra de sucção, coletar 2 ml da solução de dicromato de potássio a 20% dissolvido em ácido nítrico diluído– **cuidado a solução é corrosiva e perigosa** – e adicionar na amostra e agitar.
- 9- identificar as amostras e preencher a ficha de coleta;
- 10- acomodar as amostras na caixa de coleta ou de isopor;
- 11- se possível, lacrar a caixa;
- 12- as amostras deverão ser conservadas sob refrigeração até a chegada ao laboratório;
- 13- o prazo máximo para a entrega da amostra ao laboratório: 12h; e
- 14- juntamente com as amostras, deverão ser entregues as fichas de coleta preenchidas.

### **OBSERVAÇÃO:**

1. os volumes a serem coletados serão determinados pelo laboratório que irá executar as análises, pois os volumes serão dependentes das metodologias adotadas;

2. o uso de preservativos deve ser evitado sempre que possível; e
3. as análises devem ser analisadas imediatamente após a entrada no laboratório, sempre que forem utilizadas para fins legais.

## POP nº 20 – Coleta de Amostras para o Grupo 10

### Ensaio

#### Cianeto Total

#### Material Necessário:

- GPS;
- máquina fotográfica;
- frascos para coleta de vidro âmbar;
- óculos de proteção;
- luvas de borracha descartáveis;
- caixa térmica ou de isopor com gelo reciclável;
- termômetro 0° a 50°C;
- pH Metro portátil (se possível) ou papel de pH de boa qualidade;
- solução de hidróxido de Sódio 10N;
- pipeta graduada de 5 ml;
- pêra de sucção;
- prancheta;
- caneta própria para escrever em vidro ou plástico, com tinta resistente a água ou etiqueta adesiva;
- caneta comum; e
- ficha de coleta.

#### Procedimento:

- 1- anotar na ficha de coleta o endereço completo do local e se possível tomar as coordenadas (latitude e longitude), pelo GPS e fotografar o local da coleta;
- 2- calçar as luvas;
- 3- durante a coleta evitar o contato da amostra com as luvas ou outros materiais;
- 4- remover a tampa do frasco;
- 5- com uma das mãos segurar o frasco pela base, mergulhando-o rapidamente com a boca para baixo, a cerca 30cm abaixo da superfície da água;
- 6- direcionar o frasco de modo que a boca fique em sentido contrário ao da corrente. Se o corpo for estático, criar uma corrente artificial, através da movimentação do frasco lentamente na direção horizontal (sempre para frente);
- 7- inclinar o frasco lentamente para cima para permitir a saída do ar e conseqüente enchimento do mesmo;
- 8- se o pH estiver maior que 12, fechar o frasco;
- 9- se o pH for menor que 12, esse deverá ser elevado a pH 12. Para tanto, deve-se encaixar a pipeta na pêra de sucção, coletar 5 ml da solução de hidróxido de Sódio 10N– **cuidado a solução é corrosiva e perigosa** – colocar 2 gotas no frasco com amostra agitá-la e medir de novo o pH. Se o pH continuar menor que

12, deve-se repetir o gotejamento (sempre com duas gotas de cada vez) até que o pH seja 12.

- 10- identificar as amostras e preencher a ficha de coleta;
- 11- acomodar as amostras na caixa de coleta ou de isopor;
- 12- se possível, lacrar a caixa;
- 13- as amostras deverão ser conservadas sob refrigeração até a chegada ao laboratório;
- 14- o prazo máximo para a entrega da amostra ao laboratório: 12h;
- 15- após a coleta, tomar outra amostra e realizar os ensaios de campo; e
- 16- juntamente com as amostras, deverão ser entregues as fichas de coleta preenchidas.

#### **OBSERVAÇÃO:**

1. os volumes a serem coletados serão determinados pelo laboratório que irá executar as análises, pois os volumes serão dependentes das metodologias adotadas;
2. o uso de preservativos deve ser evitado sempre que possível;
3. as análises devem ser analisadas imediatamente após a entrada no laboratório, sempre que forem utilizadas para fins legais.

#### **POP nº 21 – Coleta de Amostras para o Grupo 11**

##### Ensaio

Cloro livre, Dióxido de Carbono, Sulfeto.

##### Material Necessário:

- GPS;
- máquina fotográfica;
- frascos para coleta de vidro tipo OD;
- luvas de borracha descartáveis;
- caixa térmica ou de isopor com gelo reciclável;
- termômetro 0° a 50C°;
- pipetas graduadas de 5 ml;
- pêra de sucção;
- pH Metro portátil (se possível) ou papel de pH de boa qualidade.
- solução de sulfato manganoso;
- solução ácida de Iodeto-azida;
- caneta própria para escrever em vidro ou plástico, com tinta resistente a água ou etiqueta adesiva;
- caneta comum; e
- ficha de coleta.

##### Procedimento:

- 1- anotar na ficha de coleta o endereço completo do local e se possível tomar as coordenadas (latitude e longitude), pelo GPS e fotografar o local da coleta;
- 2- calçar as luvas;

- 3- faça a medida da temperatura e pH;
- 4- durante a coleta evitar o contato da amostra com as luvas ou outros materiais;
- 5- remover a tampa do frasco;
- 6- colocar um pouco de amostra no frasco de coleta e enxaguá-lo por 3 vezes;
- 7- com uma das mãos segurar o frasco pela base, mergulhando-o rapidamente com a boca para baixo, a cerca 30 cm abaixo da superfície da água;
- 8- coletar a amostra sem provocar a formação de bolhas de ar (borbulhamento);
- 9- direcionar o frasco de modo que a boca fique em sentido contrário ao da corrente. Se o corpo for estático, criar uma corrente artificial, através da movimentação do frasco lentamente na direção horizontal (sempre para frente);
- 10- coletar até o volume total do frasco de coleta;
- 11- adicionar 2 ml de solução de sulfato manganoso e 2 ml de solução de iodeto azida;
- 12- após a adição dos reagentes, o frasco deverá estar quase transbordando;
- 13- inclinar o frasco lentamente para cima para permitir a saída do ar e, enchendo até a boca, com a menor turbulência possível, tampando imediatamente, a fim de evitar que a amostra entre em contato prolongado com o ar;
- 14- agitar a amostra;
- 15- identificar as amostras e preencher a ficha de coleta;
- 16- acomodar as amostras na caixa de coleta ou de isopor;
- 17- se possível, lacrar a caixa;
- 18- as amostras deverão ser conservadas sob refrigeração até a chegada ao laboratório;
- 19- o prazo máximo para a entrega da amostra ao laboratório: 12h;
- 18- após a coleta tomar outra amostra e realizar os ensaios de campo; e
- 20- juntamente com as amostras, deverão ser entregues as fichas de coleta preenchidas.

#### **OBSERVAÇÃO:**

1. os volumes a serem coletados serão determinados pelo laboratório que irá executar as análises, pois, os volumes serão dependentes das metodologias adotadas;
2. o uso de preservativos deverá ser evitado sempre que possível;
3. as análises deverão ser analisadas imediatamente após a entrada no laboratório, sempre que forem utilizadas para fins legais.

#### **8. REFERÊNCIAS**

ABNT (2001). Associação Brasileira de Normas Técnicas – **NBR ISO/IEC 17025** – Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração, 20p.

BRASIL (1999).

BRASIL (2000). **Resolução CONAMA nº 274, de 29 de novembro de 2000** - Define os critérios de balneabilidade em águas brasileiras.

[EDEN S. & HEATH, D.](#) (1995). **Field Manual for Water Quality Sampling**. Arizona Water Resources Research Center, Arizona Department Of Environmental Quality, 106p.

APHA (2005). American Public Health Association. **Standard methods for the examination of water and wastewater, 21st ed.** Washington.

EPA (2007). Environment Protection Authority. **EPA Guidelines: Regulatory monitoring and testing *Water and wastewater sampling***, 35 p.