






**AMOSTRAGEM**

**ECORIVER**

Isabel Moura  
2005

1



**Passos principais no processo analítico**

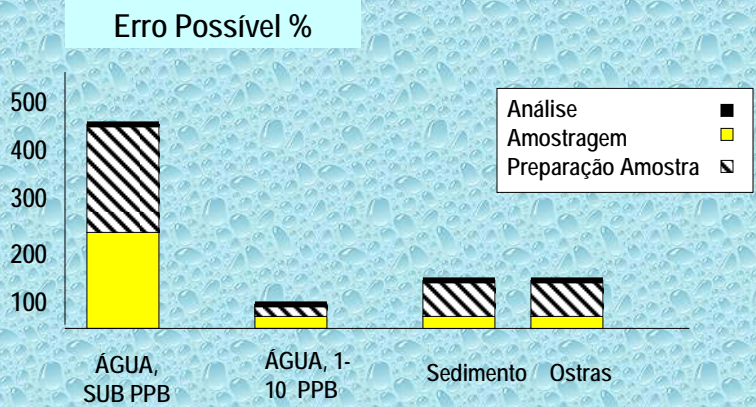
- Amostragem**
- Pré Tratamento da Amostra e Armazenamento**
- Tratamento da Amostra**
- Análise**
- Resultados**

2

**RESULTADOS ANALÍTICOS**

**PODEM DEPENDER  
Do método Analítico  
SÃO SEMPRE DEPENDENTES  
Do método de amostragem**

**Erros em monitorização ambiental**



Adaptado de: G.E.Batley, Marine Pollution, boletim,39(1990),31

## AMOSTRAGEM

**Definição:** Processo de seleccionar uma porção de material suficientemente pequeno em volume para ser transportado e manuseado convenientemente no laboratório, de modo a que seja verdadeiramente representativa de todo o ambiente amostrado

5

## AMOSTRAGEM Pontos Fundamentais



**A integridade da amostra deve ser mantida até ser analisada**

**As condições de recolha, transporte e armazenamento devem garantir a não alteração da amostra**

6

**As propriedades do parâmetro/s a analisar devem ser tidos em conta quando se planeia a amostragem**



**Biológicos/Microbiológicos  
/Orgânicos/Inorgânicos**

**Tipo de Matriz: Ar,  
água, sedimento, biota**

7

### **Plano de amostragem**

**Deve ser escrito:**

- Estimula sugestões e críticas;
- Evita más interpretações e problemas se houver mudança de técnicos de amostragem;
- Fornece directrizes e procedimentos para os técnicos de amostragem
- Fornece elementos para a Garantia da Qualidade

8

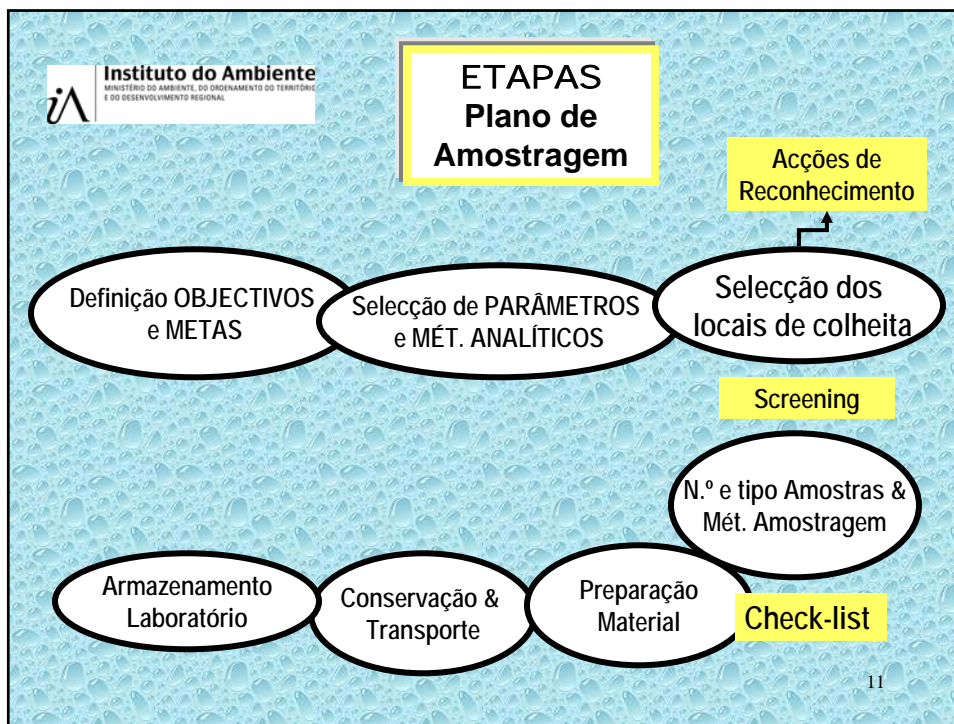
## Aspectos principais de um procedimento operacional de amostragem

- ☑ **Recolher amostras QUANDO, ONDE E COMO**
- ☑ **Equipamento de amostragem; incluindo a sua manutenção e calibração**
- ☑ **Recipientes; incluindo limpeza, conservação e armazenamento**
- ☑ **Critério para rejeição de materiais indesejáveis**

9

- ☑ **Procedimento de tratamento de amostras como: secagem, mistura/homogeneização, manuseamento antes das medições**
- ☑ **Procedimentos de subamostragem**
- ☑ **Conservação de registos das amostras como: etiquetagem, registos e informação auxiliar**
- ☑ **Requisitos de rastreabilidade**

10



**Instituto do Ambiente**  
MINISTÉRIO DO AMBIENTE, DO ORDENAMENTO DO TERRITÓRIO  
E DO DESENVOLVIMENTO REGIONAL

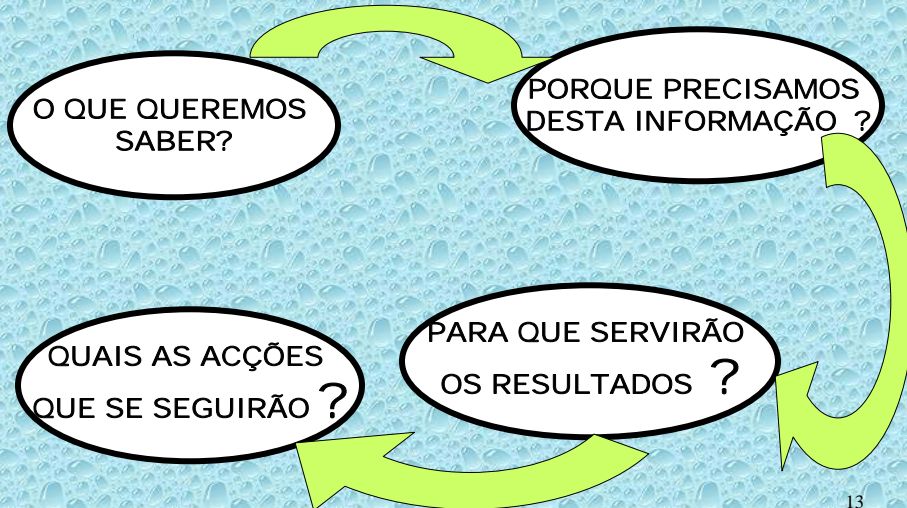
## OBJECTIVOS

Para testar a validade dos objectivos há que responder a questões chave como:

- ✓ qual a utilização que vai ser dada aos resultados obtidos
- ✓ quais as decisões que serão tomadas após se concluir a amostragem e o trabalho analítico

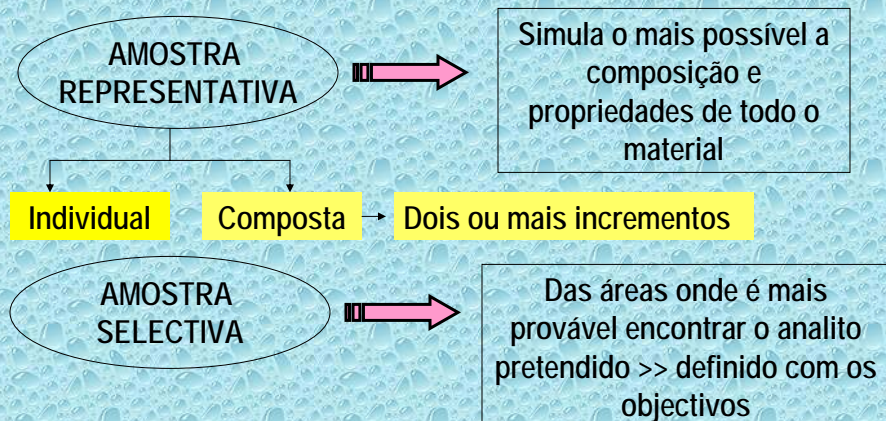
12

Plano de amostragem deve ser capaz dar **RESPOSTA** à seguintes questões

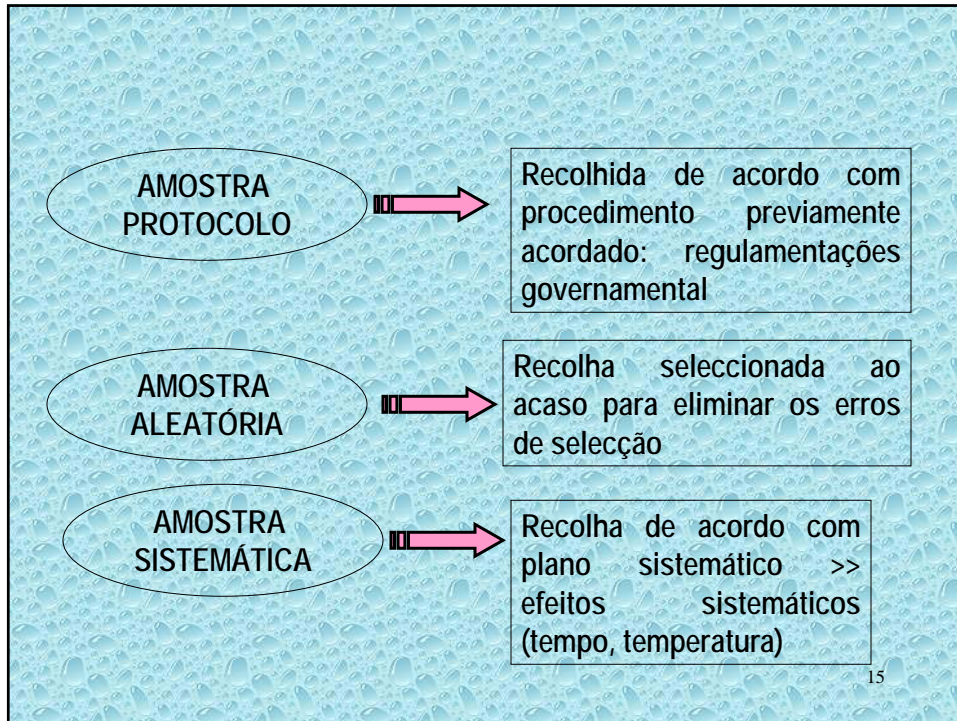


13

### Tipo de Amostras



14



**Instituto do Ambiente**  
 MINISTÉRIO DO AMBIENTE, DO ORDENAMENTO DO TERRITÓRIO  
 E DO DESENVOLVIMENTO REGIONAL

**AMOSTRA REPRESENTATIVA**

Aquela que mantém intacta todas as características do sistema global

Preferencialmente efectuar recolha directa

Ter atenção a:

- Selecção do local
- Matriz/Parâmetro
- Tipo de recipiente
- Condições de Transporte
- Condições de armazenamento
- Tempo de permanência

16

## AMOSTRAGEM

### ÁGUAS

**Quanto  
ao Tipo**



**Discreta/Pontual  
Compostas  
Integradas**

17

### Amostra Pontual

**É colhida da origem num determinado instante e é mantida como uma entidade independente num recipiente próprio**

**É representativa das características da origem no instante exacto da recolha**

**Manual  
ou  
Automática**

18

## Amostra Composta

É uma mistura de várias amostras simples colhidas no mesmo ponto de amostragem durante um período de tempo pré estabelecido

É representativa das características médias da origem amostrada durante esse período



Manual  
ou  
Automática



19

## Amostra Integradas

É uma mistura de amostras simples colhidas o mais simultaneamente possível em diferentes locais

Úteis para efectuar a avaliação da composição média de uma massa de água cujas características variam no perfil vertical e/ou horizontal



Manual ou  
com Equipamento  
específico

20

## QUANTO AO MODO

### AMOSTRAGEM

**Automático**



**Manual**



21

## Recolha MANUAL ou AUTOMÁTICA ?

### Depende de:

- ▷ Dificuldade de acesso ao local
- ▷ Duração da colheita
- ▷ Existência de corrente eléctrica
- ▷ Condições adversas
- ▷ Condições do caudal contínuo /intermitente
- ▷ Estratificação/existência de partículas em suspensão, pH, temperatura
- ▷ Tipo de análises
- ▷ Disponibilidade de meios e recursos humanos

22

## AMOSTRAGEM

**Quanto  
 ao  
 Método**



**Aleatória  
 Sistemática  
 Estratificada**



23

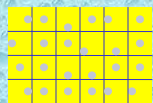
### Aleatória

**Seleção da amostra  
 completamente ao  
 acaso sem atender a  
 qualquer variação**



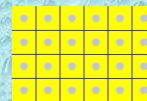
### Estratificada

**Seleção 1ª posição ao  
 acaso e estabelecer  
 distâncias/direções  
 fixas no perfil vertical**



### Sistemática

**Seleção 1ª posição ao  
 acaso e estabelecer  
 distâncias/direções  
 fixas**



24

## DENSIDADE & FREQUÊNCIA

Os intervalos de amostragem devem ser escolhidos com base na esperada frequência com que as modificações ocorrem.

☞ Número mínimo de amostras independentes que devem ser colhidas depende dos processos temporais que se pretendem investigar e na(s) variação(s) esperada para os componentes mais relevantes.

25

## Factores Chave para a selecção de uma estação de Amostragem de águas superficiais

Rios /  
Canais

- ↳ Acessibilidade
- ↳ Entrada e mistura de esgotos e/ou tributários
- ↳ Caudais/Turbulência
- ↳ Modificações marcantes nas características do sistema
- ↳ Tipos de margens, profundidade
- ↳ Estruturas físicas naturais e artificiais, p.ex: escarpas, estreitamentos, açudes, pontes, diques e barragens
- ↳ Condições no local

Coordenadas  
geográficas

26

### Quais os melhores locais para se efectuar a Recolha de Amostras?

- Efluentes de uma estação de tratamento antes e depois da confluência da saída com o meio receptor
- Águas c/pouca corrente (valas) ou esgotos que alimentam as águas residuais de uma estação de tratamento municipal ou industrial
- É prioritário a colheita de amostras a jusante da fonte poluidora em rios, lagoas, etc.. Se não for possível, efectuar a colheita de água em pequenos lagos ou lagoas situados nas proximidades

27

### Quais os melhores locais para se efectuar a Recolha de Amostras?

- Áreas contendo solo que está visivelmente manchado (áreas com potenciais derrames)
- Local em que haja qualquer mancha à superfície detectável pela presença de : descoloração, espuma, brilho, etc..

28

Quais os melhores locais para se efectuar a Recolha de Amostras?

### Águas Subterrâneas

Furos Municipais e Domésticos em locais situados antes de qualquer processo /tratamento

Poços em locais contaminados em pontos situados acima e abaixo do local suspeito de contaminação

29

Quais os melhores locais para se efectuar a Recolha de Amostras?

Zonas não homogéneas de rio /canal /riacho o mais adequado é a recolha de amostras na secção transversal a um nº de pontos e profundidades especificados

Zonas homogéneas de rio / canal o mais adequado é a recolha vertical de amostras integradas em profundidade

30

Quais os melhores locais para se efectuar a Recolha de Amostras?

**Pequenos Canais/ Rios/Riachos**

Recolher amostras no centro de massa da água.  
Ponto localizado a cerca de 60% de profundidade da massa de água na zona de máxima turbulência. A velocidade da colheita deve ser igual ou superior à velocidade média da água

31



Preferencialmente  
recolher as amostras  
directamente no  
recipiente em que vai  
ser transportado

**RECOLHA DE AMOSTRAS**

32



## MODO DE EFECTUAR A RECOLHA DE AMOSTRAS

Quando o contacto da amostra com o ar é de evitar (determinação de gases dissolvidos, substâncias que reagem com o ar, pH, condutividade), o recipiente deve estar cheio da amostra permitindo, no entanto, qualquer expansão por variações na temperatura

Quando houver necessidade de agitar a amostra antes dos ensaios (material em suspensão) não encher o recipiente completamente

Quando houver necessidade de congelar as amostra antes dos ensaios não encher o recipiente completamente para permitir qualquer expansão por variação no volume

35

## MODO DE EFECTUAR A RECOLHA DE AMOSTRAS

As amostras de água devem ser colhidas abaixo da superfície se a profundidade da água o permitir

PROCEDIMENTO

1. Retirar a tampa do recipiente, agarrá-lo perto da extremidade inferior baixá-lo de forma a mergulhar o pescoço do recipiente na água.
2. A seguir virá-lo para cima na direcção da corrente, com movimentos lentos para a superfície a afastar-se do colector.
3. Se não houver corrente (lago, lagoa, albufeira) o colector deve gerá-la puxando o recipiente horizontalmente a afastar-se do corpo do colector, ao mesmo tempo que o recipiente se enche.

36

## MODO DE EFECTUAR A RECOLHA DE AMOSTRAS

PROCEDIMENTO

- 4. Quando o recipiente estiver cheio, trazê-lo à superfície e fechar hermeticamente
- 5. Sempre que possível, encher o recipiente até escorrer para garantir a não existência de camada de ar à superfície da amostra quando a tampa for colocada.
- 6. Se não houver corrente (lago, lagoa, albufeira) o colector deve gerá-la puxando o frasco horizontalmente a afastar-se do seu corpo, ao mesmo tempo que o frasco se enche.

37

## MODO DE EFECTUAR A RECOLHA DE AMOSTRAS



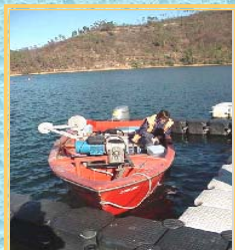
Zonas pouco profundas preferencialmente recolher as amostras manualmente, agitando o recipiente.

Procedimento em Pontes, Pilares, Zona Costeira, Cais:

- Ter quantidade de corda suficiente que permita alcançar a profundidade pretendida
- Prender a extremidade da corda a um local fixo permanente
- Garantir que as linhas de suspensão estão na vertical
- Adicionar pesos ao recipiente de colheita se necessário
- Garantir que o recipiente de colheita não bate no fundo

38

## MODO DE EFECTUAR A RECOLHA DE AMOSTRAS DE BARCO



Recolhas à superfície : devem ser efectuadas na direcção da corrente superficial do barco.

Recolhas em profundidade: Utilizar a garrafa de Van Dorn ou Niskins com cabo suficiente para atingir a profundidade pretendida e poder recolher um volume de água suficiente para os vários parâmetros a cada uma das profundidades desejadas.

**ATENÇÃO!!** Manter a garrafa sempre em posição fixa e na vertical.

39

## MODO DE EFECTUAR A RECOLHA DE AMOSTRAS LAGOS/ ALBUFEIRAS/LAGOAS

Localização preferencial

A variância temporal é menor que num rio/ canal existe uma maior variância espacial

↳ Próximo do centro da massa de água

↳ Profundidade mínima 10 metros para que haja estabilidade térmica e para evitar efeitos da linha da margem

Lagos de nascente - no local mais elevado da bacia, afastado das zonas agrícolas e áreas urbanas



40

## RECOLHA DE AMOSTRAS NA REDE DE DISTRIBUIÇÃO

As recolhas são influenciados por:

- ✓ Condições do sistema de distribuição
- ✓ Configuração
- ✓ Estado de Higiene

41

## RECOLHA DE AMOSTRAS NA REDE DE DISTRIBUIÇÃO

- ✓ Garantir que a sujidade exterior não contamina a amostra
- ✓ Se for necessário limpar adequadamente
- ✓ Deixar correr água no mínimo 5 min.
- ✓ Recolher a amostra de acordo com o protocolo



42

## RECOLHA DE AMOSTRAS PARA MICROBIOLOGIA



Deixar correr  
água durante  
5-10 min



Flamejar a  
torneira com  
maçarico



Destapar o  
mínimo o frasco  
e encher



Tapar  
imediatamente  
o frasco e  
rolhar bem

43

## RECOLHA DE AMOSTRAS para COMPOSTOS ORGÂNICOS

Em Geral:

Usar recipiente de VIDRO ESCURO encher completamente, tapar com papel de alumínio e fechar hermeticamente.

Para Compostos Voláteis usar "vials" de vidro, a rolha com septo em silicone

Encher completamente, sem borbulhar e sem haver formação de bolhas de ar. Fechar ao abrigo do ar.

Recolher em zonas  
de baixa turbulência

44

## Recolha de Amostras para METAIS

### Metais Totais

Encher o frasco completamente e adicionar ácido nítrico até pH<2

### Metais Dissolvidos

Filtrar no local com membrana filtrante 0,45 µm e adicionar ácido nítrico até pH<2 ao filtrado

### Metais Particulados

Guardar a membrana usada na filtração em caixa e refrigerar

45

## Recolha de Amostras para MACROCONSTITUINTES

### OD / CBO / CQO

Encher completamente o frasco sem formação de bolhas de ar e rolar bem.

Para o CQO e OD e adicionar conservantes imediatamente após a colheita.

### Restantes Parâmetros

Encher completamente o frasco e preservar quando necessário

46

## Recolha de amostras para ENSAIOS ECOTOXICOLÓGICOS

Usar recipientes de vidro ou plástico encher completamente, tapar com parafilme e roscar bem.

Analisar no prazo máximo de 48 h mantendo a amostra refrigerada. Caso não seja possível cumprir este prazo congelar a amostra e analisar no prazo máximo de 2 meses

47

## Recolha de amostras para ENSAIOS BIOLÓGICOS

**FITOPLÂNCTON** Usar recipiente de plástico opaco não encher completamente, para permitir a adição do conservante e a agitação da amostra antes de analisar. Roscar bem.

Analisar no prazo máximo de 48 h mantendo a amostra refrigerada.

Caso não seja possível cumprir este prazo adicionar LUGOL 0,3 mL/ 100mL amostra.

48

## Recolha de amostras para ENSAIOS BIOLÓGICOS

### CLOROFILA<sub>a</sub> / FEOPIGMENTOS

Usar garrafa termo encher completamente. Fechar hermeticamente.

Iniciar o ensaio no prazo máximo de 24 h mantendo a amostra refrigerada.

49

## SITUAÇÕES A EVITAR :

### RECOLHAS

- ↳ Á superfície
- ↳ Próximo do fundo
- ↳ Nas Margens
- ↳ Em Áreas estagnadas
- ↳ Em zonas de muita turbulência

Recolher amostras após uma forte chuvada. A quantidade elevada de chuva diluirá principalmente nos pequenos reservatórios a concentração dos químicos presentes.

50

## CONDIÇÕES CLIMATÉRICAS:

A amostragem em águas deve ser preferencialmente feita em dias frescos ou frios porque os químicos se degradam mais rapidamente em condições de calor

### Preferencialmente

No Verão efectuar a recolha de amostras de manhã cedo e nos meses de Inverno a meio da tarde

51

## Quantas Amostras

O nº e tipo de amostras a colher dependerá de:

- Dimensão do sistema
- Profundidade
- Descargas
- Quantidade de matéria em suspensão
- Vida aquática existente

52

## VOLUME DE AMOSTRA

Depende:

- N.º parâmetros a determinar
- Método a usar
- Concentração expectável

Deve ser suficiente para realizar ensaios e repetições

53

## MATERIAL de COLHEITA

A escolha do recipiente depende da matriz e do parâmetro

- ↘ Recipientes com menor entrada de ar
- ↘ Recipientes reduzam entrada luminosidade



54

## RECIPIENTES

NÃO DEVEM gerar  
ou DEVEM reduzir  
ao mínimo



- CONTAMINAÇÃO
- PERDAS



MAIOR IMPORTÂNCIA

- Baixas Conc.
- Depende Analito

55

## RECIPIENTES

- ✓ VIDRO (Muito Frágil e Pesado)
- ✓ PLÁSTICO (Pode Reagir Com Solventes Orgânicos)
- ✓ TEFLON, PFA

56

## DESCONTAMINAÇÃO DO MATERIAL DE COLHEITA

O procedimento de descontaminação  
depende do método / parâmetro

É fundamental garantir a ausência de  
qualquer tipo de contaminação

57

## Macroconstituíntes

PARÂMETROS:

Sólidos Suspensos Totais, Cor, Cheiro, Turvação

pH, Alcalinidade ( $\text{HCO}_3^-$ ), Condutividade

Oxigénio Dissolvido (OD),  $\text{CBO}_5$ , CQO

Nitritos ( $\text{NO}_2^-$ ), Nitratos ( $\text{NO}_3^-$ ), Cloretos ( $\text{Cl}^-$ ), Sulfatos ( $\text{SO}_4^{2-}$ )

Cianetos ( $\text{CN}^-$ ), Fluoretos ( $\text{F}^-$ ), Fósforo (P), Fosfatos ( $\text{P}_2\text{O}_5$ )

Sulfuretos ( $\text{S}^{2-}$ ), Fenóis

58

## Recipientes de recolha para Macroconstituintes

**Plástico/Vidro**



59

## Recipientes recolha para METAIS

**Plástico**

**METAIS**

**Polipropileno /  
Polietileno de alta  
densidade**

**Vidro**

**MERCÚRIO**

**Escuro**



60

## Material para recolha de Microbiologia

Coliformes Fecais e Totais  
E. Coli /Estreptococos  
Nº Colónias  
Salmonela



61

## Material para recolha de amostras para ensaios **ECTOXICOLÓGICOS**

Plástico/Vidro



- V. Fisheri
- D. Magna
- L. Minor
- p. subcapitata
- T. platyurus

62

### Material para recolha de amostra para ensaios BIOLÓGICOS

Plástico  
Opaco/Garrafa  
Termo

- Clorofila\_a / Feopigmentos
- Fitoplâncton



63

### Material para recolha COMPOSTOS ORGÂNICOS

- Compostos Orgânicos Volácteis e Semi Volácteis
- Hidrocarbonetos Policíclicos Aromáticos
- Pesticidas
- Trihalometanos



64

## ETAPAS DE PREPARAÇÃO DO MATERIAL

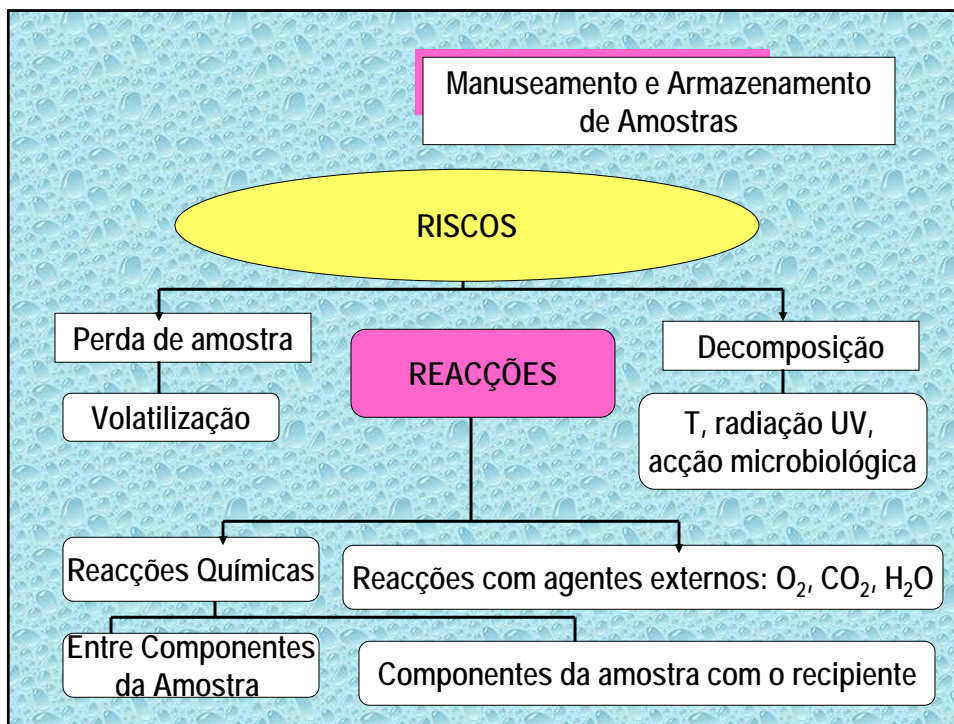
- ↙ Verificação do estado de todos os instrumentos de recolha se for caso disso (amostradores automáticos ou manuais)
- ↙ Separação dos recipientes de acordo com os parâmetros a analisar
- ↙ Identificação inequívoca dos recipientes
- ↙ Preparação de material auxiliar diverso (pipetas, esguicho, fitas pH, sist. Filtração, papel alumínio, parafilm)
- ↙ Preparação de soluções conservantes
- ↙ Meios de protecção pessoal (luvas, botas, etc.)
- ↙ Caixas térmicas com termoacumuladores
- ↙ Meios de limpeza (água, papel)
- ↙ Acomodação dos recipientes nas caixas térmicas

65

## ETAPAS DE PREPARAÇÃO DO MATERIAL

- ↙ Preparação de caixa térmica com material suplente
- ↙ Verificação instrumentos portáteis/calibrar se necessário
- ↙ Documentação necessária (caderno de registos, etiquetas, caneta, boletins de campo)

66



**Instituto do Ambiente**  
 MINISTÉRIO DO AMBIENTE, DO ORDENAMENTO DO TERRITÓRIO  
 E DO DESENVOLVIMENTO REGIONAL

**Como minimizar as reacções químicas**

É fundamental retardar processos de alteração dos constituintes das amostras

- Protegendo as amostras da exposição a agentes externos
- Pela adição de conservantes
  - Reduzindo a decomposição da amostra alterando o pH, as condições redox, a solubilidade
  - Convertendo as espécies existentes em outras mais estáveis

68

## Métodos de Conservação

Ajuste pH Adição de ácido a pH <2 diminui a actividade biológica e química prevenindo também a floculação de metais e a sua adsorção às paredes do recipiente que contém a amostra Adição de base até pH > 10 retarda a actividade biológica e impede a volatilização de compostos voláteis (HCn, H<sub>2</sub>S)



Adição de outros Conservantes químicos Para inibir a actividade biológica, estabilizar compostos (NaOH e Acetato de zinco) e fixar compostos (OD e Sulfuretos)

69

## Como minimizar as reacções químicas

**A  
T  
E  
N  
Ç  
Ã  
O**

Os conservantes não devem interferir com as medições analíticas subsequentes

IDEALMENTE OS ENSAIOS devem ser realizados o mais rápido possível

Manter as amostras a temperaturas baixas  
(4 °C a -19 °C)

70

Quanto menor o período de tempo decorrido entre a colheita e a análise mais os resultados se aproximam do valor real

Refrigeração a 4°C na ausência de luz dificulta a actividade biológica. Usado isoladamente para períodos de armazenamento não superiores a 24 horas.

Congelação a -20°C mais efectivo para períodos de armazenamento superiores a 24 horas, apenas para alguns parâmetros (não aplicável p/ na. Microbiológicas e SST)

71

**RISCOS DE  
VOLATILIZAÇÃO**

Analitos com elevada pressão de vapor

Orgânicos Voláteis

Gases Dissolvidos (HCN, SO<sub>2</sub>)

**Recomendação**  
(Evitar camada de ar)

- Encher completamente o recipiente
- AMOSTRAS SÓLIDAS com camada superficial de líquido
- 4°C

72

## RISCOS DE CONTAMINAÇÃO

Adsorção de gases da atmosfera

- ▶ O<sub>2</sub> pode oxidar espécies
- ▶ CO<sub>2</sub> pode alterar pH ou condutividade

BRANCOS são usados para detectar potenciais fontes de contaminação durante a amostragem e transporte até ao laboratório

73

## Transporte & Armazenamento

Deve-se garantir a não degradação e contaminação da amostra

**Factores a ter em atenção:**

↘t Temperatura  
Luminosidade  
Humidade  
Recipiente  
Tempo



74

## Identificação das Amostras

A identificação deve ser indelével e fixada aos recipientes

A identificação tem de ser inequívoca

- ↙ Designação do Local
- ↙ Profundidade
- ↙ Data e Hora da recolha
- ↙ Tipo de Amostra (simples ou composta)
- ↙ Tipo de conservação
- ↙ Parâmetros a analisar
- ↙ Observações

75

## LISTA GERAL DE MATERIAL

### Material de Apoio

**Boletim de Campo/caderno**  
**Etiquetas**  
**Marcadores/lápis/esferográfica**  
**Recipientes suplentes**  
**Caixas térmica/acumuladores**



76

## INFORMAÇÃO DE CAMPO



### Parâmetros no Local

**pH**  
**Transparência**  
**Temperatura**  
**Condutividade**  
**Oxigénio Dissolvido**



**ANOTAR OBSERVAÇÕES  
VISUAIS SIGNIFICATIVAS**

### AMOSTRAS LÍQUIDAS

- Turvação
- Materiais á superfície
- Manchas
- Coloração
- Condições Atmosféricas

77

## Informação Campo Fundamental para

**Planear Ensaios**

**Seleccionar  
Método Adequado**



**Seleccionar  
Tipo de Pré  
Tratamento  
Amostra**



78

## FONTES DE ERRO NA AMOSTRAGEM

### Estádio da Amostragem (tomada de decisão)

- ✓ Definição e subdivisão do campo
- ✓ Método de Amostragem
- ✓ Nº de Amostras

### Possíveis fontes de Erro:

Heterogeneidade das amostras;  
alterações espaciais/temporais dos poluentes: "hot spots"

Sem representatividade estatística, desvios na distribuição, contaminação ou perda de analito

Poucos replicados, ausência de representatividade

79

## FONTES DE ERRO NA AMOSTRAGEM

### Estádio da Amostragem (tomada de decisão)

- ✓ Massa de Amostra
- ✓ Momento de Amostragem

### Possíveis fontes de Erro:

Ausência de representatividade

Modificações sazonais.  
Condições climáticas

80

## Estádio da Amostragem (tomada de decisão)

## Possíveis fontes de Erro:

### AMOSTRAGEM

- ✓ Condições Experimentais
- ✓ Recipientes
- ✓ Armazenamento durante amostragem

Efeitos de matriz, lixiviação ou depósitos irreprodutíveis

Contaminação ou extracção pelo equipamento ou material do recipiente, volatilização

Contaminação ou Perdas por volatilização, reacções químicas (modificação de espécies)

81

### CONTROLO DA QUALIDADE EM AMOSTRAGEM

➤ Brancos de campo – Preparar 2 recipientes adicionando um volume de água ultra pura que simule a amostra. Recipiente 1 fica no Lab. Recipiente 2 é transportado para o campo. O conteúdo do Recipiente 2 é subdividido em duas subamostra. Sub amostra A é tratada como a amostra real, Sub amostra B devolvida intacta ao laboratório.

➤ Amostras Fortificadas - Preparar 2 recipientes com um volume de água ultra pura que simule a amostra. Adicionar uma quantidade conhecida de analito. Recipiente 1 fica no Lab. Recipiente 2 é transportado para o campo. O conteúdo do Recipiente 2 é subdividido em 2 subamostras. Sub amostra A é devolvida intacta ao laboratório, Sub amostra B é tratada como a amostra real.

82

## Validação da amostragem

Um método considera-se validado quando todos os passos do processo são adequados e os meios de medição estabelecidos estão controlados estatisticamente e produzem resultados fiáveis.

Formas de o fazer são p. ex.:

- ❖ estudos de intercomparação
- ❖ comparação com amostras de referência
- ❖ recolha de amostras em locais de referência

83

## Normas/ Bibliografia

### Normas: ISO 5667 1-18

#### Bibliografia:

- √ General Principals of Good Sampling Practice , Crosby, Neil T. & Patel Indu, VAM, 1995
- √ Waste water Sampling for process and Quality Control, Manual of Practice n.º OM-1, Water environment Federation, 1996
- √ Quality Assurance in Environmental Monitoring – Sampling & Sample Pretreatment, Quevauviller, P., 1995

84

**ATENÇÃO**

Mesmo que a amostragem não faça parte das tarefas do Laboratório



O pessoal do Laboratório deve pelo menos estar informado sobre os métodos de amostragem e devem estar envolvidos no processo de amostragem



**AMOSTRAS QUE NÃO FORAM DEVIDAMENTE COLHIDAS NÃO DEVEM SER ANALISADAS**

85

**CONCLUSÕES**

- ❖ A AMOSTRAGEM é o primeiro passo em que é requerida a Garantia da Qualidade
- ❖ Incertezas relativamente á amostragem são com frequência ignoradas:
  - Recolha de amostra
  - Recipientes
  - Condições de amostragem e transporte
- ❖ Uma amostragem mal planeada dá origem a conclusões erradas
  - Torna o trabalho de Laboratório inútil

86



# SEDIMENTOS

87



## SEDIMENTO/ SOLO

**Quantidade de Amostra** – A porção a recolher deve ser representativa da totalidade do sistema que está a ser amostrado

Quando o sistema é relativamente homogéneo os pontos de recolha podem ser bastante espaçados

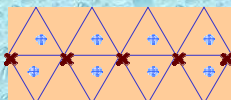
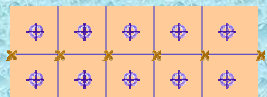
Quando o sistema é heterogéneo devem ser maior a densidade dos pontos de recolha



88

## Quantas Amostras ?

A área é dividida em séries de quadrados ou triângulos e os pontos de colheita marcados ou no centro de cada unidade ou no ponto de intercessão de cada unidade



O n° de amostras a colher deve ser tal que permita obter o menor erro possível

## Material para recolha de SEDIMENTOS



## Material para recolha de SEDIMENTOS



91

## LISTA GERAL DE MATERIAL

### SEDIMENTOS



Recipientes Vidro/Plástico(frasco /saco)  
Draga com cabo  
Pás P/M  
Bidão com água ultra pura  
Luvas  
Papel Absorvente



92

## INFORMAÇÃO DE CAMPO



### ORGANISMOS VIVOS:

- **Mortos**
- **Moribundos**
- **Aspecto ( brânquias colmatadas)**

### AMOSTRAS SÓLIDAS

- **Cor**
- **Homogeneidade**
- **Permeabilidade (solos)**



93

## Caracterização Química

ORGÂNICOS

Pesticidas  
Compostos Fenólicos  
PAH's – Hidrocarbonetos  
Policíclicos Aromáticos  
COV's – Compostos  
Orgânicos Volácteis, etc.

Quantificação  
de  
Compostos

INORGÂNICOS

Metais  
Nutrientes (Compostos de  
azoto e fósforo)  
Compostos Oxigénio  
Aniões, etc.

94

## COMPOSTOS ORGÂNICOS

A maioria dos compostos orgânicos são de origem antropogénica e são considerados tóxicos para os seres vivos

Designadamente: Trihalometanos, Herbicidas, PAH's, VOC's, entre outras famílias

95

## COMPOSTOS INORGÂNICOS

Muitos dos compostos inorgânicos são de origem natural e são essenciais para os seres vivos

Existem outros que resultam da actividade antropogénica (urbana e industrial) e que são considerados tóxicos para os seres vivos, designadamente: cianetos, mercúrio, crómio, níquel, chumbo, cádmio, entre outros.

96



A quantificação dos COMPOSTOS ORGÂNICOS é efectuada por métodos cromatográficos sendo inúmeras as técnicas usadas, dependendo do tipo de compostos que se pretendem analisar.

97



Os METAIS são quantificados por métodos espectroscópicos e as técnicas usadas dependem da gama e características químicas dos elementos a determinar.

98

Os Aniões, Nutrientes e Compostos de Oxigénio, etc. podem ser quantificados por vários métodos dependendo da espécie em causa e da gama de concentrações, como p. ex. electroforese, espectrofotometria de absorção molecular, volumetria, titrimetria, etc..

Actualmente muitos dos métodos clássicos foram substituídos por analisadores automáticos e sistemas robotizados

