



Aplicável ao PR NM019

## 1. AMOSTRAS DE ÁGUA DE ABASTECIMENTO, INDÚSTRIA, DESTILADA E/OU DEIONIZADA

Para coletar amostras de água, deverão ser utilizados frascos adequados (esterilizados), fornecidos pelo Laboratório Unianálises Nova Mutum, e abertos somente no momento da coleta.

### 1.1 COLETA DE ÁGUA EM TORNEIRAS COM INSTALAÇÃO DE ÁGUA CORRENTE

#### 1.1.1 PARA ANÁLISE MICROBIOLÓGICA

- Lavar ou passar álcool nas mãos antes da coleta;
- Deixar correr a água durante 2 a 3 minutos na vazão maior da torneira;
- Limpar a parte externa da torneira com algodão e hipoclorito de sódio 10 %;
- Introduzir uma bucha de algodão embebido em hipoclorito de sódio 10 % na torneira, girando até retirar todas as impurezas e ferrugens;
- Deixar correr a água durante 2 a 3 minutos na vazão maior da torneira;
- Passar hipoclorito de sódio 10 % e flambar, passando a chama de um isqueiro na área a ser coletada;
- Deixar correr um filete pouco intenso de água, e colher 3/4 da capacidade do frasco (acrescido de 3 % de solução de tiosulfato de sódio). No caso do tiosulfato de sódio estar presente no frasco sob a forma de pastilha, não removê-la durante a coleta;
- O capuz que está embrulhado junto a tampa (frascos esterilizados pelo Laboratório) não deve ser retirado, mantendo a boca sempre direcionada para baixo e a mesma não pode entrar em contato com qualquer objeto, a coleta deve ser mais breve possível;
- Fazer a identificação da amostra. A identificação da amostra deve conter as seguintes informações, escritas de forma legível: tipo de água (poço, abastecimento, vertente, etc.), ponto de amostragem (direto do poço, caixa d'água, torneira), data e horário da coleta, e nome do responsável pela coleta;
- Acondicionar sob refrigeração até a entrega no laboratório;
- O tempo entre a coleta e o recebimento no laboratório não deve exceder 23 horas, mantendo a amostra sob refrigeração com temperatura  $\leq 15$  °C. No caso de amostras transportadas em temperatura ambiente, o prazo não deve exceder 2 horas.

#### 1.1.1.1 Quantidade Mínima de Amostra a ser Encaminhada

- 115 mL (por Número Mais Provável)
- Amostras por filtração em membrana avaliar quantidade recebida conforme análises solicitadas. Para cada análise encaminhar a quantidade mínima de amostra que segue: Contagem de *Clostridium perfringens* – 100 mL, Contagem de coliformes totais e Contagem de *Escherichia coli* – 110 mL, Contagem de Enterococcus Intestinais – 100 mL, Contagem de *Pseudomonas aeruginosa* – 100 mL e Contagem de Bactérias Heterotróficas – 110 mL.
- Pesquisa de *Salmonella* sp. em amostras de água de balneabilidade e para consumo – 1 L;
- Pesquisa de *Salmonella* sp. em amostras de águas turvas e poluídas – 100 mL.



Aplicável ao PR NM019

### 1.1.2 PARA ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA

- Deixar correr a água durante 3 a 5 minutos na vazão maior da torneira;
- Deixar correr um filete pouco intenso de água e proceder a coleta;
- No momento da coleta, enxaguar o recipiente 3 vezes com a amostra.

OBSERVAÇÃO: Frascos com preservante não devem ser enxaguados. Encher o frasco com a amostra a ser analisada, ocupando o volume total do mesmo;

- Após a coleta, fechar o frasco hermeticamente;
- Fazer a identificação da amostra. A identificação da amostra deve conter as seguintes informações, escritas de forma legível: tipo de água (poço, abastecimento, vertente, etc.), ponto de amostragem (direto do poço, caixa d'água, torneira), data e horário da coleta, e nome do responsável pela coleta;
- Acondicionar sob refrigeração até a entrega no laboratório;
- O tempo entre a coleta e o recebimento no laboratório não deve exceder 23 h, mantendo a amostra sob refrigeração. No caso de amostras transportadas em temperatura ambiente, o prazo não deve exceder 2 h.

#### 1.1.2.1 Quantidade Mínima de Amostra a ser Encaminhada

- 1 Litro para iniciar os ensaios básicos + 1 Litro dependendo da demanda de ensaios;
- 1 Litro para realizar a análise de Nitrogênio total;
- 1 Litro para realizar a análise de Nitrogênio amoniacal ou Amônia;
- 1 Litro para análise de metais em geral;
- 1 Litro para determinação de Sílica.

OBSERVAÇÃO: Para análises em Gelo a quantidade necessária é a mesma de Águas mas a unidade de medida é "kg" em vez de "Litro". Sempre consultar o laboratório para solicitar o envio de frascos.

## 2. AMOSTRAS DE EFLUENTES, ÁGUAS SUPERFICIAIS E DE POÇOS DE MONITORAMENTO

Para coletar amostra de água ou efluente, usa-se frasco de vidro âmbar ou polietileno com tampa, fornecidos pelo Laboratório Unianálises Nova Mutum, nas condições requeridas para a realização dos ensaios conforme determina a Tabela 1 – Matriz de Ensaios, Tipos de Frasco e Preservantes para cada análise de água e efluente.

Não serão aceitas amostras contidas em frascos inadequados ou que tenham quantidade insuficiente de material para ser analisado.

### 2.1 QUANTIDADE MÍNIMA DE AMOSTRA A SER ENCAMINHADA

- 1 Litro para análise de Nitrogênio amoniacal/Amônia em águas superficiais ou 500 mL para efluentes;
- 1 Litro para análise de Metais em geral e Dureza;
- 1 Litro para Sólidos Sedimentáveis;
- 1 Litro para os demais ensaios que necessitam preservante H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> conforme Tabela 1;
- 1 Litro para os demais ensaios que necessitam apenas refrigeração conforme Tabela 1;



Aplicável ao PR NM019

- 1 Litro para Sulfetos em águas ou 500 mL para efluentes.

## 2.2 ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA

### 2.2.1 AMOSTRAGEM SIMPLES

- Recolher o volume de amostra em uma única vez. Deve ser considerado o volume total de amostra necessário para a realização de todos ensaios;
- Quando as amostras forem coletadas em um corpo de água, estas devem ser coletadas em um ponto intermediário da massa líquida, e não junto a paredes ou próximo ao fundo do tanque e nem na superfície.
- Não devem incluir partículas grandes, detritos, folhas ou outro tipo de material acidental, salvo quando se tratar de amostra de sedimento, e para, minimizar a contaminação da amostra, convém recolhê-las com a boca do frasco de coleta contra a corrente;
- Fechar o frasco hermeticamente;
- Fazer a identificação das amostras. A identificação das amostras deve conter as seguintes informações, escritas de forma legível: tipo de amostra (efluente final, efluente bruto, rio, etc.), data e horário da coleta, e nome do responsável pela coleta;
- Acondicionar sob refrigeração até a entrega no laboratório;
- O tempo entre a coleta e o recebimento no laboratório não deve exceder 23 h, mantendo a amostra sob refrigeração. No caso de amostras transportadas em temperatura ambiente, o prazo não deve exceder 2 h.

### 2.2.2 AMOSTRAGEM COMPOSTA

Por causa da instabilidade inerente de certas propriedades e compostos, para alguns analitos em que os valores quantitativos são desejados, a amostragem composta não é recomendada (exemplos incluem ensaios bacteriológicos, acidez, dióxido de carbono, cloro residual, iodo, cromo hexavalente, nitrito, compostos orgânicos voláteis, oxigênio dissolvido, sulfetos, temperatura e pH). Logo, no caso de coleta de amostras compostas, estes ensaios devem ser colhidos na primeira retirada, não sendo aplicável à mistura de porções que constitui a amostragem composta.

Coletar porções da amostra em intervalos de tempo pré-definidos. O volume total de cada porção depende do volume total a ser coletado e do tempo durante o qual serão feitas as coletas. As porções coletadas devem ser conservadas sob refrigeração. No caso da necessidade de utilizar um preservante, adicioná-lo a todas as porções iniciais. No final da coleta, as amostras devem ser homogeneizadas para formar uma coleta composta.

De posse da amostra composta, proceder conforme Amostragem simples.



Aplicável ao PR NM019

Tabela 1: Matriz de Ensaios, Tipos de Frasco e Preservantes para cada análise de água e efluente.

Parâmetros	Tipo de frasco	Volume de amostra (mL)	Preservação
ALCALINIDADE	P, V	200	Refrigeração
CLORETOS	P, V	200	-
CORO RESIDUAL LIVRE**	P, V	50	Refrigeração
CORO RESIDUAL TOTAL**	P, V	50	Refrigeração
CORO RESIDUAL COMBINADO**	P, V	50	Refrigeração
COR	P, V	50	Refrigeração
CONDUTIVIDADE	P, V	50	Refrigeração
DUREZA TOTAL	P, V	100	HNO <sub>3</sub> até pH <2
DUREZA PARCIAL, Ca e Mg	P, V	100	HNO <sub>3</sub> até pH <2
FLUORETOS	P	50	Não requerida
FÓSFORO TOTAL	P, V	100	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> até pH <2 e refrigeração
FÓSFORO ORGÂNICO	V	200	Refrigeração
MATÉRIA ORGÂNICA	P, V	100	Refrigeração
METAIS EM GERAL	P, V (imersão em HNO <sub>3</sub> )	500	HNO <sub>3</sub> até pH <2 e refrigeração
NITROGÊNIO AMONÍACAL	P, V	1000 p/ água e 500 p/ efluente	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> até pH <2 e refrigeração
NITROGÊNIO NITRATO	P, V	100	Refrigeração
NITROGÊNIO NITRITO	P, V	100	Refrigeração
NITROGÊNIO ORGÂNICO TOTAL E	P, V	1000 p/ água e 200 p/ efluente	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> até pH <2 e refrigeração
pH*	P, V	50	Refrigeração
SÍLICA	P ou quartzo	200	Refrigeração
SÓLIDOS TOTAIS	P, V	200	Refrigeração
SÓLIDOS DISSOLVIDOS	P, V	200	Refrigeração
SÓLIDOS SEDIMENTÁVEIS	P, V	1000	Refrigeração
SÓLIDOS SUSPENSOS	P, V	200	Refrigeração
SULFATOS	P, V	50	Refrigeração
SULFETOS***	P, V	1000 p/ água e 500 p/ efluente	Refrigeração
SURFACTANTES	P, V	500	Refrigeração
TURBIDEZ	P, V	100	Refrigeração

Legenda:

P = Plástico (Polietileno ou equivalente)

V = Vidro

\* O Ideal é realizar esse ensaio *in loco* em 15 minutos;

\*\* O preservante é adicionado às amostras (conforme a necessidade do ensaio) assim que recebidas no laboratório.

\*\*\* Sulfetos: Acetato de zinco (2 mL/L), durante a coleta adicionar NaOH 6 N (1mL/L ou até pH > 9) e completar o frasco com amostra para evitar bolhas de ar; Refrigeração.



Aplicável ao PR NM019

### 2.3 ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS:

- 1) Lavar ou passar álcool nas mãos antes da coleta;
- 2) Limpar a área a ser coletada (cano de saída de efluente final) com algodão embebido em hipoclorito de sódio 10% de modo a remover todas as impurezas e ferrugens;
- 3) Flambar, passando a chama de um isqueiro na área a ser coletada;
- 4) Colher  $\frac{3}{4}$  da capacidade do frasco (acrescido de 10 % de solução de tiosulfato de sódio), tomando cuidado para coletar em um ponto intermediário da massa líquida, e não junto a paredes ou próximo ao fundo do tanque. Convém que a coleta seja feita com a boca do frasco de coleta contra a corrente;
- 5) O capuz que está embrulhado junto a tampa (frascos de vidro esterilizados pelo Laboratório) não deve ser retirado, mantendo a boca sempre direcionada para baixo e a mesma não pode entrar em contato com qualquer objeto. Podem ser utilizados frascos plásticos para uso microbiológico (estéreis) também acrescidos de solução de tiosulfato de sódio 10 % (preparados pelo laboratório). A coleta deve ser mais breve possível;
- 6) Fazer a identificação da amostra. A identificação da amostra deve conter as seguintes informações, escritas de forma legível: tipo de amostra (efluente final, efluente bruto), data e horário da coleta, e nome do responsável pela coleta;
- 7) Acondicionar a amostra sob refrigeração até 10 °C (não congelar) até a entrega no laboratório;
- 8) O tempo entre a coleta e a incubação da amostra deve ser de 8 h, assim o período ideal para recebimento no laboratório não deve exceder 6 h, mantendo a amostra sob refrigeração. Amostras que chegam rapidamente ao laboratório (1 hora de coleta) podem não ter atingido essa temperatura.

#### 2.3.1 FRASCOS PARA COLETA

Para coletar amostra de efluente, usa-se frasco de polipropileno, plástico estéril para uso microbiológico ou vidro esterilizados para Microbiologia, fornecidos pelo Laboratório Unianálises Nova Mutum. Não serão aceitas amostras contidas em frascos inadequados ou que tenham quantidade insuficiente de material para ser analisado.

#### 2.3.2 QUANTIDADE MÍNIMA DE AMOSTRA A SER ENCAMINHADA

Quantidade mínima de amostra a ser encaminhada: 100 mL.



Aplicável ao PR NM019

### 3. AMOSTRAS DE ALIMENTOS

As amostras devem ser enviadas em sua embalagem original para evitar modificações em suas características. Providências especiais deverão ser tomadas para que o tempo decorrido entre o recolhimento da amostra e sua chegada ao laboratório seja o mais breve possível.

Depois de colhidas, as amostras deverão ser acondicionadas adequadamente para evitar qualquer alteração nas mesmas até sua chegada ao laboratório. Assim, as amostras de produtos facilmente perecíveis deverão ser acondicionadas em recipientes isotérmicos, embaladas em sacos plásticos e acompanhadas de gelo ou outra substância refrigerante, cuidando-se sempre para que não haja contato direto destes com as amostras.

Nos casos em que houver necessidade de realização de análises microbiológicas e físico-químicas, a quantidade mínima de amostra a ser encaminhada para cada um dos laboratórios deve ser de:

#### 3.1 LABORATÓRIO DE MICROBIOLOGIA - QUANTIDADE MÍNIMA DE AMOSTRA

- 200 g (Controle de Qualidade, SIE e SIM);
- 325 mL para leite.

#### 3.2 LABORATÓRIO DE FÍSICO-QUÍMICA - QUANTIDADE MÍNIMA DE AMOSTRA

- 200 g Controle de Qualidade, SIE, SIM (em caso de envio de quantidade mínima, o laboratório avalia a possibilidade de atender a todos os ensaios solicitados). Nos casos onde forem solicitadas as provas de acidez e pH em produtos cárneos, formaldeído, aumentar em 300 g;
- 900 mL para leite.

### 4. AMOSTRAS DE SWAB E EXPOSIÇÃO AMBIENTAL

#### 4.1 AMOSTRAS DE SWAB

Antes de iniciar as coletas, deve-se lavar as mãos e, após, passar álcool 70 %.

##### 4.1.1 SWAB DE AMBIENTE

**OBSERVAÇÃO:** Para coletas em superfícies secas, umedecer o swab no diluente antes da sua utilização.

- Abrir o papel esterilizado somente no momento do uso e colocá-lo na superfície a ser analisada;
- Aplicar o swab estéril com pressão, numa inclinação aproximada de 45 °, no espaço delimitado pelo papel laminado;
- Rodar continuamente o swab para que toda a superfície do algodão entre em contato com a amostra;
- Colocar o swab no tubo de ensaio com a água peptonada;
- Quebrar ou cortar a parte manuseada do swab antes de mergulhar o material amostrado no tubo de diluente.



Aplicável ao PR NM019

#### 4.1.2 SWAB DE MÃOS

- Umedecer o swab no diluente antes da sua utilização;
- Rodar continuamente o swab para que toda a superfície do algodão entre em contato com a amostra (mão);
- Colocar o swab no tubo de ensaio com a água peptonada;
- Quebrar ou cortar a parte manuseada do swab antes de mergulhar o material amostrado no tubo de diluente.

#### 4.1.3 SWAB DE CARÇAÇAS (Métodos não destrutivo e destrutivo)

Cada amostra será constituída de porções de tecido (método destrutivo), ou swabs/esponja (método não destrutivo), colhidos em quatro pontos da carcaça e acondicionados em um único recipiente de amostra (saco de stomacher ou outro recipiente estéril).

No caso das amostras colhidas pelo método não destrutivo:

- Contagem total e contagem de Enterobacteriaceae
- Amostragem correspondente a uma área de 400 cm<sup>2</sup> (4 pontos de coleta de 100 cm<sup>2</sup>).
- Contagem de *Escherichia coli*:
- Amostragem correspondente a uma área de 300 cm<sup>2</sup> (3 pontos de coleta de 100 cm<sup>2</sup>).

##### 4.1.3.1 Colheita Pelo Método Não-Destrutivo

- Separar as carcaças selecionadas para a amostragem em local apropriado para a execução do procedimento de colheita;
- Ter à mão os moldes delimitadores de área (100 cm<sup>2</sup>), previamente esterilizados, e sacos stomacher (ou outro recipiente) devidamente identificados, para o acondicionamento das amostras;
- Umedecer o swab/esponja em solução salina peptonada tamponada 1 % estéril por cerca de 5 segundos;
- Localizar o molde sobre o primeiro ponto a ser amostrado;
- Aplicando a maior pressão possível, esfregar o swab/esponja por toda a área delimitada pelo molde, por tempo não inferior a 20 segundos, iniciando o procedimento no sentido vertical, depois esfregando horizontalmente e, por fim, no sentido diagonal;
- Acondicionar em um único recipiente de amostra (saco de stomacher ou outro recipiente estéril) sob refrigeração entre 1 e 8 °C até o momento da análise laboratorial;
- As amostras devem ser analisadas em até 24 horas após a colheita.

##### 4.1.3.2 Colheita Pelo Método Destrutivo

- Separar as carcaças selecionadas para a amostragem em local apropriado para a execução do procedimento de colheita;
- Ter a mão moldes delimitadores de área (5 cm<sup>2</sup>), previamente esterilizados, e sacos de stomacher (ou outro recipiente estéril), devidamente identificados, para acondicionamento das amostras;



Aplicável ao PR NM019

- Ter à mão bisturis (ou outro instrumento de corte) e pinças, estéreis;
- Localizar o molde sobre o primeiro ponto a ser amostrado;
- Fazer uma incisão com cerca de 0,5 cm de profundidade em toda a borda da área delimitada pelo molde;
- Retirar o molde e, com auxílio de pinças estéreis, cortar com o bisturi o tecido da área delimitada com uma espessura máxima de 5 mm. Tomar o cuidado de não tocar com as mãos a amostra retirada e de não deixá-la entrar em contato com outras partes da carcaça;
- Com a ajuda da pinça transferir o tecido assim retirado para o saco de stomacher (ou outro recipiente estéril) previamente identificado.
- Repetir o mesmo procedimento para os outros 3 pontos de colheita, sempre acondicionando os tecidos colhidos juntos no mesmo saco de stomacher (ou outro recipiente estéril) destinado àquela carcaça.
- Acondicionar as amostras sob refrigeração entre 1 a 8 °C até o momento da análise laboratorial.
- As amostras devem ser analisadas em até 24 horas após a colheita.

#### 4.2 EXPOSIÇÃO AMBIENTAL

- Expor a placa (abrir a tampa), adquirida no Laboratório, no ambiente que se deseja amostrar, de acordo com o microrganismo a ser pesquisado (Sabouraud para Bolores e Leveduras, PCA para Contagem Total).
- Aguardar 15 minutos de exposição da placa aberta;
- Fechar a placa;

Depois de colhidas, as amostras deverão ser identificadas (preferencialmente com etiquetas adesivas, já que marcações com caneta em vidro podem sair com a umidade) e acondicionadas adequadamente para evitar que sofram qualquer alteração até a chegada no laboratório. Assim, as amostras deverão ser acondicionadas em recipientes isotérmicos, acompanhadas de gelo ou outra substância refrigerante, cuidando-se sempre para que não haja contato direto destes com as amostras.

**IMPORTANTE:** não deve ser excedido o prazo de 24 horas entre a colheita e a análise no laboratório.

### 5. AMOSTRAS DESTINADAS À ALIMENTAÇÃO ANIMAL

#### 5.1 AMOSTRAGEM DE PRODUTOS A GRANEL

A coleta de produtos a granel deve ser realizada com sonda de profundidade, com 1,60 m de comprimento e 0,05 m de diâmetro.

#### 5.2 AMOSTRAGEM DE GRÃOS, FARELOS OU RAÇÃO

Para coletar amostras representativas de grãos, farelos e rações, podem ser utilizadas sondas perfuradas. A sonda deve ser longa o suficiente para penetrar ao menos  $\frac{3}{4}$  da profundidade do material. O tubo interno da sonda é dividido em compartimentos. Sondas manuais abertas, sem compartimentos, são usados para amostragem de matérias-primas, incluindo grãos.





Aplicável ao PR NM019

### 5.3 AMOSTRAGEM DE PREMIXES E PRODUTOS COM MEDICAMENTOS

Sacos de premixes e produtos com medicamentos podem ser amostrados com uma sonda para bags. Sondas afuniladas podem ser usadas para amostrar bags fechados de pós e granulados. Sondas duplas para sacarias são usadas para amostrar bags fechados de pós e granulados. Sondas de tubo único e de extremidade aberta são usadas para amostrar sacos abertos de materiais secos e em pó, quando é necessário remover uma amostra do meio do material.

### 5.4 AMOSTRAS DE GORDURAS E OUTROS INGREDIENTES LÍQUIDOS

Ingredientes líquidos ou gorduras armazenados em barris podem ser amostrados com um tubo de vidro ou aço inoxidável. Recipientes de líquidos podem requerer uma bomba de amostragem. Em todos os casos, o líquido deve ser agitado antes da retirada da amostra para garantir a homogeneização do material.

### 5.5 AMOSTRAGEM DE FORRAGENS

Amostras de forragens devem conter quantidade substancial de material. O procedimento de amostragem e preparação da amostra varia conforme o material, seja forragem seca, silagem, pastagem, forragem seca picada ou forragem de campo. A amostra deve ser coletada em vinte diferentes pontos usando um amostrador de profundidade. Se a ferramenta não estiver disponível, pode ser usada amostragem manual. Tomar cuidado para evitar perda de folhas quando utilizar este último procedimento.

### 5.6 AMOSTRAGEM DE SILAGENS

A coleta de amostras de silagem deve ser feita pela remoção de uma coluna de 0,15 m de profundidade por 0,30 m de largura na face aberta. A silagem deve ser misturada, colocada em um saco plástico, fechada e acondicionada hermeticamente para remover o ar.

### 5.7 AMOSTRAGEM DE PASTAGENS

A amostragem de pastagem está sujeita às variações da fertilidade do solo e teor de umidade, portanto deve ser feita com cuidado. De oito a dez pontos devem ser selecionados para a amostragem, removendo aproximadamente 0,1 m<sup>2</sup> na altura da forragem de cada local. A composição de subamostras deve ser misturada e o material reduzido a 1 kg. Amostras de pastagem verde devem ser imediatamente secas para evitar alterações químicas.