	<b>CRITÉRIOS PARA ACREDITAÇÃO DA AMOSTRAGEM PARA ENSAIOS DE ÁGUAS E MATRIZES AMBIENTAIS</b>	<b>NORMA Nº NIT-DICLA-057</b>	<b>REV. 04</b>
		<b>APROVADA EM OUT/18</b>	<b>PÁGINA 1/21</b>

## SUMÁRIO

- 1 Objetivo
- 2 Campo de Aplicação
- 3 Responsabilidade
- 4 Histórico das revisões
- 5 Siglas
- 6 Definições
- 7 Documentos Complementares
- 8 Introdução
- 9 Política para acreditação de amostragem
- 10 Aplicações particulares dos requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17025 para laboratórios que realizam amostragem para ensaios na área de meio ambiente, incluindo ensaio de água para hemodiálise na área de saúde humana
- 11 Elaboração do escopo
- 12 Bibliografia

**Anexo 1 – Conteúdo Mínimo do Plano de Amostragem para águas, efluentes, solos, sedimentos e resíduos industriais**

**Anexo 2 – Conteúdo Mínimo do Plano de Amostragem para Emissões atmosféricas; Qualidade do ar ambiente; gases e poluentes da atmosfera e Qualidade do ar interior em ambiente climatizado artificial de uso público e coletivo**

## 1 OBJETIVO

Estes critérios abrangem os laboratórios que atuam na área de meio ambiente e aplicam-se à amostragem para ensaios de águas e matrizes ambientais (águas, efluentes, solos, sedimentos e resíduos industriais) e à amostragem em dutos e chaminés de fontes estacionárias para ensaios em emissões atmosféricas, gases e poluentes da atmosfera, qualidade do ar exterior e ar interior em ambiente climatizado artificial de uso público e coletivo realizadas em instalações permanentes e de clientes.

Estes critérios também se aplicam à amostragem para ensaios de água para hemodiálise, em atendimento à área de saúde humana.

Este documento não se aplica à amostragem como uma atividade isolada, desvinculada do processo de medição (ensaio). Portanto, não se aplica a organizações/laboratórios que têm a amostragem como sua única atividade de trabalho. Isto é, a política da Cgcre para acreditação para amostragem permite acreditar o laboratório para realizar amostragem apenas nos casos em que o próprio laboratório que realiza amostragem também realizar algum ensaio nas amostras que obtém, sejam estes ensaios realizados no local da amostragem ou nas instalações permanentes do laboratório que realizou a amostragem.

O item 9 deste documento trata das condições em que a amostragem, seguida de ensaios subsequentes, é passível de acreditação.

## 2 CAMPO DE APLICAÇÃO

Esta norma aplica-se à Dicla, aos laboratórios acreditados e postulantes à acreditação de ensaios de águas e matrizes ambientais e aos avaliadores e especialistas que atuam em processos de acreditação de laboratórios.



### 3 RESPONSABILIDADE

A responsabilidade pela revisão deste documento é da Dicla.

### 4 HISTÓRICO DAS REVISÕES

Revisão	Data	Itens revisados
3	MAR/2018	<ul style="list-style-type: none"><li>- As alterações no texto da revisão 03 estão marcadas em azul. Foram adequados alguns termos e referências devido a revisão 2017 da ABNT NBR ISO/IEC 17025. Como não foi incluído nenhum requisito, esta revisão entra em vigor na data de sua publicação.</li><li>- No item 1 há uma maior explicação sobre Política da Cgcre sobre a acreditação de amostragem para matizes ambientais.</li><li>- No item 6.1 foi acrescida a palavra “subsequente”. Na nota deste item foi adequado o uso do termo retirada de amostra, uma vez que a revisão 2017 da ABNT NBR ISO/IEC 17025 não faz mais esta consideração.</li><li>- Nos itens 9.2 e 9.3 os termos ligados à subcontratação de amostragem e/ou ensaios foram substituídos por serviços providos externamente.</li><li>- No item 10 as referências foram substituídas pelas da revisão 2017 da ABNT NBR ISO/IEC 17025.</li><li>- Nos itens abaixo foram adequados os termos relacionados à incerteza de medição:<ul style="list-style-type: none"><li>a) No item 6.9.1, substituído “incerteza da medição”, por “incerteza de medição”;</li><li>b) No item 6.12, substituído “incerteza da amostragem” por “contribuições para amostragem para a incerteza de medição”;</li><li>c) Nos itens 8a e 8c, substituído “incerteza” por “incerteza de medição”;</li><li>d) No item 8d, substituído “incertezas associadas” por “incertezas de medição associadas”;</li><li>e) No item 10.7, substituído “componentes da estimativa da incerteza de medição da amostragem” por “componentes da estimativa da incerteza de medição oriundas da amostragem”;</li><li>f) No item 1.5.3 do ANEXO 1, substituído “incerteza” por “incerteza de medição”.</li></ul></li></ul>
4	OUT/2018	<ul style="list-style-type: none"><li>- As alterações no texto da revisão 04 estão marcadas em amarelo. Como não foi incluído nenhum requisito, esta revisão entra em vigor na data de sua publicação.</li><li>- Alteradas algumas siglas no item 5.</li><li>- Alteradas algumas definições no item 6.<ul style="list-style-type: none"><li>a) No item 6.1, foi mantida a definição de amostragem em 6.1, de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 - Item 5.7.1 - Nota 1; mesmo estando em uma revisão cancelada e substituída pela revisão de 2017, porém não há mais definição na nova revisão, mantendo-se a definição nesta NIT por ser de amplo conhecimento da área;</li><li>b) No item 6.2, retirada a parte inicial: “para a aplicação deste documento, considera-se que o <u>ensaio</u> é”. Substituído o termo “emitido” para “relatado”, em consonância a revisão 2017 da ABNT NBR ISO/IEC 17025;</li><li>c) Em 6.4 foi excluída a referência ao Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras. Incluído a alusão a outras referências que também podem ser aplicadas;</li></ul></li></ul>



- d) Em 6.6, 6.15, 10.3.3 e 1.8 do anexo 1 foi substituído o termo “Garantia da Qualidade” por “Garantia da Validade dos Resultados”, conforme a rev. 2017 da ABNT NBR ISO/IEC 17025;
- e) Em 6.7 incluída a adaptação ao US EPA;
- f) Em 6.8.2 foi retirado “entre pontos de coleta”;
- g) Em 6.9.1, reorganizado segundo parágrafo, sem alterar sentido;
- h) Em 6.9.2 foi incluída a nota 1 sobre em que tipo de instalações os Brancos se destinam;
- i) Em 6.11 retirado “ao mesmo tempo”. Introduzida a operação de módulo na fórmula. Foi retirado o aceite do critério inicial de 20% de variação no DPR. Último parágrafo transformado em nota;
- j) Em 6.12 foi modificado o 3º parágrafo;
- k) Em 6.13, 6.14 e 6.15 foi incluída explicação sobre a não aplicabilidade de preparar estes tipos de controles nas instalações de clientes (em campo), além também da não aplicabilidade destes para alguns ensaios;
- l) Em 6.15 foi retirada a palavra “todos”;
- m) Ajustada a nota do item 6.15 para ser uma recomendação.

- Atualizados títulos das normas Nie-Cgcre-020 e Nit-Dicla-016 no item 7.
- No item 8.a, incluídas novas resoluções Conama, alterados os 4º e 5º parágrafos.
- Em 8.b substituída a sigla E<sub>H</sub> por ORP. Incluído umidade dos efluentes nos parâmetros realizados em campo (instalações de clientes). Inserido número mínimo de determinações;
- No 2º parágrafo do item 9, substituiu-se “estão” por “está” e alterou-se a pontuação. No 3º parágrafo, foi inserido “a amostra”. O último parágrafo foi deslocado para o penúltimo;
- No 1º parágrafo do anexo 1, foi excluída informação sobre tratamento da amostra em laboratório.
- Excluído todo o item 1.5 do anexo 1.
- Excluído no item 1.8 do anexo 1: “brancos e amostras fortificadas com padrões de controle no campo (*spike*); duplicatas e amostras divididas no campo (*split*)”.
- Excluído no item antigo 1.15 do anexo 1: “Informação sobre a validade das amostras após serem submetidas a pré-tratamentos”.
- Excluído no item antigo 1.18 do anexo 1: “Modelos de formulários a serem utilizados no campo, inclusive da cadeia de custódia”.
- Os 2º e 3º parágrafos do anexo 2 passam a ter o mesmo teor dos 1º e 2º parágrafos do anexo 2, respectivamente. Também foram adequados para refletir uma recomendação
- O item 2.1 do anexo 2 foi adequado para refletir uma recomendação.
- Excluído item 2.1.19 do anexo 2: Data da última calibração dos equipamentos.
- Excluído item 2.2.6 do anexo 2: Frequência da calibração dos equipamentos;
- Excluído item 2.2.7 do anexo 2: Relação dos equipamentos a serem utilizados nas amostragens;
- Excluído item 2.2.8 do anexo 2: Formulários e registros utilizados;
- Excluído item 2.3.8 do anexo 2: Frequência da calibração dos equipamentos;
- Excluído item 2.3.9 do anexo 2: Relação dos equipamentos a serem utilizados nas amostragens;
- Excluído item 2.3.10 do anexo 2: Formulários e registros utilizados;



## 5 SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
Cgcre	Coordenação Geral de Acreditação
Conama	Conselho Nacional do Meio Ambiente
Dicla	Divisão de Acreditação de Laboratórios
DOQ	Documento Orientativo da Qualidade
DPR	Diferença Porcentual Relativa
IEC	International Electro technical Commission
ISO	International Organization for Standardization
LQ	Limite de Quantificação
NBR	Norma Brasileira
Nit	Norma Inmetro Técnica
OD	Oxigênio Dissolvido
ORP	Potencial de oxirredução
SI	Sistema Internacional
SMWW	Standard Methods for Water and Wastewater
US EPA	United States Environmental Protection Agency
USACE	United States Army Corps of Engineers
VIM	Vocabulário Internacional de Metrologia

## 6 DEFINIÇÕES

Para fins deste documento, aplicam-se as definições constantes no Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM), Sistema Internacional de Medidas (SI), DOQ-Cgcre-020, além das seguintes:

**6.1 Amostragem:** Procedimento definido, pelo qual uma parte de uma substância, material ou produto é retirada para produzir uma amostra representativa do todo, para ensaio ou calibração subsequentes. A amostragem também pode ser requerida pela especificação apropriada, para a qual a substância, material ou produto é ensaiado ou calibrado. Em alguns casos (por exemplo: análise forense), a amostra pode não ser representativa, mas determinada pela disponibilidade (ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 - Item 5.7.1 - Nota 1).

**Nota:** A norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 emprega o termo retirada de amostra ao invés de “coleta” de amostra, geralmente utilizado pelos laboratórios para designar a mesma operação. Para efeito deste documento, aplica-se a terminologia da referida norma, considerando a retirada de amostras uma operação intrínseca da amostragem.

**6.2 Ensaio:** conjunto de todas as etapas que compõem o processo analítico, desde a amostragem até a medição do analito de interesse (análise propriamente dita), e cujo resultado é relatado pelo laboratório ao cliente.

**6.3 Cadeia-de-custódia:** termo legal que se refere à capacidade de garantir a identidade e integridade de uma amostra (ou resultado) desde a amostragem até a emissão do relatório de ensaio. A transferência de custódia das amostras para outra organização/grupo implica na transferência da responsabilidade pela sua integridade.

**6.4 Prazo de validade (holding time):** período máximo entre a retirada da amostra e análise de uma amostra, em que ela pode ser mantida, sob condições de preservação específicas, sem degradação significativa dos analitos ou das suas propriedades. Os prazos de validade das análises são descritos no SMWW. Existem outras referências bibliográficas válidas que podem ser aplicadas conforme a matriz e o método de interesse.



**6.5 Limites analíticos:** Fornecem indicações de detectabilidade do método analítico em relação a uma determinada matriz. Há uma série de limites analíticos que devem ser comprovados pelos laboratórios acreditados, tais como limite de detecção e limite de quantificação, conforme, por exemplo, descrito nas seções 1010C e 1030C do SMWW. Cabe informar que outras referências normativas abrangem a definição dos respectivos limites.

**6.6 Amostras de Controle ou Garantia da Validade dos Resultados:** são amostras utilizadas para identificar, medir e controlar as fontes de erro que podem ser introduzidas do momento da retirada da amostra até o final da análise. As amostras de garantia da validade dos resultados são utilizadas como uma ferramenta de avaliação para determinar se os dados ambientais obtidos atendem aos critérios de qualidade estabelecidos para uma aplicação específica. Amostras de Controle de Qualidade são geralmente utilizadas para estabelecer a precisão e exatidão intralaboratorial ou do analista ou avaliar o desempenho do processo analítico ou de uma parte dele. Diversos tipos de amostra podem ser utilizados para estabelecer o Controle ou Garantia da Validade dos Resultados.

As amostras de controle e de garantia da validade dos resultados constantes nas definições de 6.7 a 6.15 são aplicáveis a águas, incluindo de hemodiálise, efluentes, solos, resíduos sólidos e sedimentos. A frequência e aplicabilidade das amostras de controle de qualidade devem ser definidas no plano de amostragem, em conjunto com o cliente, e ser baseadas nos requisitos legais, extensão e objetivo do projeto e informações da área de estudo, quando disponíveis.

**6.7 Brancos:** são usados para determinar a existência e magnitude de problemas de contaminação e medir a representatividade do processo analítico. Refletem a quantidade de contaminação introduzida nas amostras ambientais durante a sua coleta, transporte e análise.

O diagrama abaixo (adaptação do US EPA) apresenta como comparar os resultados dos diferentes brancos de forma a identificar e isolar a fonte de contaminação introduzida no campo ou no laboratório.

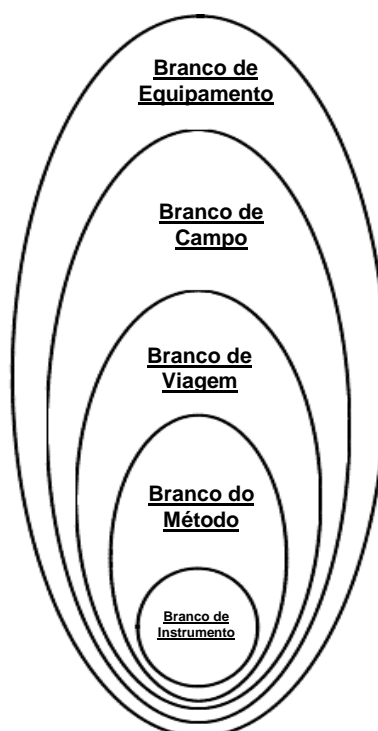
**Branco de equipamento:** resultado inclui fontes de contaminação do campo e do laboratório

**Branco de campo:** resultado inclui fontes de contaminação oriundas das condições ambientais durante a amostragem e do laboratório

**Branco de viagem:** resultado inclui fontes de contaminação oriundas do transporte e do laboratório (aplicável a compostos voláteis apenas)

**Branco do método:** resultado inclui a contribuição do laboratório apenas

**Branco de instrumento:** resultado inclui a contribuição do laboratório apenas.





## 6.8 Brancos associados à etapa de amostragem:

**6.8.1 Branco de Viagem (aplicável somente quando o estudo envolver análise de compostos orgânicos voláteis e ensaios microbiológicos):** No mínimo, dois frascos de amostras preparados no laboratório, por enchimento com água reagente, selados e despachados para o local de amostragem junto com os frascos de amostras.

**6.8.2 Branco de equipamento:** são amostras usadas para avaliar a eficiência da lavagem dos equipamentos de coleta, tanto em laboratório como em campo (rinsagem). No caso da realização em campo, serve para verificar a eficiência da lavagem realizada nos equipamentos, minimizando a possibilidade de contaminação cruzada. Para sua realização, utiliza-se água reagente, que ao fim do processo de lavagem é usada como última água de enxágue do equipamento, devendo ser coletada e analisada para os parâmetros de interesse.

**6.8.3 Branco de campo:** são amostras preparadas no campo, consistindo de frascos preenchidos no campo com água reagente, expostos ao ambiente amostral pelo mesmo período que as amostras, durante todo o procedimento de coleta, preservados de acordo com o parâmetro a analisar e armazenados com as demais amostras coletadas, para serem submetidas ao processo analítico requerido. Estas amostras são utilizadas para verificação de contaminações ambientais que podem ser adicionais às amostras durante os procedimentos de coleta.

**6.8.4 Branco de amostragem:** Os brancos acima (equipamento e campo) podem ser substituídos por este único branco. É importante ressaltar que a água deve ser submetida a todos os requisitos destes brancos e distribuída nos frascos contendo os preservantes, sendo analisada para os analitos de interesse.

## 6.9 Brancos associados à etapa de análise

**6.9.1 Branco do Método (Method Blank) ou Branco Reagente:** Consiste de água reagente e de todos os reagentes (incluindo preservantes) que normalmente estão em contato com a amostra durante todas as etapas do procedimento analítico.

O branco do método é usado para determinar a contribuição dos reagentes e das etapas de preparação analítica para a incerteza da medição. **É usado também para verificar se analitos ou interferentes estão presentes dentro do processo ou sistema analítico.**

Como mínimo, um branco do método para cada batelada analítica de até 20 amostras. O branco do método deve ser menor ou igual à metade do limite de quantificação (a menos que exista outra exigência no método específico).

**6.9.2 Branco de instrumento:** analisado para determinar o nível de contaminação associado com os instrumentos analíticos.

**Nota 1:** A partir desse branco, todos tratam de controles aplicáveis às instalações permanentes.

**Nota 2:** Comparação entre brancos, a fonte de contaminação introduzida no campo ou na etapa analítica pode ser deduzida pela comparação entre os resultados dos brancos.

Um branco de equipamento pode ser potencialmente contaminado no campo, durante o transporte das amostras ao laboratório ou dentro do próprio laboratório. O branco do método, por outro lado, pode ser apenas contaminado no laboratório. A análise de todos os brancos (apropriados para o escopo de trabalho) facilita a identificação das fontes de contaminação.



**6.10 Monitoramento da temperatura (“branco de temperatura”):** Na caixa térmica utilizada para refrigeração das amostras deve ser introduzido um frasco preenchido com água destilada. No momento da recepção das amostras pelo laboratório, a temperatura deste frasco é medida. O monitoramento de temperatura não é analisado para avaliação de contaminações, portanto, não é propriamente um branco. O seu propósito é avaliar se as amostras foram adequadamente refrigeradas durante o seu transporte.

**6.11 Duplicata de campo:** é usada para medir a precisão e repetitividade dos procedimentos de coleta, através da comparação dos resultados da análise de duas amostras coletadas de um mesmo local, que são encaminhadas ao laboratório como amostras “cegas”. São retiradas duas amostras de um local (R1 e R2), que são encaminhadas ao laboratório e analisadas. A diferença porcentual relativa (DPR) entre os resultados das duplicatas é calculada de acordo com a fórmula a seguir:

$$DPR = \frac{|(R1-R2)|}{\frac{(R1+R2)}{2}} \times 100$$

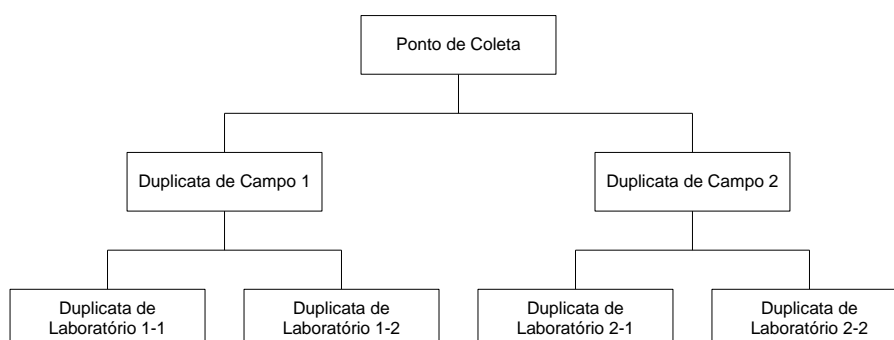
Deve-se adotar técnicas estatísticas que permitam a detecção de tendências, como, por exemplo, cartas controle.

**Nota:** De um modo geral, são consideradas “normais” variações no resultado na ordem de 20%. Porém, é possível – e, em alguns casos, recomendável – definir outros critérios de avaliação, como, por exemplo, no caso de ensaios biológicos, onde devem ser avaliados e estabelecidos, durante a validação, critérios adequados à realidade do ensaio.

**6.12 Duplicata (de laboratório):** é utilizada para mensurar a precisão do processo analítico. Duas alíquotas de uma mesma amostra são processadas independentemente, através de todo o processo de preparação e análise.

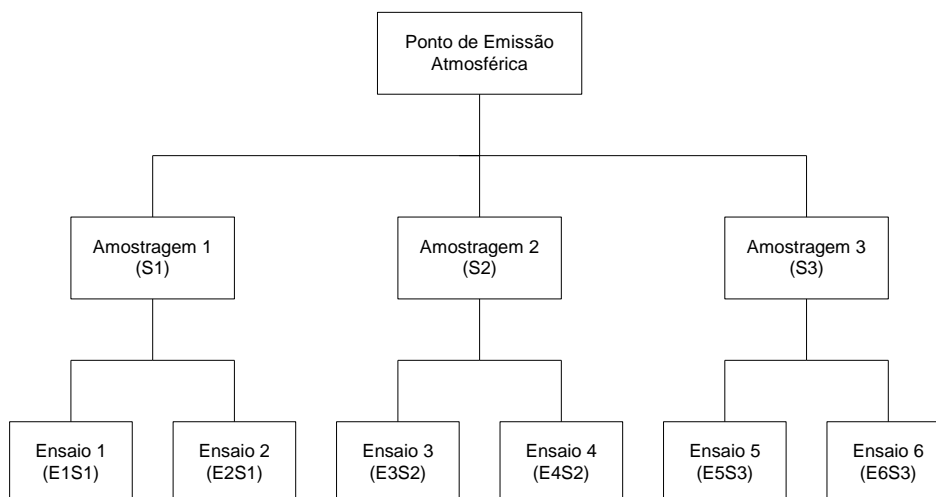
Se o método não estabelecer frequência, no mínimo, uma duplicata para cada tipo de matriz deve ser analisada a cada batelada de até 20 amostras (*SMWW*).

Para acesso às contribuições da amostragem para a incerteza de medição, é fundamental a análise em duplicatas, conforme mostra exemplo abaixo. O termo “contribuições da amostragem para a incerteza de medição” é usado para expressar as variabilidades temporal, espacial e inerente da amostra coletada. Para o cálculo de incerteza de medição (incluindo as contribuições da amostragem), uma das metodologias aplicadas é a publicada pelo EURACHEM, em 2007 (item 7.6), a qual é baseada na replicação dos procedimentos de amostragem ou partes deles (réplica de amostras). Esse método é o mais adequado para fins ambientais, pois considera que os analitos investigados podem variar em função do tempo e espaço.





Para emissões atmosféricas, pode-se aplicar o esquema do método das triplicatas simples para um ponto de emissão atmosférica. Cabe observar que este método não é aplicável a material particulado.



As definições das amostras fortificadas, a seguir, foram extraídas de SMWW e US EPA (itens 7.7 e 7.8):

**6.13 Amostra Fortificada, Matriz Fortificada** (matriz “spike”): é uma porção adicional de uma amostra à qual, antes do seu processamento, são adicionadas quantidades conhecidas dos analitos de interesse. É utilizada para avaliar a recuperação do método (e a sua exatidão) em uma matriz. Entende-se que esta adição é realizada nas instalações permanentes, para os ensaios que são realizados nestas instalações (próprias ou providos externamente). Para os parâmetros: turbidez, pH, temperatura, condutividade, oxigênio dissolvido (OD), potencial de oxirredução (ORP) esta fortificação não é aplicável.

Se o método não estabelecer frequência, no mínimo, uma amostra fortificada a cada lote de 20 amostras deve ser analisada.

**6.14 Duplicata de Amostra Fortificada, Duplicata de Matriz Fortificada** (Duplicata de Matriz “spike”): é uma segunda porção da mesma amostra utilizada para preparar a amostra fortificada à qual, antes do seu processamento, são adicionadas quantidades conhecidas dos analitos de interesse. É utilizada para avaliar a precisão do método em uma matriz. Entende-se que esta adição é realizada nas instalações permanentes, para os ensaios que são realizados nestas instalações (próprias ou providos externamente). Para os parâmetros: turbidez, pH, temperatura, condutividade, oxigênio dissolvido (OD), potencial de oxirredução (ORP) esta fortificação não é aplicável.

Amostra fortificada e duplicata de amostra fortificada são utilizadas primariamente para avaliar interferência de matriz.

Da mesma maneira que a amostra fortificada, se o método não estabelecer frequência, no mínimo, uma duplicata de amostra fortificada deve ser analisada a cada lote de 20 amostras.





**6.15 Branco Fortificado** (Branco “*Spike*”): Branco fortificado ou branco “*spike*” é um branco do método contendo os mesmos reagentes e preservantes utilizados nas amostras, no qual uma concentração conhecida do(s) analito(s) foi adicionada. Entende-se que esta adição é realizada nas instalações permanentes, para os ensaios que são realizados nestas instalações (próprias ou providos externamente). Para os parâmetros: turbidez, pH, temperatura, condutividade, oxigênio dissolvido (OD), potencial de oxirredução (ORP) estes Brancos não são aplicáveis.

É utilizado para avaliar o desempenho do laboratório (e a sua exatidão) e a recuperação do analito em água reagente. Como mínimo, um branco fortificado para cada batelada de até 20 amostras.

**Nota:** O preparo de amostras pode ser impraticável em caráter de rotina (ISO 5667, item 7.14). O estudo de avaliação de resultados de amostra fortificada em campo **pode** ser apresentado, no mínimo, dentro da validação de metodologia e feito em área em que já se tem o conhecimento prévio da concentração dos analitos-alvo, e que seja adicionada concentração de *spike* próxima aos valores legais, de forma a avaliar a recuperação nesta faixa mais crítica.

Outras amostras de controle e **garantia da validade dos resultados** podem ser necessárias, de acordo com o escopo do projeto e matriz ambiental; sugere-se consultar os métodos de referência empregados pelos laboratórios, além das bibliografias descritas nos itens 7 e/ou 12 para obtenção de mais detalhes. Destaca-se que a frequência e aplicabilidade destas amostras de controle e **garantia da validade dos resultados** dependem do número de amostras previstas para o projeto e dados históricos da área.

## 7 DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

Os documentos abaixo listados devem ser utilizados sempre em sua última versão.

ABNT NBR ISO/IEC 17025	Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração;
DOQ-Cgcre-020	Definições de termos utilizados nos documentos relacionados à acreditação de laboratórios, produtores de materiais de referência e provedores de ensaios de proficiência;
Eurachem	Measurement uncertainty arising from sampling. A guide to methods and approaches;
NIE-Cgcre-009	Uso da marca, do símbolo e de referências à acreditação;
NIT-Dicla-016	Elaboração de escopo de laboratórios de ensaios e de provedores de ensaios de proficiência;

## 8 INTRODUÇÃO

Todo ensaio a ser realizado por um laboratório requer um planejamento que defina as etapas do serviço a ser prestado ao cliente.

Em particular, os ensaios que envolvem amostragem são planejados em comum acordo com as partes interessadas, considerando especialmente o pedido, as especificações e o propósito do cliente.

Desta forma, o planejamento do ensaio contempla detalhes, desde o plano de amostragem, o procedimento empregado para a retirada das amostras e o seu manuseio nas instalações do cliente, o transporte, a recepção no laboratório e a triagem das amostras, o armazenamento, os pré-tratamentos e a execução da análise (método preparatório, método de introdução da amostra



no equipamento e método determinativo), a avaliação dos controles da qualidade, inclusive dos ensaios correlacionados, a qualificação dos resultados e as informações que estarão contidas no relatório de ensaios.

Os processos de medição (ensaios) que envolvem amostragem são avaliados considerando-se a relevância da atividade nos resultados analíticos emitidos pelos laboratórios aos seus clientes.

A responsabilidade pela elaboração (confeção) dos controles da qualidade (brancos, amostras fortificadas, etc.) é do laboratório que realiza o ensaio. Ou seja, caso o laboratório execute os ensaios para pH, cloro residual e temperatura da amostra, o mesmo deve ser responsável pelos controles da qualidade aplicáveis.

De forma geral, um ensaio que envolva amostragem pode ser representado pelas seguintes etapas:

- Amostragem;
- Ensaios nas instalações do cliente;
- Ensaios nas instalações permanentes;
- Resultados.

#### a) Amostragem

Deve ser adequada à finalidade dos ensaios, de forma a atender aos requisitos do cliente, inclusive os de natureza legal, e embasar-se em metodologias, nacional e internacionalmente reconhecidas e/ou Portarias e Regulamentos específicos.

São exemplos de especificações de natureza legal as Resoluções CONAMA 357, para águas superficiais (doces, salinas e salobras); CONAMA 357, 397 e 430, para efluentes (esgoto sanitário, efluentes industriais por tipo de segmento); CONAMA 454, para sedimentos; CONAMA 396 e 420, para águas subterrâneas; Portaria MS 2914:2011 Ministério da Saúde, para águas de consumo humano; Resolução ANVISA RDC 154:2004 (alterada pela ANVISA RDC 11:2014), para água de hemodiálise; considerando-se a sua aplicabilidade.

Resoluções CONAMA 316, 386, 382, 264 e 436 para fontes fixas de emissões atmosféricas, Resolução CONAMA 03/90 para qualidade do ar exterior e Resolução ANVISA RE Nº 9:2003 para qualidade do Ar Interior em Ambientes Climatizados Artificialmente de Uso Público e Coletivo.

A amostragem inclui um planejamento, apresentado sob a forma de plano de amostragem e procedimento específicos para cada matriz, local e situação, de acordo com o propósito do ensaio e estabelecidos de comum acordo entre todas as partes interessadas, para orientar a retirada de amostras, o manuseio e o ensaio.

As principais etapas do planejamento envolvem: a análise crítica do pedido do cliente (requisitos do cliente), incluindo a metodologia analítica a ser utilizada nas instalações do cliente e no laboratório (instalações permanentes), a mobilização, a retirada da amostra, o manuseio, o transporte, a recepção, a triagem das amostras, a avaliação dos controles de qualidade dos ensaios realizados nas instalações do cliente e o armazenamento.

Os ensaios nas instalações do cliente são, no mínimo, os solicitados pela legislação, normas ou especificação de clientes como, por exemplo, os ensaios solicitados pela ABNT NBR 15847 (turbidez, pH, temperatura, condutividade, oxigênio dissolvido (OD), potencial de oxirredução (ORP). Além da verificação da fase livre e do nível de água, sem ser necessária sua acreditação). A intervenção no interior do poço promove agitação e alteração no teor de diversos parâmetros. Os ensaios de pH, condutividade, OD, ORP, temperatura e turbidez antes do início da purga e no final da amostragem são importantes para a correta interpretação dos resultados. Caso o



laboratório opte por não executar a análise de tais parâmetros, o mesmo deve apresentar justificativa técnica comprovada que demonstre que o parâmetro não afeta a amostragem (7.2.1.7 da ABNT NBR ISO/IEC 17025).

Devido a sua contribuição para a incerteza de medição do resultado do ensaio, o manuseio das amostras requer cuidados especiais e deve ser orientado por procedimentos específicos para cada matriz, local de amostragem e situação.

#### **b) Ensaio nas instalações do cliente**

Dependendo da matriz e dos analitos a serem determinados, certos parâmetros devem ser medidos ainda nas instalações do cliente e devem constar do escopo de acreditação do laboratório.

Alguns exemplos são apresentados a seguir:

- Os parâmetros temperatura, pH, condutividade, oxigênio dissolvido (OD) e potencial de oxirredução (**ORP**) são determinantes para a retirada de água subterrânea por baixa vazão; somente após a estabilização destes parâmetros, pode ser iniciada a retirada da água. Vale ressaltar que independentemente do método de retirada de água subterrânea, temperatura, OD, **ORP** e pH devem ser analisados nas instalações do cliente.
- A medição, nas instalações do cliente, dos compostos voláteis totais auxilia na seleção dos horizontes de solo a serem retirados para análise de compostos orgânicos voláteis, em instalações permanentes.
- Dentre as condições de lançamento de efluente em corpo receptor, destacam-se pH, que deve ser medido *in situ*, devido ao seu curto prazo de validade (quinze minutos), e temperatura, cuja medição é representativa apenas no local em que o efluente se encontra.
- As medições de potencial de oxirredução em amostras de sedimento auxiliam na avaliação das condições ambientais e devem ser realizadas nas instalações do cliente, devido a sua instabilidade.
- A medição direta de pH e oxigênio dissolvido em corpos d'água superficiais auxiliam na avaliação da sua qualidade, em um determinado momento.

Para as emissões atmosféricas (fontes estacionárias), os seguintes parâmetros são realizados em campo: temperatura dos gases e da atmosfera, determinação de velocidade, vazão, diâmetro da boquilha, **umidade dos efluentes**, constante de trabalho, gases de combustão, entre outros.

Os procedimentos de amostragem para emissões atmosféricas (**mínimo de três coletas para determinações isocinéticas**) devem ser realizados na sua totalidade, não sendo permitidas simplificações ou diminuição no número de amostras coletadas.

**Nota:** O anexo 1 deste documento apresenta o conteúdo mínimo de planos de amostragem para ensaios de águas, efluentes, solos e sedimentos. O anexo 2 (orientativo) apresenta o conteúdo recomendado dos planos de amostragem para emissões atmosféricas, gases e poluentes da atmosfera, qualidade do ar exterior e ar interior em ambiente climatizado artificial de uso público e coletivo. No caso de ensaios de emissões atmosféricas, gases e poluentes da atmosfera, qualidade do ar exterior e ar interior em ambiente climatizado artificial de uso público e coletivo, a amostragem tem como objetivo a determinação quantitativa dos poluentes emitidos visando o enquadramento das fontes de poluição atmosféricas aos limites legais estabelecidos e a avaliação da eficiência dos sistemas de controle instalados e em operação, dentre outros.



### c) Ensaio nas instalações permanentes

Constitui-se na determinação dos analitos de interesse, com a utilização de metodologias de ensaios capazes de atenderem às especificações do cliente, com erro sistemático e incerteza de medição conhecidos e adequados para métodos quantitativos, e cujos resultados sejam garantidos com o uso dos equipamentos recomendados pelas normas de referência, que alcancem a exatidão requerida, das leituras das medições e das verificações necessárias, do uso regular de materiais de referência e/ou controle interno da qualidade, dentre outros.

As etapas seguintes se constituem no tratamento dos dados brutos, incluindo-se as transferências de dados; os cálculos; a análise crítica dos dados do controle interno da qualidade; a avaliação dos erros sistemáticos estimados nos ensaios de brancos e de recuperação de padrões de controle (*spikes*); a correlação de resultados de características diferentes de um mesmo item; a qualificação dos resultados e as estimativas das incertezas de medição associadas a todo o processo, que tenham influência na interpretação dos resultados.

### d) Resultados

Liberação e relato dos resultados qualificados e, onde aplicável, acompanhados das incertezas de medição associadas e de todas as informações necessárias à sua correta interpretação, e “onde pertinente uma declaração de conformidade / não conformidade aos requisitos e/ou especificações”.

Portanto, ensaios dos quais trata a política estabelecida neste documento devem ser avaliados como um todo, considerando-se a relevância de cada uma das etapas apresentadas acima.

## 9 POLÍTICA PARA ACREDITAÇÃO DE AMOSTRAGEM

A Dicla estabeleceu a seguinte política para a avaliação e a acreditação da amostragem para ensaios de águas, incluindo a utilizada em hemodiálise, e matrizes ambientais.

O laboratório que realiza amostragem e os respectivos ensaios, porém não **está** acreditado para amostragem, (isto é, acreditado apenas para os ensaios) não pode emitir relatórios com símbolo da acreditação ou fazer referência a esta, quando realizar a amostragem, uma vez que a amostragem é parte integrante do processo analítico.

Quando o laboratório não for responsável pela fase de amostragem (ou seja, que **a amostra** tenha sido fornecida pelo cliente), deve indicar no relatório que as amostras foram analisadas como recebido. Se o laboratório tiver conduzido ou dirigido a fase de amostragem, o laboratório deve apresentar no relatório os procedimentos utilizados (ou plano de amostragem) e comentar sobre quaisquer consequentes limitações impostas sobre os resultados.

O laboratório deve ser responsável por todas as informações fornecidas no relatório de ensaio, exceto quando os dados são fornecidos pelo cliente. Quando os dados são fornecidos pelo cliente, deve haver uma identificação clara dos mesmos. Além disso, um aviso deve ser colocado no relatório quando os dados são fornecidos pelo cliente e podem afetar a validade dos resultados de ensaio.

**A acreditação não será concedida (ou suspensa em qualquer tempo) caso não demonstrem satisfatoriamente que atendem aos requisitos do cliente.**

Neste contexto, são passíveis de acreditação da amostragem:



**9.1.1 Laboratórios que realizam o processo analítico integralmente, executando a amostragem, os ensaios nas instalações de clientes, o manuseio das amostras e os ensaios nas instalações permanentes.**

Neste caso, o laboratório será acreditado para amostragem, para os ensaios na instalação do cliente e para os ensaios nas instalações permanentes.

**9.1.1.1** Estes laboratórios devem evidenciar que atendem aos propósitos do cliente, conforme descrito no item 10.3.1 deste documento.

**9.1.2 Laboratórios que realizam o processo analítico parcialmente, executando somente a amostragem, os ensaios nas instalações do cliente e o manuseio das amostras, encaminhando frações dessas amostras para serem ensaiadas por laboratórios acreditados.**

Neste caso, o laboratório será acreditado apenas para a amostragem e para os ensaios nas instalações de clientes e deve atender à NIE-Cgcre-009 quanto ao uso do símbolo da acreditação na emissão dos relatórios de ensaio.

**9.1.2.1** Estes laboratórios devem evidenciar que atendem aos propósitos do cliente, conforme descrito no item 10.3.2 deste documento.

**9.2 Laboratórios que somente realizam ensaios nas instalações permanentes e utilizam serviços providos externamente de amostragem, ensaios nas instalações de clientes e manuseio das amostras, devem utilizar estes serviços providos externamente de laboratórios acreditados.**

Neste caso, o laboratório será acreditado apenas para ensaios nas instalações permanentes e deverá atender à NIE-Cgcre-009 quanto ao uso do símbolo da acreditação na emissão dos relatórios de ensaio.

**9.2.1** Estes laboratórios devem evidenciar que atendem aos propósitos do cliente, conforme descrito no item 10.3.3 deste documento.

**9.3** Os laboratórios que se enquadrarem nos requisitos 9.1.2 ou 9.2 devem atender integralmente ao disposto nos requisitos 9.1.2.1 e 9.2.1, além de descreverem de forma clara e detalhada os serviços que realizam e os serviços que são providos externamente.

**9.4** Laboratórios que recebam amostras de clientes (pessoa física ou jurídica), mediante atendimento de um protocolo entre as partes, devem ser responsáveis por todas as informações fornecidas no relatório de ensaio, exceto quando os dados são fornecidos pelo cliente. Quando os dados são fornecidos pelo cliente, deve haver uma identificação clara do mesmo. Além disso, um aviso deve ser colocado no relatório quando os dados são fornecidos pelo cliente e podem afetar a validade dos resultados de ensaio.



## 10 APLICAÇÕES PARTICULARES DOS REQUISITOS DA ABNT NBR ISO/IEC 17025 PARA LABORATÓRIOS QUE REALIZAM AMOSTRAGEM PARA ENSAIOS NA ÁREA DE MEIO AMBIENTE, INCLUINDO ENSAIO DE ÁGUA PARA HEMODIÁLISE NA ÁREA DE SAÚDE HUMANA

De forma a evidenciar que a atividade de amostragem está inserida no seu Sistema de Gestão e que os resultados dos ensaios atendem aos propósitos do cliente, inclusive as de natureza legal, os laboratórios devem:

**Nota:** Em negrito estão os requisitos correspondentes da ABNT NBR ISO/IEC 17025.

**10.1** Executar os ensaios de modo a satisfazer às necessidades dos clientes, legislação pertinente e órgãos regulamentadores, conforme estabelece o requisito 5.4.

**10.2** Supervisionar as atividades de amostragem e de manuseio das amostras, e que estas sejam realizadas por pessoal treinado e qualificado, conforme estabelecem os requisitos 6.2.1.

**10.3** Dispor de documentos e registros que evidenciem o atendimento do ensaio às necessidades do cliente, conforme estabelece o requisito 7.1.

**10.3.1** Os laboratórios que se enquadrem no item 9.1.1 deste documento devem dispor de procedimentos estabelecendo os mecanismos de cooperação adotados para a elaboração de planos e procedimentos de amostragem, de comum acordo com todas as partes interessadas.

**10.3.2** Os laboratórios que se enquadrem no item 9.1.2 deste documento devem dispor de mecanismos documentados de cooperação adotados para a elaboração de planos e de procedimentos de amostragem, de comum acordo com os laboratórios contratados e com as demais partes interessadas, bem como para a elaboração de contratos com os laboratórios acreditados para a realização dos ensaios fora do seu escopo. Estes contratos devem obrigatoriamente ser mantidos com os laboratórios contratados.

**10.3.3** Os laboratórios que se enquadrem no item 9.2 deste documento devem dispor de procedimentos estabelecendo os mecanismos de cooperação adotados para a elaboração de planos e de procedimentos de amostragem, de comum acordo com os laboratórios provedores externos dos serviços de amostragem e com as demais partes interessadas (devem ser estabelecidas cláusulas de responsabilidades técnicas de cada parte, incluindo a garantia da validade dos resultados da amostragem). Também devem dispor de procedimentos para a elaboração dos contratos, que obrigatoriamente devem ser mantidos com os laboratórios provedores externos dos serviços de amostragem.

**10.4** Estar dispostos a cooperar com os seus clientes para esclarecer questões referentes aos serviços prestados e para monitorar o próprio desempenho em relação ao trabalho realizado, inclusive a atividade de amostragem, conforme estabelece o requisito 7.1.7.

**10.5** Nas auditorias internas, a amostragem deve ser realizada em locais representativos considerando a especificidade de cada tipo de amostragem, cada local e matriz. Os resultados das auditorias internas devem ser considerados na análise crítica da Direção, conforme estabelecem os requisitos 8.8 e 8.9.

**10.6** Selecionar e utilizar métodos de ensaio normalizados ou métodos não normalizados apropriadamente desenvolvidos e validados, (conforme requisito 7.2). Devem também declarar no escopo o Limite de Quantificação (LQ) determinado para cada ensaio, de forma a atender às necessidades do cliente.



**10.7** Garantir a qualidade dos resultados, considerando a contribuição dos principais componentes da estimativa da incerteza de medição oriundas da amostragem, através de um estudo de avaliação, conforme estabelece o requisito 7.6.1.

**Nota:** É recomendável que o estudo dessas contribuições para a determinação da estimativa de incerteza de medição seja feito com base no documento *Measurement uncertainty arising from sampling. A guide to methods and approaches*, da EURACHEM.

**10.8** Possuir equipamentos adequados à retirada das amostras, conforme o requisito 6.4, bem como transporte apropriado ao condicionamento e preservação das amostras, conforme o requisito 7.4.

**10.9** Os resultados de ensaio que incluem amostragem devem ser apresentados conforme requisito 7.8.

Disponibilizar, sempre que solicitado pelo cliente, quaisquer informações necessárias à interpretação dos resultados, tais como: Limite de Detecção, Limite de Quantificação e Limite de Quantificação da Amostra, resultados de amostras de controle da qualidade obtidos nas instalações do cliente e no laboratório (brancos, duplicatas e amostras fortificadas, incluindo os resultados de recuperação e desvio-padrão relativo para acesso respectivamente, à exatidão e precisão, materiais de referência certificados, entre outros).

**10.9.1** No caso de relatórios de ensaios de emissões atmosféricas, gases e poluentes da atmosfera e ar interior em ambiente climatizado artificial de uso público e coletivo, recomenda-se que as seguintes informações devam ser apresentadas:

- a) Razão Social do empreendimento;
- b) Datas da realização da amostragem, entrada no laboratório, execução do ensaio analítico e emissão do laudo de Análise;
- c) Referência à Campanha (Mês/Ano) do Plano de Amostragem;
- d) Fonte de emissão e as respectivas condições operacionais durante cada coleta efetuada (alimentação de matéria-prima, produção, energia consumida, temperaturas e pressões);
- e) Sistema de controle (quando houver) e as respectivas condições operacionais durante cada coleta (perda de carga, vazão de líquido de lavagem, pH, temperaturas, energia consumida);
- f) Metodologias empregadas nas amostragens;
- g) Relatório com os resultados de todas as amostragens realizadas, juntamente com os laudos laboratoriais assinados por um técnico responsável, com o registro profissional;
- h) Cópia das planilhas de campo e de cálculos;
- i) Os relatórios de ensaio deverão estar devidamente assinados pelo técnico responsável, com indicação das metodologias e os seus limites de quantificação;
- j) Relação dos equipamentos utilizados indicando marca, modelo e número de identificação;
- l) Cópia dos certificados de calibração dos equipamentos envolvidos nas amostragens e análises (equipamentos de amostragem / monitores contínuos / cromatógrafos / espectrofotômetros e outros);
- m) Declaração formal da empresa monitorada, assinada pelo responsável pela unidade (Gerente Industrial, Gerente de Meio Ambiente, etc.), informando:
  - a real situação do processo produtivo no momento das amostragens da chaminé;
  - Atestado de que o equipamento de controle das emissões atmosféricas encontra-se sem vazamento.
- n) Relatórios de ensaio devidamente assinados pelo signatário autorizado;
- o) Declaração da estimativa da incerteza de medição.



## 11 ELABORAÇÃO DE ESCOPO

Os escopos devem ser elaborados de acordo com o estabelecido na NIT-Dicla-016, quanto à descrição da área de atividade/produto, classe de ensaio/descrição do ensaio, faixas e limites de quantificação e à inclusão da amostragem e ensaios realizados nas instalações de clientes.

## 12 BIBLIOGRAFIA

Os documentos citados abaixo foram utilizados para elaboração desta norma e também podem ser usados como fonte de consulta sobre amostragem.

US EPA – US Environmental Protection Agency – Superfund Program – Representative Sampling Guide – volume 1: soil.

US EPA – US Environmental Protection Agency – Tier I Data Validation Manual for the Ohio EPA.

US EPA - Standard Operating Procedure Six – Quality Assurance/ Quality Control Samples

USACE (US Army Corps of Engineers) – Environmental Quality. Requirements for the preparation of sampling and analysis plan.

USACE (US Army Corps of Engineers) – Environmental Quality. Guidance for evaluating performance - based chemical data – Engineer Manual

CETESB (Companhia Ambiental do Estado de São Paulo) – Guia nacional de coleta e preservação de amostras: água, sedimento, comunidades aquáticas e efluentes líquidos.

ISO 5667-14 – Water quality-Sampling – Part 14: Guidance on quality assurance of environmental water sampling and handling.

Nordic Innovation Centre - Christian Grøn, Jette Bjerre Hansen, Bertil Magnusson, Astrid Nordbotten, Mikael Krysell, Kirsten Jebjerg Andersen and Ulla Lund – Uncertainty for Sampling – TR 604.

Outras referências recomendadas:

Águas:

ISO 5667-3 - Water Quality - Sampling - Guidance on the Preservation and Handling of Water Samples

Águas subterrâneas:

ABNT NBR 15847: Amostragem de água subterrânea em poços de monitoramento - Métodos de purga

ABNT NBR 15492: Sondagem de reconhecimento para fins de qualidade ambiental - Procedimento

ABNT NBR 15495-1: Poços de monitoramento de águas subterrâneas em aquíferos granulosos – Parte 1 –Projeto e Construção;

ABNT NBR 15495-2: Poços de monitoramento de Águas Subterrâneas em aquíferos granulares – Parte 2 - Desenvolvimento

ABNT NBR 15847: Amostragem de águas subterrâneas em poços de monitoramento

Águas superficiais:

ISO 5667-23: Water Quality - Sampling - Determination of Priority Pollutants in Surface Water Using Passive Sampling

ISO 5667-1: Water Quality - Sampling - Guidance on the Design of Sampling Programmes and Sampling Techniques

ISO 5667-6: Water Quality - Sampling - Guidance on Sampling of Rivers and Streams

ISO 5667-9: Water Quality - Sampling - Guidance on Sampling from Marine Waters

ISO 5667-4: Water Quality - Sampling - Guidance on Sampling from Lakes, Natural and Man-Made



**Efluentes:**

ISO 5667-10: Water Quality - Sampling - Guidance on Sampling of Waste Waters

ABNT NBR 9897: Planejamento de amostragem de efluentes líquidos e corpos receptores

ABNT NBR 9898: Preservação e técnicas de amostragem de afluentes líquidos e corpos receptores - Procedimento

**Sedimentos:**

ISO 5667-12: Water Quality - Sampling - Guidance on Sampling of Bottom Sediments

ISO 5667-15: Water Quality - Sampling - Guidance on the Preservation and Handling of Sludge and Sediment Samples

ISO 5667-19: Water Quality - Sampling - Guidance on Sampling of Marine Sediments

**Solos:**

ISO 10381-7: Soil Quality - Sampling - Guidance on sampling of soil gas

ISO 10381-1: Soil Quality - Sampling - Guidance on the design of sampling programmes

ISO 10381-2: Soil Quality - Sampling - Guidance on sampling techniques

**Resíduos sólidos:**

ABNT NBR 10007: Amostragem de resíduos sólidos

**Gases e poluentes da atmosfera:**

ABNT NBR 12019: Efluentes gasosos em dutos e chaminés de fontes estacionárias-Determinação de material particulado.

**Qualidade do ar exterior:**

ABNT NBR 9547: Material particulado em suspensão no ar ambiente - Determinação da concentração total pelo método do amostrador de grande volume - PTS.

ABNT NBR 13412: Material particulado em suspensão na atmosfera - Determinação da concentração de partículas inaláveis pelo método do amostrador de grande volume acoplado a um separador inercial de partículas.

**Qualidade do ar interior em ambientes climatizados artificialmente de uso público e coletivo:**

Resolução ANVISA RE N° 9:2003 Amostragem para determinação de fungos no ar e dióxido de carbono no ar.



## ANEXO 1 CONTEÚDO MÍNIMO DO PLANO DE AMOSTRAGEM (ÁGUAS, EFLUENTES, SOLOS, SEDIMENTOS E RESÍDUOS INDUSTRIAIS)

A amostragem deve ser sempre precedida de um meticuloso planejamento. O planejamento da amostragem, do manuseio e da análise pode envolver diferentes interessados, tais como: os órgãos regulamentadores, os clientes, os consultores e o pessoal encarregado dos estudos e projetos, o pessoal do laboratório encarregado da comercialização, da análise crítica de pedidos, propostas e contratos, da amostragem, do manuseio (preservação, filtração (se aplicável), refrigeração, frascaria, transporte, recepção, registro, armazenamento, triagem e distribuição). O planejamento deve ser apresentado sob a forma de um plano de amostragem.

O plano de amostragem deve considerar informações pré-existentes na literatura e/ou de campanhas anteriores ou na falta destas, deve basear-se em informações obtidas por uma visita prévia, para observação das condições locais e, se necessário, a retirada de amostras que levem ao conhecimento de concentrações e interferentes, considerando o objetivo do projeto e o risco envolvido.

### **1 O plano de amostragem de águas, efluentes, solos, sedimentos e resíduos industriais deve conter, no mínimo, os seguintes elementos:**

1.1 O objetivo do ensaio, estudo ou projeto;

1.2 As especificações do cliente, inclusive as de natureza legal, expressas em leis, resoluções, regulamentos e normas técnicas;

1.3 Duração do estudo ou projeto;

1.4 Definição dos tipos de matrizes que serão amostradas e quantidade de amostra a ser retirada;

1.5 A definição dos locais para a amostragem e de sua acessibilidade, a definição da frequência da amostragem e a definição das datas e dos horários da amostragem;

1.6 A definição do pessoal de supervisão e do pessoal encarregado qualificado de acordo com cada uma das etapas do trabalho a ser realizado;

1.7 O programa de **garantia da validade dos resultados** da amostragem, estabelecido de acordo com as exigências das normas de referência (US EPA, SMEWW e literatura especializada) incluindo a informação das amostras que serão retiradas para fins de controle da qualidade, conforme solicitado pela norma de referência, considerando o histórico, o objetivo e o risco envolvido. São exemplos de controles: brancos de equipamento; brancos de campo; brancos de viagem; brancos de temperatura; para comparações interlaboratoriais ou amostra testemunho;

1.8 A informação sobre a qualidade da água reagente utilizada para o enxágue dos equipamentos no campo e para o preparo do branco dos reagentes utilizados para a preservação das amostras;

1.9 A informação sobre a qualidade dos reagentes utilizados para a preservação dos brancos e das amostras;

1.10 A informação sobre a seleção dos métodos analíticos e dos métodos de amostragem a serem utilizados para o ensaio dos brancos e das amostras, inclusive dos métodos de manuseio e de pré-tratamento no campo e no laboratório;



**1.11** A informação sobre a seleção dos equipamentos a serem utilizados para a retirada de amostras, para os ensaios de campo, e dos veículos a serem utilizados para o transporte da equipe e dos equipamentos, do material, das amostras e dos controles de qualidade;

**1.12** Informações sobre o recebimento e o armazenamento das amostras no laboratório;

**1.13** Informações sobre a validade das amostras com e sem preservação, considerando as instruções gerais e particulares da norma de referência, inclusive as diferenças de concentração;

**1.14** Relação de ensaios a serem realizados no campo, durante a amostragem, conforme solicitado pelas normas de referência e/ ou pela legislação vigente;

**1.15** Relação de procedimentos a serem utilizados;

**ANEXO 2**



**ANEXO 2**  
**CONTEÚDO RECOMENDADO DO PLANO DE AMOSTRAGEM PARA EMISSÕES**  
**ATMOSFÉRICAS, ENSAIOS EM GASES E POLUENTES DA ATMOSFERA E ENSAIOS DA**  
**QUALIDADE DO AR INTERIOR EM AMBIENTE CLIMATIZADO, ARTIFICIAL, DE USO**  
**PÚBLICO E COLETIVO**

A amostragem em dutos e chaminés de fontes estacionárias é um procedimento experimental utilizado para quantificar e avaliar as concentrações de poluentes emitidos provenientes dos processos industriais.

**Normalmente**, a amostragem é precedida de um meticuloso planejamento. O planejamento da amostragem, do manuseio e da análise pode envolver diferentes interessados, tais como: os órgãos regulamentadores, os clientes, os consultores e o pessoal encarregado dos estudos e projetos, o pessoal do laboratório encarregado da comercialização, da análise crítica de pedidos, propostas e contratos, da amostragem, do manuseio (preservação, filtração (se aplicável), refrigeração, frascaria, transporte, recepção, registro, armazenamento, triagem e distribuição). O planejamento deve ser apresentado sob a forma de um plano de amostragem.

**É recomendado que** o plano de amostragem **considere** informações pré-existentes na literatura e/ou de campanhas anteriores ou na falta destas, deve basear-se em informações obtidas por uma visita prévia, para observação das condições locais e, se necessário, a retirada de amostras que levem ao conhecimento de concentrações e interferentes, considerando o objetivo do projeto e o risco envolvido.

**2.1 Convém que o Plano de Amostragem para ensaios de emissões atmosféricas contenha, no mínimo, as seguintes informações:**

- 2.1.1 Objetivo da amostragem;
- 2.1.2 Produção (descrever a capacidade nominal e a previsão, em faixa, durante as coletas);
- 2.1.3 Previsão, em faixa, das condições operacionais dos equipamentos produtivos previstas para o período das coletas;
- 2.1.4 Tipo e consumo do combustível, bem como características de seus quantificadores de vazão;
- 2.1.5 Tempo para a realização das diversas etapas do processo, se houver;
- 2.1.6 Vazão de gases na chaminé;
- 2.1.7 Métodos de amostragem;
- 2.1.8 Pontos de coleta de amostras;
- 2.1.9 Parâmetros que serão analisados e procedimentos analíticos;
- 2.1.10 Descrição da chaminé e da plataforma para amostragem;
- 2.1.11 Cronograma de realização da amostragem, indicando os parâmetros que deverão ser avaliados em cada dia da campanha;
- 2.1.12 Relação dos técnicos envolvidos na amostragem, incluindo suas responsabilidades;
- 2.1.13 Método de coleta e análise;
- 2.1.14 Normas de referência;
- 2.1.15 Frequência de monitoramento;
- 2.1.16 Localização da fonte, em coordenadas geográficas;
- 2.1.17 Informações sobre a chaminé a ser monitorada: presença/ausência de emissões fugitivas devido à ineficácia do sistema de exaustão ou vazamentos de gases no sistema de ventilação;
- 2.1.18 Relação dos equipamentos usados nas amostragens indicando marca, modelo e número de identificação;
- 2.1.19 Identificação do laboratório acreditado pela Cgcre responsável por realizar os ensaios.



**2.2 O Plano de Amostragem para ensaios em gases e poluentes da atmosfera deve conter as seguintes informações:**

- 2.2.1 Mapa com a localização das estações de qualidade do ar com as coordenadas geográficas;
- 2.2.2 Parâmetros a serem monitorados;
- 2.2.3 Métodos de amostragem;
- 2.2.4 Frequência da amostragem;
- 2.2.5 Normas de referência;
- 2.2.6 Interferências locais (prédios, árvores, entre outros).

**2.3 O Plano de Amostragem para ensaios da qualidade do ar interior em ambiente climatizado artificial de uso público e coletivo deve conter as seguintes informações:**

- 2.3.1 O objetivo da amostragem e dos ensaios;
  - 2.3.2 Descrição com a localização dos pontos de amostragem;
  - 2.3.3 Definição do número de pontos da amostragem;
  - 2.3.4 Parâmetros a serem monitorados;
  - 2.3.5 Métodos de amostragem;
  - 2.3.6 Frequência da amostragem;
  - 2.3.7 Normas de referência;
  - 2.3.8 Interferências locais (mobiliário, portas, e outras interferências à circulação do ar interior, circulação de pessoas).
-