



1. OBJETIVO

Estabelecer os procedimentos para amostragem, envolvendo a colheita, coleta, envio e preservação de amostras.

2. DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA

Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017

Manual de Coleta de amostras de produtos de origem animal, MAPA, 5ª versão. Setembro/2020
Standard Methods for Examination of Water and Wastewater, 24ª Editions. 2023.

3. RESPONSABILIDADES

3.1. Gerente Físico Química

3.2. Gerente Microbiologia

3.3. Gerente da Qualidade

3.4. Coletador

4. PROCEDIMENTOS

A colheita da amostra constitui a primeira fase do ensaio do produto, isto quer dizer que a amostra deve ser tão bem feita e padronizada para que ao final, ela represente fielmente o todo da qual foi retirada. A importância que a amostragem tem no processo analítico é imensa pois, se mal realizada pode comprometer todo o teste analítico.

O coletador deve estar treinado e familiarizado com os procedimentos de referência e as boas práticas que tratam de amostragem. Precisam estar atentos à todas as precauções para evitar danos e contaminações, para isto o laboratório possui um plano e um método de amostragem, disponibilizados no sistema Chemical.

4.1. Método de amostragem

O método de amostragem deve abordar os fatores a serem controlados, para assegurar a validade dos resultados dos ensaios subsequentes. Como a seleção de amostras ou locais, o plano de amostragem, a preparação e o tratamento de amostras.

4.1.1. Seleção de amostras ou locais

As amostras, os locais e a quantidade a serem coletados são especificados no plano de amostragem, o qual deverá ser elaborado juntamente com a proposta comercial e/ou contrato do cliente, tendo validade enquanto não houver alteração contratual. Caso acontecer alterações, um novo plano deve ser elaborado.



4.1.2. Plano de amostragem

O Plano de Amostragem está descrito no sistema CHEMICAL, disponível no computador portátil-tablet, deverá conter todas as informações referente ao cliente e ao planejamento de coleta. Ao realizar a coleta é de extrema importância que o plano esteja de acordo com o **FORM. 105 - Registro de visita/ Coleta de amostra** e/ou **FORM. 122 - Registro de coleta**, os quais deverão ser preenchidos com informações adicionais da coleta.

4.1.3. Preparação e tratamento de amostras

4.1.3.1. Higienização das mãos

- Lavar as mãos e antebraços usando água e sabonete líquido.
- Higienizar as mãos com solução de álcool 70%.
- Usar luvas descartáveis
- Nas coletas de mesma matriz higienizar as luvas com álcool 70%.
- Fazer a troca das luvas na coleta de matrizes distintas.



4.1.3.2. Recipientes para coleta

Os recipientes utilizados nas coletas devem ser etiquetados com o número de cadastro do cliente gerado no sistema Chemical.



PROCEDIMENTO PARA COLHEITA, COLETA, ENVIO E PRESERVAÇÃO DE AMOSTRAS

Identificação: POP 007
Revisão: 15
Emissão: 02/2024

As embalagens utilizadas devem ser transparentes, permitindo a identificação do seu conteúdo sem a necessidade de abri-las, de forma que as informações de identificação da amostra e rótulo possam ser conferidas no momento da recepção no laboratório.

Para a colheita de amostra de água, utilizar recipientes adequados, limpos e/ou estéreis, frascos de âmbar, transparentes ou de plástico.

Não abrir o frasco até o momento da colheita e evitar que a tampa entre em contato com qualquer objeto.

Amostras que chegarem ao laboratório em embalagem inadequada, com vazamentos, indícios de contaminação ou indícios de violação somente serão testadas após conhecimento e aprovação do cliente, para isto, deverá ser enviado o **FORM. 044 - Termo de autorização para recepção de amostras fora de padrão** para preenchimento e assinatura.

Os dados da coleta e equipamentos utilizados in loco deverão ser registrados no **FORM. 105 - Registro de visita/ Coleta de amostra** e/ou **FORM. 122 - Registro de coleta**, quando realizada pelo laboratório

4.1.3.3. Quantidade mínima para ensaio

As amostras devem chegar ao laboratório em quantidade mínima necessária ao seu preparo e análise, conforme disposto na Tabela 1.

Quando a quantidade unitária do produto embalado não atingir o mínimo aqui estabelecido, deverão ser coletadas tantas embalagens quantas necessárias para obter-se a quantidade mínima estabelecida. Neste caso, o responsável pela coleta deve assegurar que todas as embalagens pertençam ao mesmo lote e partida, a fim de serem mantidas as características de homogeneidade da amostra.

Matriz	Quantidade mínima
Água – Microbiologia (Coliformes totais, E. coli e Bactérias heterotróficas)	110 mL
Água – Microbiologia (Purificada)	350 mL
Água – Microbiologia (Potável completa)	500 mL
Água – Físico-químico (Potabilidade)	500 mL
Leite e produtos lácteos sólidos	400g
Leite e produtos lácteos líquidos	1000 mL
Mel	250g
Ovos e derivados	100g ou 100 mL
Carnes e produtos cárneos	500g
Pescados e derivados	500g

Tabela 1 – Relação Matriz e quantidade mínima de amostra.



4.1.3.3.1. Bolsa estéril para coleta

Identificar a amostra na área tarjada, destacar a parte superior para abrir a embalagem, usar as abas de abertura para abrir sem contaminação. Colocar a amostra na bolsa, segurar a bolsa pelas abas e girar para selar ou dobrar as abas para fechar. Dobrar as pontas das abas para um fechamento seguro ou juntar as pontas da aba e torcer com força.



Figura 1 – Demonstração da utilização da embalagem para coleta

4.1.3.2.2. Frasco estéril com tiosulfato de sódio

Identificar a amostra na embalagem. Abrir o frasco rompendo o lacre, colocar a amostra até a demarcação de 100 mL indicada no frasco. Tampar o frasco e fechar com o lacre.



Fig. 2 – Demonstração da utilização do frasco estéril com tiosulfato de sódio

4.1.3.4. Ensaio físico-químico

Para amostras de efluentes o período entre coleta e início dos ensaios e preservação do frasco estão descritos no Anexo I.

Preencher o **FORM. 083 - Controle de preparo de frascos para coleta**, para cada preparo de kits de coletas. O número do lote do kit será fixado na frascaria e nos registros de coleta.

4.1.3.5. Ensaio microbiológico

Para os ensaios microbiológicos de água, usar frascos comerciais ou preparados no laboratório, preservados com **tiosulfato de sódio**.

4.1.4. Acondicionamento e remessa de amostras

- As amostras de alimentos devem ser acondicionadas em recipiente isotérmico com gelo e mantidas de 2°C a 8°C. A temperatura deste recipiente é controlada e registrada no **FORM. 107 – Controle de temperatura – Coleta** e **FORM. 097 - Controle do branco de campo**.



- Amostras de águas e swabs devem ser acondicionadas em recipiente isotérmico refrigerado durante a coleta. Durante o transporte a temperatura deve ser mantida e controlada de 2°C a 8°C e registrada no **FORM. 107 – Controle de temperatura – Coleta** e **FORM. 097 - Controle do branco de campo**.
- Caso não seja possível armazenar a amostra de água refrigerada, o tempo entre a colheita, o recebimento no laboratório e o início do ensaio não deverá exceder 24 horas para águas tratadas (cloradas), 12 horas para águas não tratadas (não cloradas) e 6 horas para águas brutas.



Figura 3 - Sugestão de acondicionamento de amostras refrigeradas e congeladas. Deve-se garantir que não haja contato direto com a amostra.

- A embalagem que condiciona a amostra deve estar íntegra, sem indícios que possam comprometer as características originais da amostra e sem sinais de violação;
- Deve ser protegida contra contaminação.
- A temperatura de armazenagem da amostra não pode alterar a microflora;
- A refrigeração deve ser suficiente para evitar a destruição ou o crescimento de microrganismos;
- As amostras coletadas congeladas devem ser mantidas nesse estado;
- Sempre que possíveis tais amostras devem ser enviadas em sua embalagem original, para evitar modificações em suas características;
- Após o recebimento, as amostras deverão ser estocadas adequadamente até o momento da análise.
- As amostras refrigeradas perecíveis deverão ser analisadas em um período máximo de 24 horas; as congeladas deverão ser mantidas a -18 °C, no mínimo, por período não superior a 7 dias.



- Amostras não perecíveis deverão ser estocadas em lugar fresco e protegidas de umidade, e analisadas em um prazo máximo de 3 dias.

4.1.5. Colheita

4.1.5.1. Água de torneiras

- Limpar a parte externa da torneira;
- Deixar correr a água durante 2 a 3 minutos. Interromper o fluxo de água;
- Passar solução de álcool 70% ou Ácido Peracético a 0,03%;
- Deixar correr um filete pouco intenso de água;
- Retirar a tampa do frasco com cuidado e colher a capacidade delimitada no frasco;
- Fechar o frasco de maneira a não ocorrer vazamento. Pode-se vedar com fita adesiva;
- Colocar o recipiente com a amostra dentro da caixa isotérmica de coleta;
- Acondicionar sob refrigeração (2 a 8 °C) até a entrega no laboratório;

No caso de amostras colhidas em embalagem estéril, seguir as instruções do fabricante.

4.1.5.2. Poços artesianos e semi artesianos

Utilizar uma torneira colocada no conduto ascendente do poço (torneira de descarga). Deixar a água correr durante 5 minutos e diminuir a vazão para colheita.

Proceder como 4.1.5.1

4.1.5.3. Reservatórios

- Utilizar o próprio frasco de colheita usando uma pinça de braços longos;
- Na impossibilidade desta opção, utilizar um frasco ou balde de metal com capacidade adequada, previamente higienizada com álcool 70%;
- Submergir o frasco ou balde na água;
- Verter a água colhida para frasco estéril;
- Fechar o frasco;
- Acondicionar sob refrigeração (2 a 8) °C até a entrega no laboratório;

No caso de amostras colhidas em embalagem estéril, seguir as instruções do fabricante.

4.1.5.4. Rios, lagos e vertentes

- Tomar o cuidado de não abrir a tampa do frasco antes do momento da colheita;
- Submergir o frasco a uma profundidade de aproximadamente 20 cm, tomar o cuidado de dirigir a boca do frasco em sentido contrário à corrente, caso não seja possível utilizar um balde para a coleta;



- Abrir a tampa do frasco embaixo d'água e deixar a água ocupar 2/3 do seu volume ou com uso do balde colocar a quantidade delimitada no frasco;
- Fechar a tampa do frasco ainda submerso ou imediatamente após o preenchimento do frasco;
- Acondicionar sob refrigeração até a entrega no laboratório.

4.1.5.5. Alimentos produzidos sem embalagens individuais

- Completar 500g ou a capacidade da embalagem estéril;
- As amostras oficiais são identificadas com a cinta e/ou lacre de identificação destacável da Solicitação Oficial de Análise (SOA), protegida por plástico para evitar danificações.

4.1.5.6. Alimentos comercialmente estéreis

- Colher aleatoriamente três amostras do mesmo lote e identificar.

4.1.5.7. Alimentos produzidos ou embalados em peças de grande volume ou peso

Pode ser realizado o fracionamento, desde que o mesmo seja realizado em condições assépticas com toda a responsabilidade por qualquer alteração da mesma.

- Colocar o alimento em ambiente limpo, livre de poeira e de correntes de ar;
- Limpar externamente a embalagem usando solução de álcool 70%;
- Utilizar luvas descartáveis;
- Abrir a embalagem com auxílio de tesoura ou bisturi estéril. Tomar cuidado para não contaminar o produto através de contato com as mãos, superfícies ou qualquer objeto não estéril;
- Transferir para saco plástico estéril ou para frasco estéril porções de diversos pontos do alimento até totalizar 500g ou capacidade do saco plástico estéril;
- Imediatamente após a colheita fechar cuidadosamente o saco plástico ou frasco;
- Identificar a amostra com dados originais da embalagem (lote, data de fabricação, data de validade).

Não devem ser analisadas pelo laboratório, as amostras recebidas em desacordo com quaisquer dos itens estabelecidos nesta norma.

4.1.5.8. Efluentes

Para efluentes poderão ser realizadas coletas do tipo simples ou composta, conforme a necessidade do cliente.

4.1.5.8.1. Coleta simples

Revisado por: Janine Freitas	Aprovado por: Fúlvia Arantes	Folha: 7/12
------------------------------	------------------------------	-------------



A coleta simples é definida como uma única colheita de amostras.

Deve seguir as seguintes instruções:

- Realizar uma pequena amostragem em jarra para as determinações de campo necessárias;
- Para as amostras referentes aos ensaios de físico-química colherem frascos de coleta adequados conforme anexo I.
- Para as amostras referente aos ensaios de microbiologia colherem frascos estéreis.

4.1.5.8.2. Coleta composta

A coleta composta é definida pela colheita de várias porções, compondo uma amostra total dentro de um período.

Coletar a amostra a cada hora, por um período aproximado de 5 horas ou de acordo com a vazão do efluente, procedendo da seguinte forma:

- Coletar a primeira amostra em jarra e realizar as determinações de campo (pH, umidade e temperatura);
- Colocar a amostra coletada dentro de um balde ou bombona. A cada hora seguinte, proceder a coleta da mesma maneira, realizando as verificações em campo antes de misturar com a amostra já coletada;
- Anotar no **FORM. 122 - Registro de coleta** a cada fração coletada as determinações de campo realizadas (pH, umidade e temperatura), bem como a data e horários das amostragens;
- Ao final do período, homogeneizar a amostra e transferir para os frascos adequados conforme Anexo I.
- Rotular os frascos com suas respectivas identificações;
- Se for solicitada ensaios de DBO, Óleos e Graxas ou microbiológicos, retirar uma amostra simples para estas análises, de uma das frações durante o período de coleta (recomenda-se na porção intermediária) e não da amostra que foi homogeneizada no final do período.

4.1.5.9. Monitoramento ambiental

Salas limpas e ambientes associados controlados devem fornecer o controle de contaminação a níveis apropriados para a realização de atividades sensíveis à contaminação, este controle é realizado pelo monitoramento ambiental.

4.1.5.9.1. Amostragem passiva de ar (placas de sedimentação)

O método utilizado na coleta são placas de ágar não seletivo, específico para bactérias e fungos ou meios comerciais similares, por exemplo Petrifilm.

- Deixar as placas expostas no ambiente por 15 minutos, ou conforme proposta comercial;



- A quantidade de placas e os pontos são definidos pelo cliente na proposta comercial;
- Para coletas realizadas em indústrias farmacêuticas, laboratórios, hospitais e clínicas são utilizadas placas de ágar caseína de soja e ágar Sabouraud;
- Para coletas realizadas em indústrias de alimentos são utilizadas placas de Petrifilm ou placas com ágar, de acordo com a proposta comercial e/ou contrato.

4.1.5.9.2. Petrifilm

- As placas de Petrifilm devem ser hidratadas no setor de análises, com 1 mL de solução de água peptonada;
- Aplicar difusor para espalhamento;
- Deixar em temperatura ambiente de 30 minutos a 1 hora para gelificação do meio;
- Após hidratadas as placas podem ser mantidas refrigeradas por até 14 dias (contagem de bactérias) e 7 dias (bolores e leveduras);
- Sem tocar a área circular que foi hidratada levantar o filme superior;
- Expor a placa no ambiente por 15 minutos ou conforme proposta comercial.

A coleta deve ser realizada conforme imagem abaixo:



Fig. 4 – Demonstração do procedimento de hidratação, colheita e incubação para amostras de swab.



4.1.5.9.3. Swab

No monitoramento ambiental é importante incluir a amostragem de superfícies que não sejam planas ou são de difícil acesso, uma vez que estas áreas podem ser mais difíceis de limpar e desinfetar, como a fim equipamentos e estruturas. O monitoramento pode abranger também a amostragem de pessoal, como: mãos, vestimentas e luvas, para verificar a eficácia do comportamento asséptico.

Utiliza-se swab com haste de madeira ou plástico com água peptonada como diluente ou swab com meio Stuart.

Antes da coleta deve ser pré-estipulado junto ao cliente a necessidade ou não de delimitadores, o que deve ser informado no registro de coleta de amostras, quando coletado pelo cliente deve ser informado no formulário de entrega de amostras.

As amostras devem ser colhidas preferencialmente em área de 20 cm² delimitada por molde esterilizado e swab umedecido caso seja utilizado diluente.

Friccionar o swab fricciona-lo na superfície a ser coletada, ou caso sejam utilizados delimitadores, a coleta deve ser feita na área do delimitador.

Esfregar o swab no sentido horizontal, vertical e diagonal exercendo uma pressão firme na superfície. Após amostrar a área desejada, colocar o swab no frasco com o diluente ou com meio stuart. A amostra deve ser transportada em caixa isotérmica.

5. REGISTRO

FORM. 083 - Controle de preparo de frascos para coleta

FORM. 097 - Controle do branco de campo

FORM. 105 - Registro de visita/ Coleta de amostra

FORM. 107 – Controle de temperatura - Coleta

FORM. 122 - Registro de coleta



PROCEDIMENTO PARA COLHEITA, COLETA, ENVIO E PRESERVAÇÃO DE AMOSTRAS

Identificação: POP 007
Revisão: 15
Emissão: 02/2024

ANEXO I

Parâmetro	Tipo de frasco	Volume mínimo	Preservação	Prazo para análise
Metais (análises ICP)	P, V	500 mL	HNO ₃ 50% até pH<2,0	180 dias
Mercúrio	P, V	1000 mL	HNO ₃ 50% até pH<2,0	28 dias
Cianeto	P, VA	200 mL	NaOH 6N até pH>12 Refrigerar a ≤6°C	24 horas
Sulfeto	Frasco tipo DBO	200 mL O frasco não deve conter bolhas.	Resfriamento (em gelo) Adicionar 4 gotas de solução 2N de acetato de zinco/100 mL da amostra, aguardar 15 minutos e adicionar NaOH até pH entre 9 e 10	7 dias
DQO	P, V	200 mL	Preservar com H ₂ SO ₄ 1:1 até pH < 2 Refrigerar a ≤6°C	7 dias
Fenóis	P, V	1000 mL	Preservar com H ₂ SO ₄ 1:1 até pH < 2 e refrigerar a ≤6°C	24 horas
Nitrogênio amoniacal	P, V	250 mL	H ₂ SO ₄ 1:1 até pH < 2 e refrigerar a ≤6°C	24 horas
Óleos e graxas	VA, boca larga	1000 mL	HCl 1:1 até pH < 2 e refrigerar a ≤6°C	28 dias
Condutividade	P, V	250 mL	Refrigerar a ≤6°C	28 dias
Cor	P, V	250 mL	Refrigerar a ≤ 6°C	48 horas
Odor, Sabor, Gosto	P	250 mL	Refrigerar a ≤ 6°C	O mais breve possível / 24 horas
Cromo hexavalente	P, V	250 mL	Refrigerar a ≤ 6°C	24 horas
DBO	P, V	500 mL	Refrigerar a ≤ 6°C	48 horas
Nitrato	P, V	250 mL	Refrigerar a ≤ 6°C	48 horas
Nitrito	P, V	250 mL	Refrigerar a ≤ 6°C	48 horas
Sílica	P	200 mL	Refrigerar a ≤ 6°C	28 dias
Dureza	P, V	100 mL	Preservar com HNO ₃ ou H ₂ SO ₄ até pH < 2	6 meses
Sulfato	P, V	300 mL	Refrigerar a ≤ 6°C	28 dias
Surfactantes	P, V	200 mL	Refrigerar a ≤ 6°C	48 horas
Sólidos totais, sedimentáveis, suspensos e dissolvidos	P, V	2000 mL	Refrigerar a ≤ 6°C	7 dias
Turbidez	P, V	200 mL	Refrigerar a ≤6°C e manter ao abrigo da luz	48 horas
Fluoreto	P	250 mL	Não aplicável	28 dias
Cloreto	P, V	250 mL	Não aplicável	28 dias



**PROCEDIMENTO PARA COLHEITA,
COLETA, ENVIO E PRESERVAÇÃO DE
AMOSTRAS**

Identificação: POP 007
Revisão: 15
Emissão: 02/2024

pH	P, V	200 mL	Refrigerar a $\leq 6^{\circ}\text{C}$	Sempre que possível analisar na hora / 6 horas
Cloro residual/total	P, V	100 mL	Não aplicável	Em campo / 15 minutos
Temperatura	P, V	100 mL	Não aplicável	Em campo
Demais análises	P, V	500 mL	Refrigerar a $\leq 6^{\circ}\text{C}$	O mais rápido possível

P = polietileno; V = vidro borosilicato; VA = vidro âmbar

CÓPIA PARA INFORMAÇÃO