



**ASSOCIAÇÃO
BRASILEIRA
DE NORMAS
TÉCNICAS**

ABNT
Av. Treze de Maio, 13 - 28º andar
20031-901 - Rio de Janeiro - RJ
Tel.: + 55 21 3974-2300
Fax: + 55 21 3974-2346
abnt@abnt.org.br
www.abnt.org.br

© ABNT 1987
Todos os direitos reservados

JUN 1987

NBR 9898

Preservação e técnicas de amostragem de efluentes líquidos e corpos receptores

Procedimento

Origem: Projeto 01:602.02-002/1986
CEET - Comissão de Estudo Especial Temporária de Meio Ambiente
CE-01:602.02 - Comissão de Estudo de Controle de Poluição de Águas

Palavras-chave: Amostragem. Efluentes. Corpo receptor.
Preservação. Coleta

22 páginas

1 Objetivo

Esta Norma fixa as condições exigíveis para a coleta e a preservação de amostras e de efluentes líquidos domésticos e industriais e de amostras de água, sedimentos e organismos aquáticos dos corpos receptores interiores superficiais.

2 Documentos complementares

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

NBR 9896 - Poluição das águas - Terminologia

NBR 9897 - Planejamento de amostragem de efluentes líquidos e corpos receptores - Procedimento

3 Definições

Os termos técnicos utilizados nesta Norma estão definidos na NBR 9896.

4 Condições gerais

4.1 Aspectos fundamentais

Qualquer que seja o parâmetro a ser determinado, devem ser observadas as condições a seguir.

4.1.1 Representatividade da amostra

O programa de amostragem deve ser planejado em função dos objetivos do estudo proposto, com a escolha dos pontos e do número mínimo de amostras que representem o efluente ou corpo de água em observação.

4.1.2 Emprego de técnicas adequadas

A coleta e a preservação das amostras devem ser feitas com uso de técnicas adequadas, sem o que os resultados podem não refletir as condições do momento em que a coleta foi realizada.

4.1.3 Uso de pessoal habilitado

Sendo a coleta parte integrante do processo analítico e sua execução contribuindo decisivamente para os resultados, o elemento designado para efetuar-la deve estar devidamente treinado sobre as técnicas de amostragem e preservação, medidas de segurança, manuseio dos equipamentos usados em campo, conhecimento da localização exata dos pontos de amostragem e registro de condições atípicas nos referidos locais.

4.2 Cuidados com o material de coleta

Devem ser tomados cuidados com a estocagem, manutenção e transporte do material de coleta.

4.2.1 Estocagem do material

Recomenda-se guardar todo o material necessário à coleta de amostras em lugar seguro e de fácil acesso, que possua uma série de elementos próprios a um almoxarifado e que seja capaz de acomodar todos os tipos de equipamentos, desde os mais simples até os que necessitam de cuidados especiais. Sendo o material de coleta bastante diversificado, torna-se conveniente separá-lo de acordo com as suas características. Entretanto, é recomendável manter alguns dos equipamentos comuns a todo tipo de amostragem, reunidos em um compartimento específico, para uso em caso de emergência.

4.2.2 Manutenção do material

O material de coleta deve receber manutenção periódica programada, para estar sempre apto ao uso. Considera-se manutenção desde a simples lavagem de um frasco até a revisão de um aparelho eletrônico. Exemplificando:

- a) limpeza, por dentro e por fora, dos amostradores de profundidade e de todos os equipamentos que têm contato direto com a amostra;
- b) exame das cordas usadas em amostradores de profundidade, disco de Secchi e lasttos, para verificar se as marcas que indicam a profundidade ainda estão corretas e visíveis;
- c) verificação das partes dos equipamentos suscetíveis à quebra, tais como: nós, parafusos, roscas, conexões, plugues, torneiras dos amostradores de profundidade;
- d) verificação das condições dos reagentes, da limpeza da vidraria e dos frascos de coletas, do nível dos líquidos das pipetas e dos medicamentos de primeiros-socorros.

4.2.3 Transporte do material

Cuidado especial deve ser tomado no transporte da frascaria, equipamentos e reagentes, a fim de evitar respectivamente quebras, danos e derramamentos. Para o transporte de reagentes e frascos de amostras vazios, recomenda-se utilizar uma caixa com engradado que permita o encaixe firme e seguro dos frascos. Equipamentos sensíveis devem ser mantidos em compartimentos revestidos para que o efeito das vibrações seja reduzido durante o transporte. Motores, caixas e outros equipamentos pesados devem ser fixados no interior do veículo, impedindo assim que deslizem ou vibrem.

4.3 Organização da coleta

A organização da coleta é fundamental e visa evitar prejuízos e riscos. Ela inclui:

4.3.1 Localização dos pontos de amostragem e estabelecimento de um itinerário racional, levando em conta disponibilidade do laboratório para execução das análises e prazos de preservação das amostras.

4.3.2 Para cada ponto deve ser preenchido um formulário de registro com um código de identificação próprio (ver 4.5).

4.3.3 O itinerário deve levar em conta os limites de tempo, de preservação das amostras (ver prazos de preservação nas Tabelas 1 e 2), a segurança do pessoal e dos equipamentos.

4.3.4 Verificação, no plano de amostragem, de eventuais características especiais dos pontos de amostragem, tais como riscos de manipulação das amostras, dificuldades de acesso e correnteza, a fim de que sejam utilizados procedimentos e equipamentos adequados.

4.3.5 Escolha dos frascos para coleta e estocagem das amostras

4.3.5.1 As amostras líquidas devem ser estocadas em frascos resistentes, de vidro borossilicato ou de plástico⁽¹⁾, que sejam quimicamente inertes e propiciem uma perfeita vedação. Quando frascos plásticos forem utilizados, a tampa e o recipiente devem ser do mesmo tipo de material⁽²⁾. Sacos plásticos podem ser utilizados, em alguns casos, para armazenar sedimentos e amostras biológicas⁽³⁾.

4.3.5.2 É aconselhável reunir em um mesmo frasco todas as porções de uma amostra necessária a parâmetros cujos métodos analíticos requeiram a mesma forma de preservação e frascos de mesmas características, analisados pelo mesmo laboratório.

4.3.6 Escolha dos equipamentos

4.3.6.1 Os equipamentos de coleta, de segurança e os de medições em campo devem ser selecionados em função das amostragens requeridas e acondicionados adequadamente para garantir sua integridade.

4.3.6.2 As condições dos equipamentos devem ser verificadas para garantir sua perfeita segurança e funcionalidade (ver 4.2.2).

4.3.7 Escolha dos reagentes e vidraria

4.3.7.1 Os reagentes e vidraria, necessários à preservação das amostras e às análises em campo, devem ser selecionados em função das amostragens requeridas.

4.3.7.2 Os frascos de reagentes devem ser acondicionados e tampados de forma segura, para prevenir possíveis contaminações, quebras ou derramamentos durante o transporte.

4.3.8 Reunião e conferência de todo o material necessário

É aconselhável dispor de uma lista de materiais e equipamentos necessários e verificar se estão reunidos em um único local.

4.4 Cuidados para prevenir a contaminação das amostras

4.4.1 A coleta, manuseio e preservação das amostras devem ser feitos com cuidado, para evitar a introdução de contaminantes.

⁽¹⁾ Os frascos plásticos são apresentados como alternativa para os frascos de vidro borossilicato em várias situações. Eles são mais vantajosos por serem leves e resistentes à quebra. Os plásticos usuais são o polipropileno, policarbonato e polietileno. Os de polietileno apresentam menor rigidez que os de polipropileno e policarbonato.

⁽²⁾ A utilização de materiais plásticos diferentes para a tampa e o frasco pode determinar a ocorrência de vazamento.

⁽³⁾ Podem ser utilizados sacos plásticos para outros tipos de amostras, desde que atendam aos parâmetros estabelecidos para estas finalidades.

Tabela 1 - Preservação, prazo para análise e frascos a serem utilizados sem amostras para análises biológicas e microbiológicas

Variável biológica	Item	Preservação	Prazo para análise	Frascos
Macroinvertebrados bentônicos	Contagem e identificação	Álcool etílico a 70% ou ferroaldeído a 4% (para água doce)	Indefinido	Vidro ou polietileno
	Musculatura	Congelar	Indefinido	Vidro ou polietileno
Fitoplâncton	Contagem e identificação	Formaldeído neutralizado a 4 - 5% ou FAA (formol, ácido acético glacial e álcool) ou solução de Transeau (6:3:1) ou mertiolato (1:1000) ou lugol acético 3 - 5% - para flagelados	a) um ano b) seis meses c) seis meses	Vidro âmbar ou polietileno
	Clorofila A	Filtrar imediatamente e congelar, extrair em acetona 90% e manter congelado por no máximo 24 h. Manter afastado de luz e ácido	O mais breve possível	Vidro âmbar ou polietileno
	Contagem proporcional de espécies diatomáceas	Formaldeído neutralizado a 4 ou 5%	Seis meses	Vidro âmbar ou polietileno
Macrófitas e macroalgas	Identificação	Formaldeído a 5% ou álcool 70% ou FAA (ácido acético glacial p.a.)	Um ano	Vidro ou polietileno
	Clorofila A	Após a extração, congelar a - 20°C e manter afastado de luz e ácido	O mais breve possível	Vidro ou polietileno
	Identificação	Formaldeído a 10%, adicionar 3 g de bórax e 50 mL de glicerina por litro de formaldeído. Peixes maiores de 7,5 cm devem sofrer uma abertura na região ventral. Também deve-se injetar o preservativo na musculatura do peixe	Um ano: de preferência identificar em prazo inferior	Vidro, polietileno ou sacos plásticos
Peixes	Massa e comprimento		Analisar imediatamente	
	Musculatura	Limpar, filetar e congelar	Depende da variável química a ser analisada	Vidro borossilicato ou papel-alumínio

/continua

/continuação	Item	Preservação	Prazo para análise	Frascos
Variável biológica	Acetilcolinesterase	Congelar a amostra	Indefinido	Papel-alumínio
	Análises de tecido	Congelar a amostra	Indefinido	Vidro borossilicato, polietileno ou papel-alumínio
	Conteúdo estomacal	Remover o estômago do peixe e preservar com formaldeído a 10% ou álcool a 70% e formaldeído a 4% (1:1)	Um ano: de preferência analisar em prazo inferior	Vidro ou polietileno
Peixes	Determinação de <i>Causa-mortis</i>	Mortos - refrigeração a 4°C Vivos - mantê-los em tanques pequenos com água do corpo de água de origem, em condições de aeração e temperatura adequadas	Imediatamente	Depende das determinações
	Escamas	Lavar bem	Dois meses	Saco plástico
	Otólitos	Lavar bem	Indefinido	Saco plástico
Perífiton	Contagem e identificação	Idem ao fitoplâncton	Idem ao fitoplâncton	Idem ao fitoplâncton
	Clorofila A			
	Contagem proporcional de espécies diatomáceas			

/continua

/continuação		Item	Preservação	Prazo para análise	Frascos
Variável biológica	Contagem e identificação				
Zooplâncton	Contagem e identificação		Além do formaldeído neutralizado a 40%, outros fixadores podem ser usados como etanol a 70% ou solução de lugol. O formaldeído pode causar distorção em algumas formas de retíferos. Para evitar evaporação, juntar à amostra 5% de glicerina. Em amostras turvas será útil acrescentar 0,04% do corante rosa de bengala.	Um ano	Vidro ou polietileno
Avaliação da toxicidade a organismos aquáticos	Água		Manter sob refrigeração a 4°C ou congelar. Completar o volume do frasco	24 h	Vidro borossilicato ou polietileno
Avaliação da toxicidade e mutagenicidade	Água Sedimento		Manter sob refrigeração (4 a 8°C)	Até 7 dias	Vidro pirex (lavagem especial em solução de ácido nítrico e ácido sulfúrico)
Análises microbiológicas	Contagem e identificação		a) amostras com cloro residual - adicionar 0,1 mL de solução de tiosulfato de sódio a 1,8% para cada 100 mL da amostra b) amostras contendo metais pesados - adicionar 0,3 mL de EDTA a 15% para cada 100 mL da amostra Nota: Para fungos zoospóricos, utilizar iscas especiais. Na ocasião da coleta, colher detritos dos vegetais, animais, etc. Não usar preservativos e manter os frascos semi-abertos após 12 h. c) manter refrigeração de 4,0°C a 8,0°C	Até 24 h: de preferência 8 h	Estéreis de borossilicato (pirex) ou plástica autoclavável

Nota: A definição do volume da amostra é função de vários fatores, devendo-se consultar o laboratório responsável pela execução das análises quanto ao volume necessário.

Tabela 2 - Parâmetros físicos-químicos

Parâmetro	Tipo de frasco	Volume mínimo	Preservação	Prazo para análise	Observações
Acidez	P, V	100 mL	Refrigerar a 4°C	24 h	
Alcalinidade	P, V	200 mL	Refrigerar a 4°C	24 h	(A)
Boro	P	100 mL	Refrigerar a 4°C	28 dias	
Brometo	P, V	100 mL	Refrigerar a 4°C	28 dias	
Carbono orgânico total	V	100 mL	H ₂ SO ₄ ou HCl até pH < 2. Refrigerar a 4°C	7 dias	
Cálcio	P		Refrigerar a 4°C	7 dias	
Cianeto total	P, VA	500 mL	NaOH 10 N até pH > 12. Refrigerar a 4°C	24 h	(B)
Cloreto	P, V	250 mL	-	7 dias	
Cloro residual	P, V	500 mL	-	30 min	Analisar imediatamente
Condutividade	P, V	500 mL	Refrigerar a 4°C	28 dias	
Cor	P, V	300 mL	Refrigerar a 4°C	48 h	
Cromo hexavalente	P, V	300 mL	Refrigerar a 4°C	24 h	(C)
Demanda bioquímica de oxigênio (DBO)	P, V	2000 mL	Refrigerar a 4°C	7 dias	
Demanda química de oxigênio (DQO)	P, V	100 mL	H ₂ SO ₄ conc. até pH < 2. Refrigerar a 4°C	7 dias	
Dióxido de carbono (CO ₂)	P, V	100 mL	-	-	Analisar imediatamente
Dureza	P, V	100 mL	HNO ₃ conc. até pH < 2. Refrigerar a 4°C	180 dias	
Fenóis	V	1000 mL	H ₃ PO ₄ 1:0 até pH < 2. Refrigerar a 4°C	24 h	(D)
Fluoreto	P	1000 mL	-	28 dias	
Ferro ferroso	P, V	100 mL	2 mL HCl conc./100 mL de amostra	180 dias	(E)
Ortofosfato	P	100 mL	Refrigerar a 4°C	24 h	(F)
Fosfato inorgânico	V	100 mL	H ₂ SO ₄ até pH < 2. Refrigerar a 4°C	24 h	
Fósforo total	V	200 mL	H ₂ SO ₄ até pH < 2. Refrigerar a 4°C	28 dias	
Fósforo total dissolvido	V	200 mL	H ₂ SO ₄ até pH < 2. Refrigerar a 4°C	24 h	

/continua

/continuação

Parâmetro	Tipo de frasco	Volume mínimo	Preservação	Prazo para análise	Observações
Herbicidas fenoxiácidos clorados	VA com tampa teflon	1000 mL	H ₂ SO ₄ conc. até pH < 2. Refrigerar a 4°C	12 h	(G)
Índice de volume de iodo	P, V	1000 mL	Refrigerar a 4°C	7 dias	
Iodeto	P, V	300 mL	Refrigerar a 4°C	24 h	
Iodo	P, V	500 mL	-	30 min	Analisar imediatamente
Mercúrio	P, V	500 mL	2 mL sol. k ₂ Cr 207 a 20% dissolv. em sol. HNO ₃ 1:1. Refrigerar a 4°C	24 dias	(H)
Metais (em água)	P, V	1000 mL	HNO ₃ conc. até pH < 2	180 dias	(I)
Nitrato	P, V	200 mL	H ₂ SO ₄ até pH = 2. Refrigerar a 4°C	48 h	
Nitrito	P, V	100 mL	Refrigerar a 4°C	74 h	(J)
Nitrogênio albuminóide	P, V	500 mL	H ₂ SO ₄ até pH < 2. Refrigerar a 4°C	24 h	(L)
Nitrogênio amoniacal e/ou orgânico	P, V	1000 mL	H ₂ SO ₄ conc. até pH < 2. Refrigerar a 4°C	24 h	(L)
Nitrogênio total kjeldahl	P, V	1000 mL	H ₂ SO ₄ conc. até pH < 2. Refrigerar a 4°C	7 dias	(L)
Odor	V, tampa esmerilhada	1000 mL	Refrigerar a 4°C	-	Analisar o mais breve possível
Óleos e graxas	V, boca larga	1000 mL	HCl ou H ₂ SO ₄ até pH < 2	28 dias	(M)
Oxigênio consumido	P, V	150 mL	Refrigerar a 4°C	24 h	
Oxigênio dissolvido	V ^(N)	300 mL	2 mL sol. sulfato manganoso e 2 mL sol. álcali iodeto-azida	8 h	(N)
Pesticidas carbonatos	VA ^(G)	-	H ₂ SO ₄ até pH < 2 e 10 g Na ₂ SO ₄ /L	-	Extrair imediatamente
Pesticidas organoclorados (águas)	VA ^(G)	1000 mL	Refrigerar a 4°C	7 dias	(O)
Pesticidas organoclorados (sedimentos)	VA ^(G)	1000 mL	Congelar imediatamente ou preservar com formalina	60 dias	
Pesticidas organoclorados (mat. biológico)	Folha de alumínio	10 g (organismos de fundo)	Congelar imediatamente ou preservar com 5 a 10% de formalina ou 70% etanol	-	

/continua

/continuação

Parâmetro	Tipo de frasco	Volume mínimo	Preservação	Prazo para análise	Observações
Pesticidas organofosforados	VA ^(G)	1000 mL	Congelar imediatamente	4 dias	Sempre que possível, analisar imediatamente
pH	P, V	200 mL	Refrigerar a 4°C	6 h	
pH de saturação Prata	P, V P, VA	300 mL 250 mL	Refrigerar a 4°C HNO ₃ , até pH < 2 ou sal sódico de EDTA 0,4 g/100 mL de amostra	10 dias	
Resíduos graviméticos	P, V	1000 mL	Refrigerar a 4°C	7 dias	(P)
Resíduos sedimentados	P, V	1000 mL	Refrigerar a 4°C	7 dias	
Sílica	P	200 mL	Refrigerar a 4°C	28 dias	
Sulfato	P, V	300 mL	Refrigerar a 4°C	7 dias	
Sulfeto total	V	1000 mL	2 mL de sol. acetato de zinco 2N/litro amostra e sol. NaOH 6 N até pH < 9	7 dias	(Q)
Sulfeto solúvel	V, boca estreita com tampa esmerilhada	1000 mL	(R)	7 dias	
Sulfito	P, V	200 mL	Refrigerar a 4°C	24 h	(Q)
Surfactantes antônicos	P, V	500 mL	Refrigerar a 4°C	24 h	
Triometanos	VA ^(T)	25 mL	(U)	14 dias	(V)
Turbidez	P, V	200 mL	Refrigerar e manter ao abrigo da luz	24 h	

(A) Evitar a aeração da amostra. Encher completamente o frasco, sem deixar bolhas de ar. Fechá-lo imediatamente e abri-lo somente no momento da análise. Nos casos de atividade biológica evidente, a amostra deve ser analisada dentro de 6 h.

(A) Testar a presença de agentes oxidantes com o cloro, por exemplo, adicionando uma gota de amostra a uma fita de papel amido-iodeto. Caso surja coloração azul, adicionar cristais de ácido ascórbico até que o teste resulte negativo. Adicionar então 0,06 g de ácido ascórbico em excesso. Opcionalmente, utilizar cristais de tiosulfato de sódio e mais 0,1 g de Na₂S₂O₃ em excesso. Testar também a presença de sulfeto solúvel, colocando uma gota de amostra sobre papel de acetato de chumbo previamente umedecido em solução-tampão de ácido acético de pH 4. Enegrecimento do papel indica presença de sulfeto. Precipitar o sulfeto solúvel adicionando carbonato de chumbo em pó (ou ainda acetato de chumbo ou citrato de bismuto) até que o teste com papel resulte negativo. Filtrar a amostra depois de precipitar o sulfeto e só então alcalinizá-la com NaOH. Quando houver suspeita de presença de complexos metálicos de cianeto particulados, filtrar a amostra antes da precipitação do sulfeto, recompondo-a com o material particulado após a remoção do sulfeto precipitado.

(C) Os frascos devem ser lavados com ácido nítrico 1:1.

(D) Quando houver presença de H₂S ou SO₂, aerar a amostra ligeiramente antes de refrigerar.

(E) O ácido clorídrico deve ser adicionado ao frasco coletor antes da tomada da amostra. Encher o frasco completamente, sem deixar bolhas de ar.

(F) Amostras para análise de ortofosfato (e outras formas de fosfato) filtrável devem ser filtradas através de filtro de membrana com porosidade de 0,45 µm, imediatamente após a coleta (sobre lavagem do frasco, ver 4.2.2).

(G) Além da tampa de teflon, pode ser utilizada tampa de vidro esmerilhado, ou então tampa de borracha recoberta com folha de alumínio (sobre lavagem dos frascos, ver 4.2.2).

- (H) Amostras para análise de mercúrio solúvel devem ser filtradas em membrana filtrante de porosidade 0,45 μm , imediatamente após a coleta, antes de adicionar os preservantes.
- (I) Amostras para análise de metais dissolvidos devem ser filtradas em membrana filtrante de porosidade 0,45 μm , imediatamente após a coleta, e então acidificadas. Não utilizar frasco de vidro para sódio; não usar frasco de polietileno para lítio; coletar 1 L de amostra separada para lítio; usar, de preferência, frasco de teflon para zinco; preservar amostras de águas não poluídas filtradas, para análise de ferro, com ácido clorídrico; filtrar 1 L de amostra para selênio e 1 L para cromo.
- (J) Nunca utilizar ácido na preservação de amostras para análise de nitrito.
- (L) Eliminar cloro residual, se presente, por adição de solução de sulfito de sódio ou tiosulfato de sódio.
- (M) Não é recomendável a coleta de amostras compostas para análise de óleos e graxas, pois pode haver perda de óleos e graxas no equipamento de amostragem. Quando necessária a média de determinado período de tempo, analisar porções individuais tomadas ao longo deste período. Nunca encher completamente o frasco.
- (N) Utilizar frasco de vidro borossilicato com tampa esmerilhada e estreita (pontiaguda), com selo d'água (indicar descrição no texto da norma, na seção de materiais para coleta). Imergir a ponta da pipeta no líquido ao adicionar os preservantes.
- (O) Em presença de cloro residual, adicionar 100 mg de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ por litro de amostra.
- (P) Analisar imediatamente as amostras contendo ferro ou manganês.
- (Q) Adicionar solução de acetato de zinco 2 N ao frasco de coleta, antes da amostra. Evitar a aeração da amostra. Analisar de imediato quando houver presença de grande quantidade de ferro.
- (R) Manter o pH entre 6 e 9. Clarificar a amostra, adicionando 2 mL de solução NaOH 6 N e 2 mL de solução $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 6 N. Fechar o frasco (sem deixar bolhas de ar) e agitar bem por 1 min. Deixar decantar (apenas o tempo necessário), transferir o sobrenadante clarificado para outro frasco, por sifonação, sem borbulhar. Acrescentar 2 mL de solução de acetato de zinco (imersir a ponta da pipeta na amostra).
- (S) Preencher completamente o frasco e tampá-lo imediatamente, para reduzir o contato com ar.
- (T) Utilizar frasco com boca estreita, com tampa rosqueada com septo de teflon faceado com silicone, capacidade de 25 mL. Colocar amostra em duplicata.
- (U) Não deixar bolhas de ar no interior do frasco. Adicionar 2,5 a 3 mg de sulfito de sódio ou tiosulfato de sódio para cada 40 mL de amostra, ao frasco de coleta, antes de enchê-lo. Manter o frasco hermeticamente fechado até a extração da amostra.
- (V) Ao coletar a amostra de corpos de água abertos, recolher 1000 mL da amostra em frasco de boca larga e, cuidadosamente, encher os tubos de coleta em duplicata a partir deste.

Nota: P = polietileno;

V = vidro borossilicato;

VA = vidro borossilicato âmbar.

4.4.2 Não se deve enviar ao laboratório, para análise química, porções da amostra que tenham sido utilizadas para determinações de campo.

4.4.3 A parte interna dos frascos e das tampas não deve ser tocada com as mãos .

4.4.4 Os recipientes para amostras só devem permanecer abertos o tempo necessário ao seu preenchimento e devem ser mantidos ao abrigo do sol.

4.4.5 O coletor deve estar com as mãos limpas e não deve fumar enquanto manuseia a amostra.

4.5 Formulário de registro (ficha de coleta)

4.5.1 Cada amostra (um ou mais frascos) deve ser acompanhada de um formulário de registro contendo, no mínimo, as seguintes informações:

- a) código de identificação;
- b) identificação do ponto de amostragem e sua localização;
- c) procedência da amostra (efluente, rio, lago, etc.);
- d) data e hora da coleta;
- e) data e hora do recebimento da amostra pelo laboratório;
- f) nome do técnico responsável pela coleta da amostra;
- g) profundidade em que a amostra foi coletada;
- h) tipo de amostra (simples, composta ou integrada);
- i) condições climáticas no momento da coleta e no período imediatamente anterior (últimas 48 h);
- j) indicação dos parâmetros a serem analisados em campo e dos resultados;
- l) indicação dos parâmetros a serem analisados no laboratório;
- m) espaço para anotar observações sobre quaisquer ocorrências anormais relacionadas à amostragem, bem como quaisquer condições especiais que possam fornecer dados de importância para a interpretação dos resultados.

4.5.2 Os formulários de registro devem acompanhar as amostras respectivas, quando enviadas ao laboratório para análise.

4.6 Identificação da amostra

4.6.1 A amostra coletada deve ser identificada com uma codificação adequada nos frascos. A identificação pode ser feita diretamente sobre o frasco, com tinta insolúvel em água, ou com etiquetas firmemente presas.

4.6.2 A transcrição da identificação do frasco para o formulário de registro deve ser feita com muito cuidado, para evitar trocas.

4.7 Regras de segurança

4.7.1 Todos os riscos potenciais envolvidos na execução da coleta devem ser avaliados, estabelecendo-se regras de segurança que preservem a integridade física do pessoal, evitando-se danos aos materiais, aos equipamentos e às amostras.

4.7.2 Recomenda-se incluir nas regras de segurança os itens seguintes, sempre que aplicáveis:

- a) a caixa de medicamentos de primeiros-socorros acompanhada de livreto explicativo;
- b) a equipe deve trabalhar sempre devidamente protegida, usando aventais, luvas, botas, capacetes e, em alguns casos, máscaras contra gases, ou outros equipamentos de segurança de acordo com as necessidades do serviço;
- c) os coletores, ao coletar em locais de difícil acesso, devem levar nas mãos apenas o material estritamente necessário, pois há sempre risco de quedas;
- d) o contato direto com a água deve ser, sempre que possível, evitado;
- e) cuidado especial com parapeitos e locais de apoio deve ser tomado ao içar dragas e coletores de profundidade;
- f) a coleta em pontes deve ser precedida da colocação de dispositivo de sinalização adequada, que proporcione proteção contra veículos em trânsito;
- g) a coleta feita usando-se embarcações oferece riscos adicionais, motivo pelo qual recomenda-se:
 - obedecer às normas específicas de navegação;
 - verificar as condições meteorológicas da região, nas viagens de longa duração;
 - navegar sempre com no mínimo duas pessoas a bordo;
 - usar sempre o colete salva-vidas;
 - se um dos ocupantes não souber nadar, deve avisar previamente;
 - não navegar com tempo ruim, em barco pequeno;
 - ao utilizar embarcação motorizada, testar o motor antes de sair, levando junto ferramentas para emergência;
 - se utilizar equipamento pesado (guincho motorizado, draga), distribuir bem os ocupantes e o material no barco;
 - ao utilizar guincho motorizado, acioná-lo lentamente, pois a draga pode prender-se em galhos ou mesmo no leito do corpo de água;
- h) os coletores devem estar alertados contra os riscos da manipulação de reagentes perigosos, tais como ácidos e bases concentradas.

4.8 Transporte de amostra

4.8.1 Uma vez coletada, a amostra deve ser transportada até o laboratório, garantindo sua integridade e preservação, e no tempo necessário para que sua análise ocorra dentro do prazo de validade da preservação.

4.8.2 A logística do transporte, bem como o modo de embalar os frascos com amostras, devem ser determinados antes de iniciados os trabalhos de campo.

4.8.3 Recomenda-se transportar os frascos com amostras em caixas apropriadas.

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

- colocar os frascos na caixa de tal modo que fiquem firmes durante o transporte;
- nos casos em que se usar gelo para preservação, cuidar para que os frascos, ao final do transporte, não fiquem imersos na água formada pela sua fusão, o que aumentaria muito o risco de contaminação;
- cobrir a caixa de modo que sua tampa exerça leve pressão sobre a tampa dos frascos, impedindo que se destaquem durante o transporte;
- evitar a colocação de frascos de uma mesma amostra em caixas diferentes.

4.8.5 Quando meios comerciais de transporte forem utilizados para envio das amostras ao laboratório, os procedimentos listados em 4.8.4 devem ser completados com os seguintes:

- prender firmemente a tampa da caixa que contém as amostras;
- afixar, na caixa que contém as amostras, identificação da sua procedência e destino, data do envio e outros dados relevantes;
- preservar a integridade dos frascos por meio das indicações "PARA CIMA" e "FRÁGIL", escritas de modo perfeitamente legível;

d) enviar junto à caixa, de preferência dentro dela e protegida em envelope plástico, uma lista das amostras nela contidas, indicação da data e hora de coleta, parâmetros a analisar e outras observações relevantes;

Nota: Recomenda-se reter uma cópia desta lista.

e) assegurar-se de que as condições de 4.8.1 serão observadas.

5 Condições específicas

Dependendo do tipo de análise a ser efetuado, requisitos adicionais específicos são exigidos.

5.1 Análises microbiológicas

5.1.1 Recipientes

Os recipientes e as tampas devem ser de material resistente às condições de esterilização e à ação solvente da água e não devem liberar compostos tóxicos, tais como bactericidas ou bacteriostáticos, nem substâncias nutritivas durante a esterilização.

5.1.1.1 Tipos de recipientes

Devem ser de borossilicato, ou plástico autoclavável; possuir boca larga (≈ 4 cm) para facilitar a coleta da amostra e limpeza do frasco, com volume suficiente para conter a amostra e um espaço vazio que permita uma boa homogeneização. O volume mínimo é de 125 mL (ver Figura 1).

Notas: a) As amostras de sedimentos podem ser armazenadas também em sacos plásticos, desde que lacrados e esterilizados pelo fabricante.

b) Verificar nas Tabelas 1 e 2 os tipos de frasco e volumes necessários.

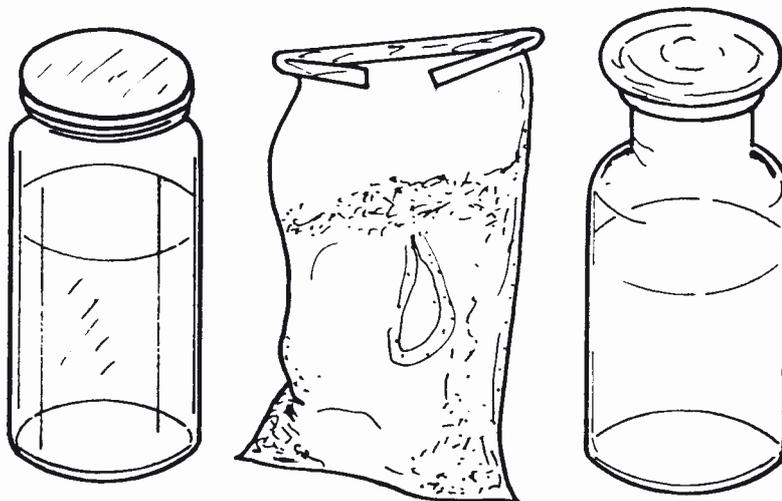


Figura 1 - Recipientes para coleta de amostras

5.1.1.2 Lavagem dos frascos

Na lavagem dos frascos deve ser cumprido o seguinte:

a) antes da lavagem, os frascos devem ser submetidos à descontaminação em autoclave, à temperatura de 121°C e à pressão de 0,1 MPa (1atm), durante 15 min. Devem-se afrouxar as tampas antes da autoclavação, para evitar a ruptura dos frascos. Após descontaminação, proceder à lavagem, observando-se a seguinte seqüência:

- esvaziar o conteúdo do frasco;
- limpar a parte externa do frasco com auxílio de uma esponja;
- adicionar uma gota de detergente líquido (não-tóxico) no interior do frasco e escovar a parte interna com auxílio de uma escova apropriada, denominada gáspilhão;
- enxaguar 10 vezes em água corrente, enchendo e esvaziando totalmente o frasco;
- enxaguar três vezes em água destilada ou deionizada (para análises de fungos, utilizar água destilada produzida em destilação de vidro ou borossilicato ou água deionizada);

b) para as tampas, proceder à lavagem da seguinte forma:

- ferver as tampas em solução de detergente a 2%, durante 30 min;
- enxaguar três vezes em água destilada, ou deionizada (para análises de fungos, utilizar água destilada produzida em destilador de vidro ou borossilicato ou água deionizada);

c) após a lavagem dos frascos e tampas, deixar escorrer toda a água e colocar em posição emborcada, em estufa a 100°C, durante 1 h, para secagem.

5.1.1.3 Preparo dos frascos

Antes da esterilização, os frascos devem ser preparados da seguinte maneira:

a) frascos para coleta de amostras contendo cloro residual:

- deve-se adicionar aos frascos 0,1 mL de uma solução de tiosulfato, de sódio a 1,8% para cada 100 mL de amostra, para neutralização do cloro residual. Esta quantidade é suficiente para neutralizar até 5 mg/L de cloro, entretanto, em situações especiais, quando o cloro residual for mais alto, quantidades adicionais de tiosulfato são

requeridas. Se houver interferência do tiosulfato de sódio na análise a ser realizada, como é o caso da determinação de bactérias do ciclo do enxofre, sua adição ao frasco deve ser omitida;

b) frascos para coleta de amostras contendo metais pesados em concentrações superiores a 0,01 mg/L (tais como: cobre, níquel, zinco, etc.):

- deve-se adicionar aos frascos 0,3 mL de uma solução a 15% de EDTA (ácido etilenodiaminotetraacético) para cada 100 mL de amostra a ser coletada. O EDTA atua como agente quelante, reduzindo a toxicidade de metais pesados.

Notas: a) Aos frascos de vidro com tampas de vidro esmerilhado deve-se incorporar um calço de material não-tóxico (barbante fino ou papel-alumínio) entre a tampa e o frasco, para facilitar a abertura do mesmo na coleta da amostra.

b) Antes da esterilização, a tampa e o gargalo dos frascos devem ser recobertos com folha de papel-alumínio ou papel kraft, os quais são presos, após esterilização, por elástico adequado.

5.1.1.4 Esterilização dos frascos

Os frascos devem ser esterilizados da seguinte maneira:

a) frascos de vidro:

- devem ser esterilizados em estufa a 170/180°C, durante 2 h;

b) frascos de plástico autoclavável:

- devem ser esterilizados em autoclave a 121°C a 0,1 MPa (1atm), por 30 min. Antes da autoclavação, afrouxar as tampas para evitar a ruptura dos frascos e permitir a entrada de ar. Logo após a retirada da autoclave, fechar os frascos;

c) frascos de plástico não autoclavável:

- a esterilização por óxido de etileno é aceitável para frascos de plásticos não resistentes a temperatura. Estes frascos, após passarem por este processo de esterilização, devem ser estocados durante 12 h antes do uso, para permitir a dissipação de todos os traços deste gás.

5.1.2 Técnicas de amostragem para análises microbiológicas

A coleta de amostras para exame microbiológico deve ser realizada sempre antes da coleta para qualquer outro tipo de análise, a fim de evitar o risco de contaminação do local de amostragem com frascos ou amostradores não estéreis.

Nota: Em hipótese alguma, amostras compostas devem ser coletadas para análises microbiológicas, pois não oferecem informações sobre as variações que podem ocorrer no fluxo e composição de efluentes industriais lançados nos corpos de água; além disso, uma ou mais porções da amostra composta podem conter material tóxico ou nutritivo, determinando resultados que não são representativos da qualidade da água em um dado momento.

5.1.2.1 Amostragem de águas superficiais

Quando as amostras forem coletadas diretamente de um corpo de água receptor, deve-se procurar selecionar pontos de amostragem bem representativos da amostra de água a ser examinada (ver NBR 9897), evitando-se a coleta de amostras em áreas estagnadas ou em locais próximos à margem. A amostragem de águas superficiais pode ser feita por dois processos:

a) coleta manual:

- com todos os cuidados de assepsia, remover a tampa do frasco juntamente com o papel protetor. Com uma das mãos segurar o frasco pela base, mergulhando-o rapidamente com a boca para baixo, a cerca de 15 a 30 cm abaixo da superfície da água, para evitar a introdução de contaminantes superficiais. Direcionar o frasco de modo que a boca fique em sentido contrário à corrente (ver Figura 2). Se o corpo de água for estático, deve ser criada uma corrente artificial, através da movimentação do frasco na direção horizontal (sempre para frente). Inclinar o frasco lentamente para cima para permitir a saída do ar e conseqüente enchimento do mesmo. Após a retirada do frasco do corpo de água, desprezar uma pequena porção da amostra, deixando um espaço vazio suficiente para permitir uma boa homogeneização da amostra antes do início da análise. Fechar o frasco imediatamente, fixando o papel protetor ao redor do gargalo, e identificar adequadamente a amostra (no frasco e na ficha de coleta). Para transporte, verificar 5.8;

b) coleta com auxílio de equipamentos:

- nos casos em que a localização do ponto da amostragem impossibilite a coleta diretamente no local, é necessária a utilização de dispositivos adequados para esta finalidade, devendo a mesma ser efetuada a partir de pontes, barrancos e outros locais de acesso;
- um destes dispositivos é apresentado na Figura 3, consistindo em uma estrutura metálica para conter o frasco com segurança. Para a coleta da amostra, colocar, com todos os cuidados de assepsia, o frasco na estrutura de metal, remover a tampa do frasco com o papel protetor e descer o conjunto no corpo de água, por meio de um cordel preso à estrutura metálica. Este cordel deve ser preferencialmente de náilon, pois este

material não absorve água e não apodrece facilmente. Por meio de movimentos do cordel, voltar a boca do frasco contra a correnteza, em uma profundidade de 15 a 30 cm abaixo da superfície da água. Após o enchimento do frasco, puxar rapidamente o cordel, retirar o frasco da estrutura metálica e proceder como descrito na seção anterior. Tomar cuidado para que não haja deslocamento de sujeiras ou outros materiais de plataforma de amostragem para o corpo de água.

5.1.2.2 Amostragem em profundidade

Para coletas de amostras de profundidade em corpos de água, alguns equipamentos e acessórios são necessários. A seguir, são considerados alguns tipos de amostradores para esta finalidade:

a) amostrador de Zobell J-Z:

- evita a contaminação da amostra quando da descida do equipamento, porque só se abre na profundidade desejada. É indispensável, quando se deseja obter alto grau de assepsia (ver Figura 4);

b) amostrador de Niskin:

- tem os mesmos requisitos de assepsia do amostrador Zobell J-Z, com a vantagem de coletar amostras até 5 L (ver Figura 5);

c) amostrador de Kemmerer e amostrador de Van Dorn (ver Figuras 6 e 7):

- são os mais conhecidos e têm sido utilizados principalmente para coleta de amostras estratificadas, em áreas poluídas, coletando-se inicialmente as amostras com menor grau de poluição. A sua característica é descer com o cilindro de coleta aberto, fechando-se na profundidade desejada. A contaminação de uma amostra para outra pode ser reduzida pela lavagem do equipamento com o próprio líquido a ser amostrado;

d) garrafa de Meyer:

- garrafa que desce fechada, presa por codréis. Na profundidade desejada, um golpe com o cordel a destampa (ver Figura 8).

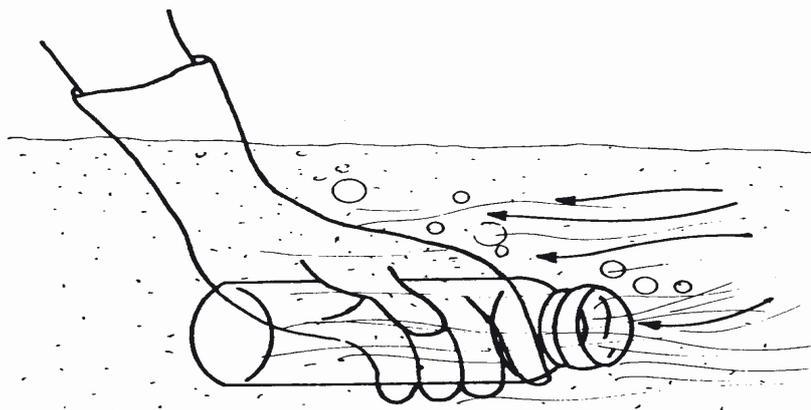


Figura 2 - Coleta manual (águas superficiais)

5.1.2.3 Amostragem de sedimento

A amostragem de sedimento para análises microbiológicas requer a utilização de equipamentos especiais, como o amostrador de Van Donsel/Geldreich (ver Figura 9) e as dragas (pegadoras) de Eckmann (ver Figura 10), Petersen (ver Figura 11), Ponar (ver Figura 12), Van Veenm Smith-McIntyre (ver Figura 13). As características

físicas de fundo determinam o tipo de equipamento a ser utilizado.

5.2 Análises biológicas

Para análises biológicas são utilizados: redes de plâncton, redes de pesca, covos, varas, espinhéis, linhas de arrasto, além dos equipamentos mencionados em 5.1.2.2, dependendo da variável biológica a ser estudada.

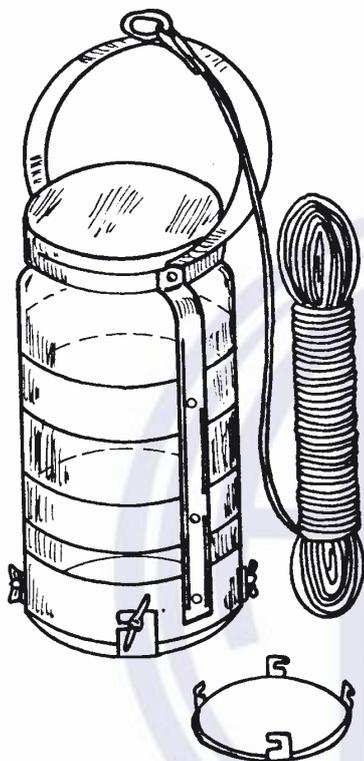


Figura 3 - Estrutura de metal pesado para amostragens

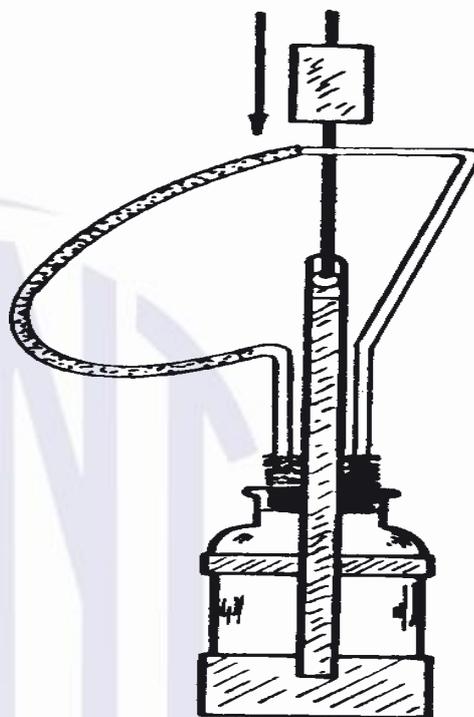


Figura 4 - Amostrador de Zobel

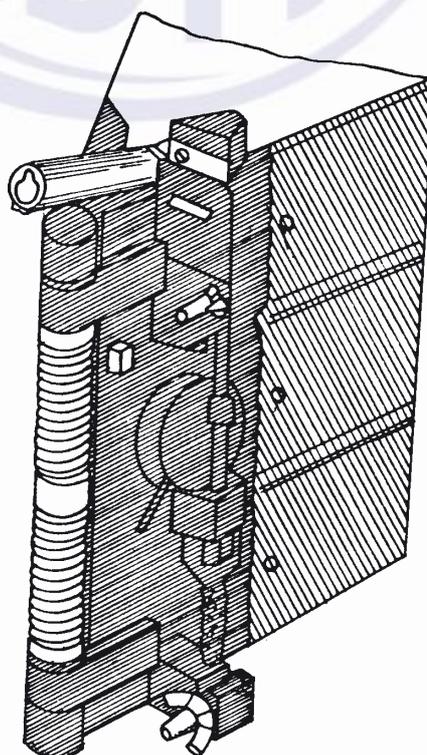


Figura 5 - Amostrador Niskin

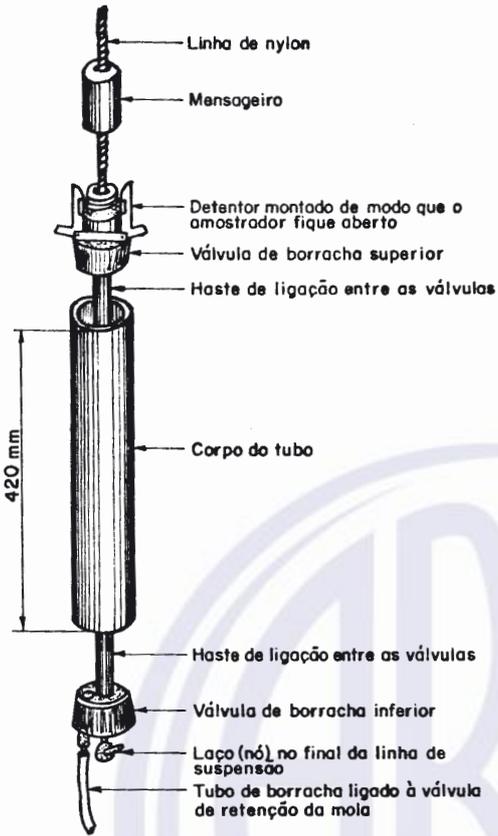


Figura 6 - Amostrador de Kemmerer

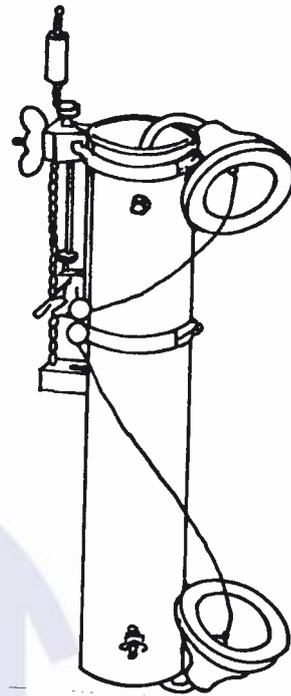


Figura 7 - Amostrador de Van Dorn



Figura 8 - Garrafa de Meyer

5.2.1 Recipientes

5.2.1.1 Tipo de recipiente

Selecionar na Tabela 1, de acordo com as necessidades.

5.2.1.2 Lavagem e preparo dos recipientes

À exceção da "Avaliação da toxicidade a organismos aquáticos", que exige os procedimentos constantes em 5.3, as demais variáveis biológicas requerem a lavagem dos frascos com detergentes não-tóxicos e água destilada em abundância.

5.2.2 Técnicas de amostragem para análises biológicas

Verificar 5.1.2.2, ressaltando-se que, dependendo da finalidade do estudo, podem ser requeridas amostras simples, compostas ou integradas. Além dos equipamentos relacionados, são utilizados os citados de 5.2.2.1 e 5.2.2.6.

5.2.2.1 Rede de plâncton

Redes confeccionadas de malha de náilon, acopladas a um recipiente cilíndrico destacável, utilizadas para a coleta de plâncton (ver Figuras 14-(a) e 14-(b)).

5.2.2.2 Espinhel

Constituído de uma linha mestra na qual se aplicam anzóis de vários tamanhos (ver Figura 15).

5.2.2.3 Linha de arrasto ou linhada

Consta de uma linha resistente, com anzol e isca, para ser usada em pesca feita com barco.

5.2.2.4 Covo

Armadilha em forma de ratoeira que permite a entrada mas não a saída do peixe (ver Figuras 16-(a), 16-(b) e 16-(c)).

5.2.2.5 Redes para coleta de peixe

Redes de vários tamanhos, formas e malhas para coleta de peixe, sem utilização de engodo (ver Figuras 17-(a) e 17-(b)).

5.2.2.6 Equipamentos de recolhimento simples

Entre eles encontram-se varas, puçá e coador.

5.2.3 Preservação e transporte

Verificar Tabela 1 e seções 4.4 e 4.8.

5.3 Análises físicas, químicas e físico-químicas

5.3.1 Recipientes

Os frascos e as tampas devem ser de material quimicamente inerte. Os materiais utilizados para os recipientes podem ser de vidro ou plástico.

5.3.1.1 Tipos de recipiente

Os frascos devem, sempre que possível, ser de boca larga para facilitar a limpeza e a coleta. Podem ser dos seguintes materiais:

- a) vidro - pode ser de borossilicato ou outro tipo de vidro quimicamente inerte, com tampa esmerilhada, à prova de vazamento. Devem ser usados, em alguns casos, frascos de vidro âmbar;
- b) plástico - pode ser de polietileno, polipropileno ou policarbonato.

As tampas devem ser do mesmo material do frasco.

Notas: a) Os sacos plásticos são substitutos práticos para frascos de vidro ou plástico na amostragem de sedimentos (ver 4.3.5).

b) Consultar a Tabela 2 com referência ao volume mínimo e tipo de frasco utilizado.

5.3.1.2 Lavagem de recipientes

São três os tipos de limpeza a que os frascos e tampas devem ser submetidos:

a) limpeza comum:

- esvaziar o frasco;
- lavar e escovar o frasco e a tampa com detergente neutro e escovar o frasco internamente;
- enxaguar o frasco e a tampa três vezes com água de torneira;
- enxaguar o frasco e a tampa três vezes com água destilada e/ou deionizada;
- deixar os frascos e as tampas invertidos para escoar a água;

b) limpeza adicional:

- enxaguar o frasco limpo com solução de ácido crômico (35 mL de solução saturada de dicromato de sódio em 1 L de ácido sulfúrico); esta solução é reutilizável;
- enxaguar o frasco várias vezes com água de torneira;
- enxaguar o frasco várias vezes com água destilada e/ou deionizada;

Nota: Realizada apenas quando for necessário.

c) limpeza específica:

- a Tabela 3 apresenta a lavagem e a limpeza específica adequadas, considerando o parâmetro a ser analisado, quando necessário.

Nota: Para certos parâmetros, esta limpeza é realizada para evitar adsorção ou contaminação causada pela interação com as paredes do frasco.

5.3.2 Técnicas de amostragem

Conforme a finalidade do estudo, podem ser requeridas amostras simples, compostas e integradas.

5.3.2.1 Amostragem de água superficial

Em geral, a amostra é coletada mergulhando-se o frasco de coleta, com a boca voltada contra a corrente no líquido a ser amostrado. No caso de se coletar um volume grande de amostras a ser distribuído pelos diversos frascos de coleta que serão submetidos a diferentes tratamentos preservantes, deve ser empregado um recipiente de transposição, tipo balde, de material quimicamente inerte. Ainda assim, pode ocorrer a necessidade de se coletarem vários baldes de amostras, sendo o volume de cada um deles distribuído entre todos os frascos, a fim de garantir a homogeneidade das amostras nos diversos frascos.

Notas: a) Sempre que for empregado um mesmo frasco de transposição em várias amostragens sucessivas em pontos diferentes, este frasco deve ser lavado com

amostra do local antes de nova coleta, tendo-se o cuidado de não contaminar a água do local ao processar esta lavagem.

- b) Nos casos de amostragem a partir de margens, em locais de difícil acesso, utilizar o frasco de transposição provido de peso, arremessando-o até um local bem distante da margem; prender a extremidade livre da corda em um ponto fixo.
- c) O mesmo se faz em caso de coleta a partir de pontes, tendo o cuidado de lançar o balde contra a corrente e de prender a extremidade livre da corda em um ponto fixo.

Exceções: alcalinidade e oxigênio dissolvido não obedecem a esta regra.

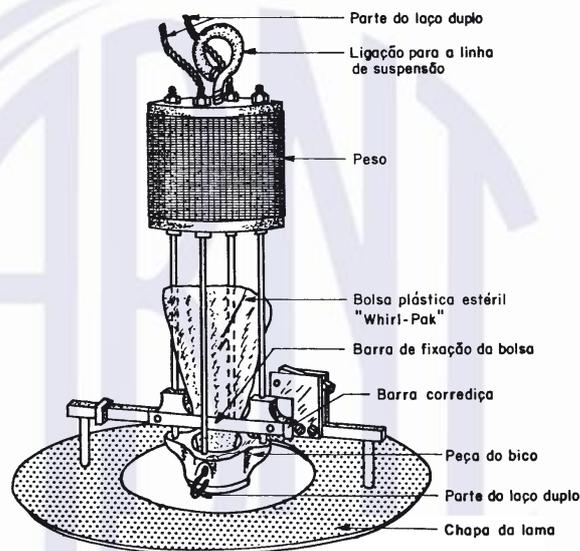


Figura 9 - Amostrador de Van Donsel/Geldreich

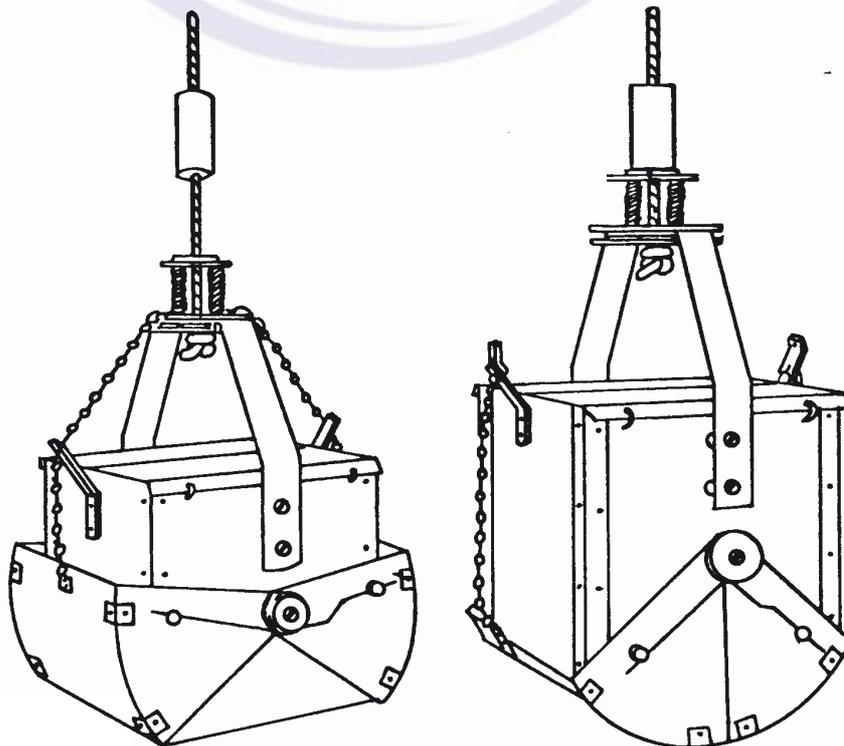


Figura 10 - Draga de Eckmann

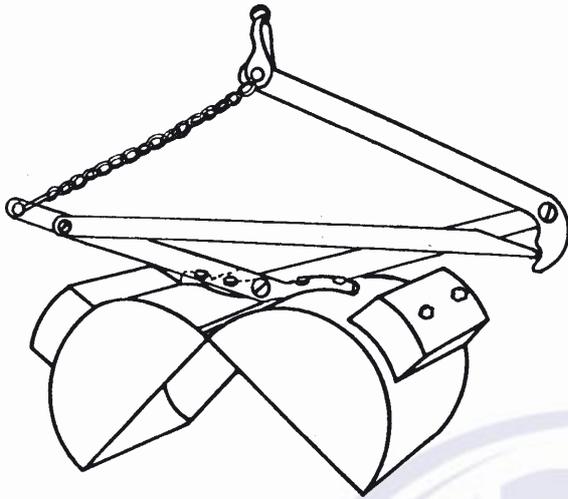


Figura 11 - Draga de Peterson

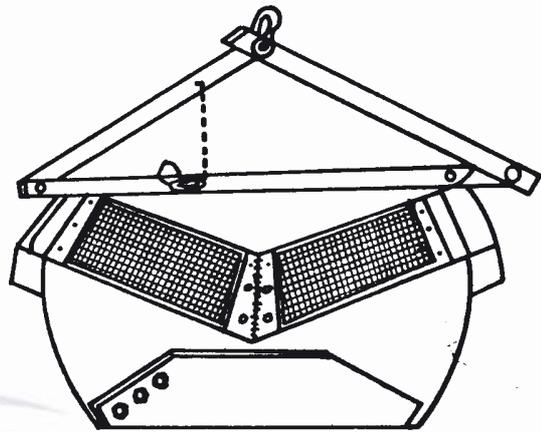


Figura 12 - Draga de Ponar

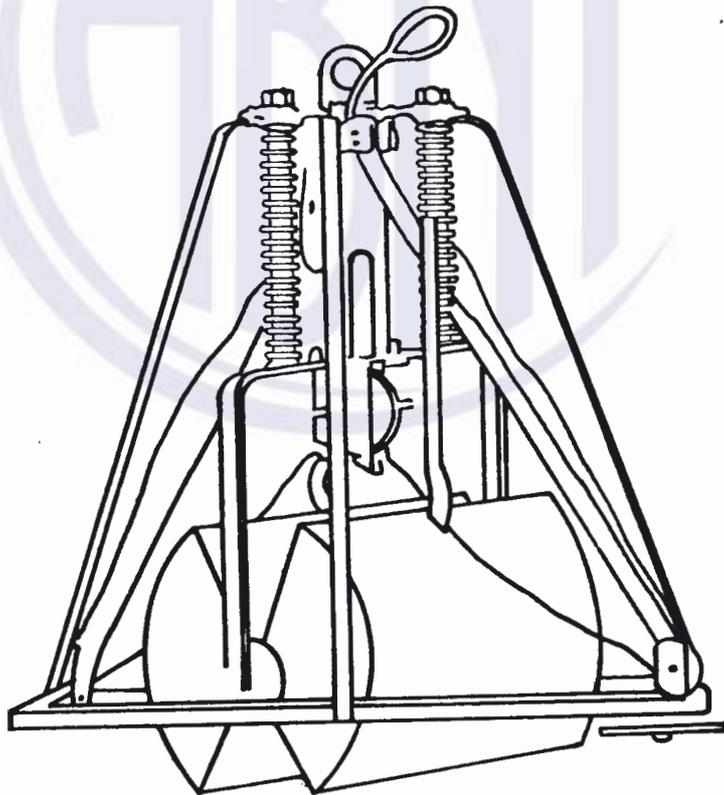


Figura 13 - Draga de Smith-McIntyre

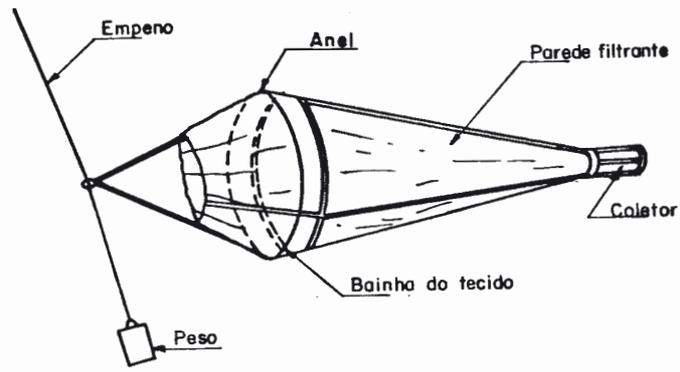


Figura 14-(a) - Rede tipo comum

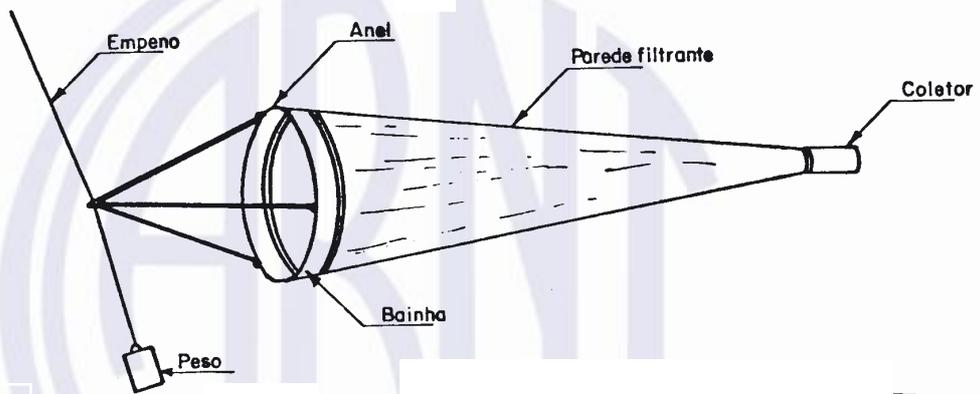


Figura 14-(b) - Rede tipo comum



Figura 15 - Espinhel colocado no fundo

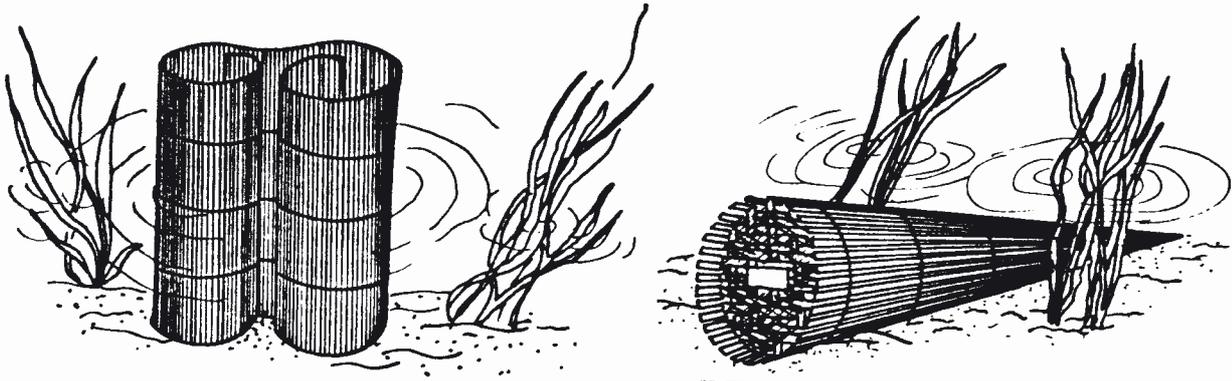


Figura 16 - Tipos de covos

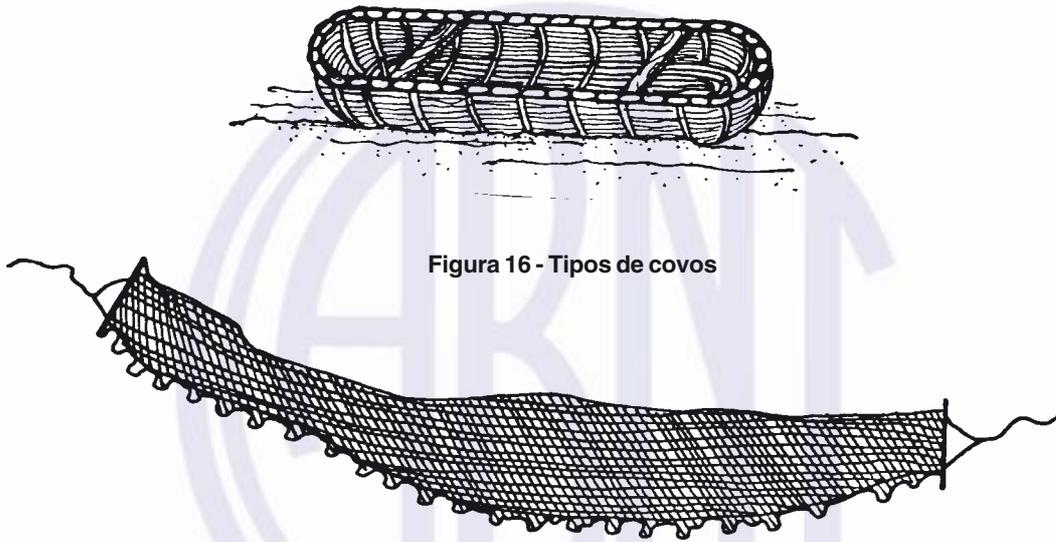


Figura 17-(a) - Rede de arrasto

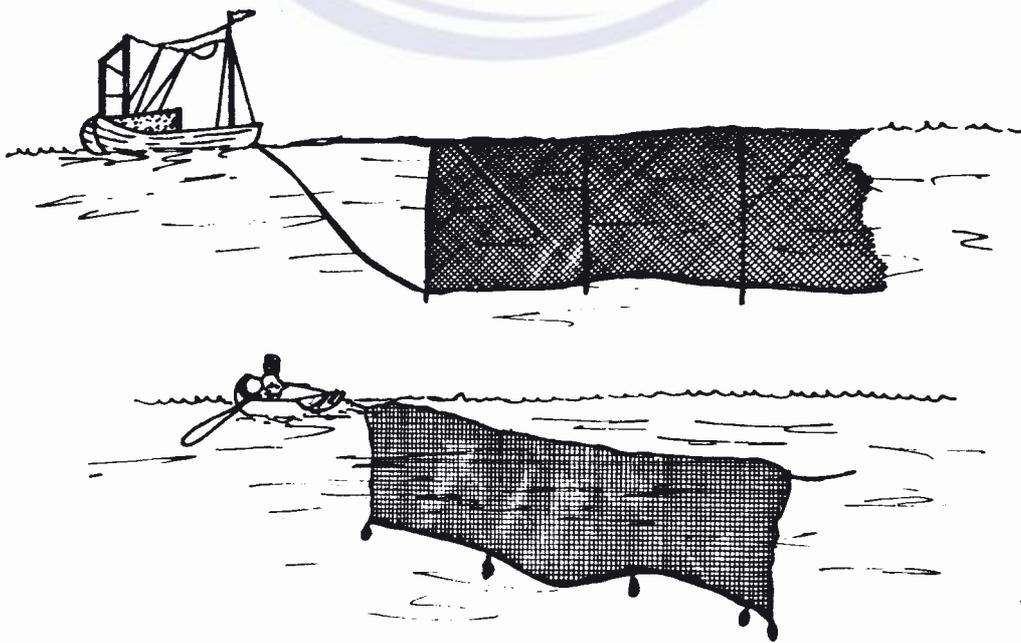


Figura 17-(b) - Rede de lance

Tabela 3 - Limpeza específica de frascos para análises física e química e físico-química

Parâmetros a serem determinados	Lavagem
<ul style="list-style-type: none"> - Acidez - Alcalinidade - Alumínio - Antimônio - Arsênio - Bário - Berílio - Cádmio - Cálcio - Cloreto - Chumbo - Cobalto - Cobre - Condutividade - Cor - Estrôncio - Ferro - Fluoreto - Lítio - Magnésio - Manganês - Mercúrio - Molibdênio - Níquel - pH - Potássio - Prata - Resíduos - Selênio - Sódio - Sulfato - Turbidez - Vanádio - Zinco 	<ul style="list-style-type: none"> 1 - lavagem comum 2 - limpeza adicional com ácido crômico (se necessário) 3 - limpeza específica <ul style="list-style-type: none"> a) opção I: <ul style="list-style-type: none"> - encher o frasco com HNO₃ 2,5%, deixar de molho 24 h; enxaguar com água destilada e/ou deionizada pelo menos cinco vezes; b) opção II: <ul style="list-style-type: none"> - colocar HNO₃ 1:1 até metade do frasco, agitar, esvaziar e enxaguar pelo menos cinco vezes com água destilada e/ou deionizada; repetir com HCl 1:1
<ul style="list-style-type: none"> - Nitrato - Nitrito - Namoniacal - N_{total} - COT (carbono orgânico total) - Fósforo total 	<ul style="list-style-type: none"> 1 - lavagem comum 2 - limpeza adicional com ácido crômico
<ul style="list-style-type: none"> - Cromo 	<ul style="list-style-type: none"> 1 - lavagem comum 2 - limpeza específica, conforme opção I e opção II
<ul style="list-style-type: none"> - Óleos e graxas 	<ul style="list-style-type: none"> 1 - limpeza adicional com ácido crômico 2 - limpeza específica: <ul style="list-style-type: none"> a) enxaguar com n-hexano p.a. b) enxaguar com acetona c) enxaguar com água destilada e/ou deionizada
<ul style="list-style-type: none"> - Biocidas organoclorados e organofosforados - Pentaclorofenol - BCP_p - Compostos fenólicos - Fenoxiácidos - Herbicidas 	<ul style="list-style-type: none"> 1 - lavagem comum somente com água de torneira 2 - limpeza adicional com ácido crômico, empregando água destilada isenta de compostos orgânicos 3 - limpeza específica: enxaguar duas vezes com acetona; enxaguar uma vez com acetona grau pesticida; enxaguar duas vezes com n-hexano grau pesticida; secar em forno de ar quente a 360°C

5.3.2.2 Amostragem de águas de profundidade

Em geral, a amostra é coletada empregando-se garrafa coletora apropriada para tal tipo de coleta, sendo o volume coletado transferido para o frasco de coleta em que será feita a preservação apropriada da amostra. Sempre que for necessário coletar um volume grande de amostra, devem-se repetir várias vezes a coleta com garrafa coletora, sendo o volume de cada uma das vezes distribuído entre todos os frascos de coleta, para garantir a homogeneidade das amostras em todos os frascos.

Notas: a) Sempre que for empregada uma mesma garrafa coletora em várias amostragens sucessivas em pontos diferentes, esta garrafa deve ser lavada com amostra do local antes de nova coleta, tendo-se o cuidado de não contaminar a água do local ao processar esta lavagem.

b) Evitar que a garrafa coletora toque o fundo, para não suspender o sedimento e conseqüentemente contaminar a amostra.

5.3.2.3 Amostragem de sedimento

Utilizar equipamento amostrador adequado (ver 5.1.2.2), de modo que:

a) seja mantida íntegra a disposição das camadas de sedimento, caso este fator interesse à análise;

b) o sedimento não seja lavado pela água durante a ascensão do equipamento coletor à superfície.

5.3.2.3.1 Antes de colocar o equipamento coletor na água, fixar a extremidade oposta do cabo ou corda em algum ponto firme da superfície. Quando o sedimento

coletado destinar-se à análise de metais, ter o cuidado de separar (não incluir na amostra) a porção que tenha tido contato com as partes metálicas do equipamento de coleta.

5.3.2.4 Casos específicos

Particularidades adicionais a serem observadas na coleta de amostras, visando parâmetros específicos, encontram-se relacionadas sob a forma de Nota, na Tabela 2.

5.3.3 Preservação da amostra

Devido à dificuldade em se analisar uma amostra imediatamente após a sua coleta, tornam-se necessárias técnicas de preservação, tais como controle de pH, adição

de reagentes químicos e refrigeração, que mantenham a amostra praticamente inalterada até o momento de seu exame em laboratório. Para casos específicos, consultar a coluna preservação das Tabelas 1 e 2. Estas técnicas se restringem apenas a retardar a ação biológica e a hidrólise de compostos químicos complexos, bem como a reduzir a volatilidade dos constituintes.

5.3.4 Transporte de amostras

A preservação adequada da amostra e o tempo-limite para o início do exame são fatores críticos para a obtenção de dados válidos, não devendo ser analisadas as amostras que não atendam as especificações relativas a estes dois aspectos (ver 4.1.2).

