

**Historial de versões**

| <b>Versão</b> | <b>Data</b> | <b>Razões para a nova versão</b>   |
|---------------|-------------|--|
| <b>1</b>      | 06/02/2008  |  |
| <b>8</b>      | 09-01-2017  | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Actualização das referências bibliográficas, nomeadamente, a Recomendação ERSAR nº 1/2017 e inclusão dos documentos Decreto-Regulamentar nº5/97 de 31 de Março e “Orientações para Execução do Programa de Vigilância Sanitária das Piscinas”.</li> <li>✓ Actualização das versões dos documentos internos alterados.</li> <li>✓ Inclusão da referência à instrução de trabalho, IT-REC-05, “Instruções para a Colheita de Amostras no Âmbito do Controlo de Qualidade Interno”.</li> </ul> |
| <b>9</b>      | 11-05-2018  | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Actualizada a versão e do âmbito do PT-REC-03</li> <li>✓ Inclusão do PT-REC-09, “Recolha de Amostra para a Pesquisa e Quantificação de Legionella”</li> <li>✓ Revisão do ponto 2 “Referências”</li> </ul>   |
| <b>10</b>     | 10-08-2021  | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Actualizadas as versões dos procedimentos auxiliares de recolha, PT-REC-XX</li> </ul>   |
| <b>11</b>     | 14-10-2021  | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Actualizadas as versões dos procedimentos auxiliares de recolha, PT-REC-XX</li> <li>✓ Inclusão da referência à aplicação <i>Android</i> “<i>Samplig</i>” (Ambidata)</li> </ul>  |
| <b>12</b>     | 08-05-2023  | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Actualizadas as versões dos procedimentos auxiliares de recolha, PT-REC-XX</li> </ul>   |

## 1. Âmbito

Este método é aplicável a amostras de águas de consumo, naturais doces, naturais salinas [incluindo balneares (fluviais e marinhas)], piscinas, lixiviados, águas residuais, águas de processo, solos, sedimentos, lamas e resíduos sólidos. A definição do plano de amostragem é feita de acordo com os requisitos estatuidos na legislação em vigor ou de acordo com os requisitos do Cliente, nos casos das acções de auto-controlo. A definição do plano de amostragem não faz parte do âmbito deste método.

## 2. Referências

- “Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater”. APHA, AWWA, WPCF, Washington.
- ISO 5667-1. Water quality. Sampling. Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques.
- ISO 5667-3. Water quality. Sampling. Part 3: Guidance on the preservation and handling of water samples.
- ISO 5667-4. Water quality. Sampling. Part 4: Guidance on sampling from lakes, natural and man-made.
- ISO 5667-5. Water quality. Sampling. Part 5: Guidance on sampling of drinking water from treatment works and piped distribution systems.
- ISO 5667-6. Water quality. Sampling. Part 6: Guidance on sampling of rivers and streams.
- ISO 5667-10. Water quality. Sampling. Part 10: Guidance on sampling of waste waters.
- ISO 5667-11. Water quality. Sampling. Part 11: Guidance on sampling of groundwaters.
- ISO 5667-14 - Water quality sampling - Part 14: Guidance on quality assurance of environmental water sampling and handling;
- NP EN ISO 5667-13. Qualidade da água. Amostragem. Parte 13: Guia para a amostragem de lamas provenientes de estações de tratamento de água e de águas residuais.
- ISO 5667-15. Water quality. Sampling. Part 15: Guidance on sampling of groundwaters.
- ISO 19458. Water quality. Sampling for microbiological analysis.
- The Microbiology of Drinking Water (2010)-Part 2- Practices and procedures for sampling - Environment Agency.
- Recomendação ERSAR n.º 01/2017 “Procedimento para a colheita de amostras de água para consumo humano em sistemas de abastecimento”.
- Direção-Geral da Saúde. (Março de 2014). Orientações para Execução do Programa de Vigilância Sanitária das Piscinas. (Administração Regional de Saúde de Lisboa e Vale do Tejo) Obtido em 07 de Janeiro de 2017, de <https://www.dgs.pt/delegado-de-saude-regional-de-lisboa-e-vale-do-tejo/paginas-acessorias/ficheiros-externos/saude-ambiental/piscinas/orientacoes-pvs-piscinas-2014-pdf.aspx>
- Guia Relacre 28 Amostragem de Águas”. Edição: Relacre. ISBN: 978-972-8574-42-0.
- Manual para a avaliação da qualidade biológica da água em lagos e albufeiras segundo a Directiva Quadro da Água – Protocolo de amostragem e análise para o fitoplâncton, Instituto da Água, I.P., Julho, 2009”.

### 3. Gama de aplicação

Não aplicável.

### 4. Princípio do método

Definir as metodologias que, em função do tipo de amostra, dos ensaios a realizar, dos objectivos da caracterização e das condicionantes particulares de cada situação, permitam recolher amostras que sejam partes representativas do todo que se pretende caracterizar e que minimizem as probabilidades de alteração das características antes, durante e depois da colheita, permitindo que as amostras analisadas reflectam com exactidão o universo de onde foram colhidas.

Métodos analíticos validados só podem produzir resultados de confiança e elevada qualidade, quando o pessoal do laboratório e de campo usam as melhores técnicas, de colheita e manuseamento das amostras, de forma consistente.

Este método e os documentos nele referidos definem as práticas de colheita, identificação, rastreabilidade, transporte e armazenamento das amostras até a realização dos ensaios analíticos.

#### 4.1. Amostras e Informação representativas

Uma amostra é representativa quando reflecte as mesmas características e pode ser considerada como um subconjunto preciso do material que está a ser medido. Amostras representativas colhidas de modo semelhante, ao mesmo tempo e no mesmo local, têm igual probabilidade de conduzirem ao mesmo resultado.

A integridade do analito alvo de interesse deverá ser mantida, através da tomada de medidas para que as características físicas, químicas e biológicas das amostras não sejam comprometidas. Os procedimentos de colheita e manuseamento da amostra são etapas chave no garante de que as amostras permanecem representativas. O controlo da temperatura e a preservação química são duas medidas que podem ser tomadas para estabilizar a amostra após a colheita, durante o transporte e o tempo de armazenamento até à realização da análise. A amostra deverá também ser protegida da contaminação por materiais estranhos. As melhores práticas deverão também ser seguidas nos procedimentos de registo da informação, manutenção da “cadeia-de-custódia”, etiquetagem da amostra, transporte e de armazenamento.

A escolha do tipo de amostra – pontuais, compostas, em contínuo – irá depender do tipo de informação que se pretende obter, valores médios, máximos ou mínimos de um determinado contaminante. A colheita de amostras pontuais pode ser recomendada para a determinação de parâmetros instáveis, como o oxigénio dissolvido.

Em resumo, uma amostra que chegue ao laboratório deverá ser rastreável à sua origem, ao tempo e data de colheita e deverá continuar a reflectir com exactidão a concentração do analito alvo no local e instante da amostragem.

## **4.2 Armazenamento**

O armazenamento é, também, uma actividade que tem de ser regulamentada e controlada. A refrigeração das amostras a uma temperatura de  $5 \pm 3$  °C é geralmente adequada. O intervalo de tempo entre colheita da amostra e a realização da análise deverá ser gerido no sentido de minimizar as alterações na concentração do analito.

## **4.3 Planeamento da Amostragem**

Os planos e estratégias de amostragem ambiental enquadram-se, geralmente, em dois tipos: legal ou probabilístico. Estratégias de amostragem legal baseiam-se em instruções que são definidas em leis, licenças e outros documentos de autorização. Esta abordagem é usada quando existe um entendimento prévio do sistema e das suas características. Nesta situação, a legislação e outras recomendações legais são usadas para especificar os pontos de amostragem e a respectiva frequência.

Uma abordagem probabilística será usada em investigações ambientais definidas para determinar a origem e/ou a extensão de uma possível contaminação de uma área. Esta abordagem assenta na experiência de campo, documentação histórica e no comportamento do contaminante sob condições ambientais específicas.

A norma ISO 5667-1 consiste num “Guia geral para o planeamento de programas de amostragem”. Este documento normativo deverá ser consultado sempre que surja alguma dúvida ou alguma situação que tenha requisitos específicos.

O Planeamento da amostragem não se encontra no âmbito deste procedimento.

## **5. Interferências**

Não aplicável

## **6. Amostragem e Preservação**

Ver item 9.

|                           |   |  |                     |
|---------------------------|---|--|---------------------|
| <b>Data:</b> 08/Maio/2023 | <b>Elaborado:</b><br>João Pedro Pereira | <b>Aprovado:</b> João Pedro Pereira<br>Elsa Barracho | <b>Página:</b> 4/15 |
|---------------------------|---|--|---------------------|

## 7. Material

- Malas térmicas e acumuladores
- Carrinhas com ou sem Câmara térmica refrigerada
- Frascos de vidro e de plástico de capacidades variadas e com ou sem agentes de conservação
- Amostradores automáticos
- Frascos de mergulho
- Garrafas de mergulho com mensageiro
- Hastes metálicas com sistema de fixação de frascos
- Caixas Plásticas
- Pás
- Medidor de nível piezométrico
- Disco de Secchi
- Bomba submersível, com gerador e transformador
- “Bailers”
- Frasco de mergulho
- Etiquetas e canetas permanentes
- Sonda de temperatura
- Sonda “Multiparamétrica”, cabo 80 metros
- Luvas
- Óculos de Protecção
- Vestuário de Protecção e de sinalização (sempre que se justifique)
- Álcool a 70% ou outro desinfetante
- Maçarico e gás
- Isqueiro
- Outro que seja identificado pelo GAT.

## 8. Soluções e Reagentes

- Ácido Nítrico concentrado, solução comercial a 65%
- Ácido Sulfúrico concentrado, solução comercial a 95-97%
- Ácido Clorídrico concentrado, solução comercial a 37%
- Hidróxido de sódio, solução 15N
- Tiosulfato em cristais
- Dicromato de Potássio, solução a 10% (m/v)
- Etilenodiamina, EDA, solução aquosa 10 mg/mL)
- Água ultra pura

## **9. Procedimento**

### **9.1 Planeamento da Amostragem**

O Planeamento da Amostragem é da responsabilidade do Gabinete de Apoio Técnico, GAT. Esta actividade é feita de acordo com o descrito no procedimento PE-TEC-01 “Recolha de Amostras”.

O cronograma dos trabalhos é entregue, por uma das técnicas do GAT, ao técnico das recolhas. Sempre que necessário, com o cronograma é fornecido a listagem de material necessário.

O GAT é responsável por incluir no planeamento as colheitas necessárias para cumprir os planos de controlo interno da qualidade, definidos no item 11 do presente procedimento técnico.

### **9.2 Preparação do Material e do Equipamento Necessários**

#### **9.2.1 Considerações Gerais**

Como foi referido a integridade do analito alvo de interesse deverá ser mantida desde a recolha até à realização da análise. Consequentemente os recipientes e instrumentos utilizados devem manter a composição da amostra de modo a evitar perdas por adsorção e volatilização ou contaminação com substâncias estranhas.

Alguns factores específicos envolvidos na selecção dos recipientes utilizados na colheita e armazenagem das amostras são: resistência a temperaturas extremas, resistência à quebra, eficiência no fechar e no abrir, tamanho, forma, peso, custo, possibilidade de lavagem e reutilização. Além destas características físicas os recipientes destinados a colher e a armazenar as amostras devem ser seleccionados segundo os seguintes critérios:

- minimização da contaminação da amostra pelo material de que o recipiente ou a rolha são feitos, por exemplo, lixiviação dos constituintes inorgânicos a partir do vidro (especialmente o vidro macio) e compostos orgânicos e metais a partir dos plásticos e elastómeros;
- facilidade de lavar e tratar as paredes dos recipientes de modo a reduzir a contaminação da amostra;
- serem constituídos por materiais inertes químicos e biológicos de modo a impedir ou minimizar reacções entre a amostra e os recipientes;
- os recipientes também podem originar erros devido à adsorção das substâncias a analisar. Os metais em quantidades vestigiais são particularmente sensíveis a este efeito, mas outras substâncias a analisar (por exemplo detergentes, pesticidas, fosfatos) podem também ser sujeitas a erro.
- garantir que cumprem com os requisitos especiais de certos grupos de analitos: matérias fotossensíveis como as algas, os contaminantes orgânicos vestigiais e/ou muito voláteis, microbiologia, ....

Com base nas considerações anteriores são escolhidos os recipientes usados no CESAB. Sempre que se escolhe um novo tipo de recipiente ou se muda de fornecedor é feita uma avaliação prévia à sua utilização

em rotina. Esta avaliação prévia consiste, entre outros ensaios específicos, na realização de ensaios de lixiviação em condições de rotina e em condições extremas, longos períodos e/ou concentrações superiores ao normal de ácidos e/ou bases, na análise de brancos, ...

Se os resultados forem satisfatórios, os recipientes são identificados de acordo com o analito ou família de analitos para os quais vão ser usados, o que por vez permite uma segregação por tipo de pré-tratamento e por tipo de agente de preservação usado. A identificação é feita com base num código de cores. As metodologias definidas para estas actividades encontram-se definidas nos procedimentos técnicos:

- Conservação e Manipulação de Vasilhame, PT-VAS-01;
- Instruções de conservação e utilização de vasilhame, PT-VAS-02, permanentemente atualizadas em <https://cesab.pt/?p=9&id=8>.

Estes dois documentos definem, também, as regras para adição de conservantes aos recipientes antes da colheita. Em situações não previstas nestes documentos a Responsável Técnica do Laboratório em conjunto com os técnicos superiores do GAT definem o procedimento de conservação e o tipo de recipiente adequados. Neste processo consulta, entre outras fontes, os métodos de análise dos analitos alvo e a norma ISO 5667-3, “Water quality – Sampling – Part 3: Guidance on the preservation and handling of samples”. Associada a cada frasco usado nas colheitas existe sempre uma etiqueta que é configurada no LIMS e que permite rastrear o tipo de vasilhame e conservante usados.

Os equipamentos usados nas colheitas são escolhidos pelos técnicos do GAT e sempre que necessário com o auxílio da responsável técnica do laboratório. Na selecção e aquisição destes equipamentos são seguidas as metodologias estatuídas nos procedimentos de gestão:

- Gestão de Equipamentos, PE-TEC-04
- Aprovisionamento/Compras, PE-TEC-09

As características dos equipamentos devem garantir, entre outras características técnicas particulares, que: os materiais das partes que estão em contacto directo com a água minimizam a adsorção, a contaminação entre amostras e a migração de compostos para a amostra; são fáceis de lavar; podem ser usados no exterior em condições adversas de temperatura e humidade com adequada protecção eléctrica.

Os principais perigos, potenciais riscos e respectivos danos associados bem como as medidas de minimização, associados à preparação de vasilhame e à colheita de amostras, encontram-se definidos no procedimento técnico:

- Higiene e Segurança dos Técnicos das Recolhas, PT-REC-01, versão 04 datada de 14/outubro/2021.
- “Identificação e Avaliação de Riscos” em vigor.

## 9.2.2 Metodologia de trabalho

O vasilhame necessário às recolhas programadas é preparado de acordo com o cronograma e informações fornecidas pelos técnicos superiores do GAT, no Diário semanal de cada Técnico das Recolhas, gerado pelo LABWAY-LIMS.

Quando a recolha das amostras é efectuada pelo cliente o procedimento seguido é:

1. Separar o vasilhame correspondente aos grupos de parâmetros, para o que segue os Procedimentos Técnicos, PT-VAS-DD, (consultar Pasta “Gestão dos Procedimentos Técnicos e Impressos”) em função das análises a efectuar;
2. Cola uma “Etiqueta” em cada frasco. Estas “Etiquetas” são emitidas pelo “LabWay-LIMS” e referem o local de amostragem, tipo de vasilhame, existência de conservante e código de colheita. No caso dos frascos para a análise de parâmetros microbiológicos a etiqueta é colada, pelo Cliente, após a recolha da amostra;
3. Acondiciona os frascos respeitantes às recolhas a efectuar, por Cliente, no número de malas térmicas necessárias. Em cada mala térmica é colocado um frasco com a identificação na etiqueta “Temperatura de Transporte”;
4. Acrescenta o número de acumuladores necessários por mala térmica e junta os Procedimentos Técnicos, PT-REC-DD, (consultar Pasta “Gestão dos Procedimentos Técnicos e Impressos”) respeitantes ao tipo de amostras a efectuar. Este envio só se efectua quando se trata de novos clientes ou quando se verifique qualquer actualização das referidas instruções;
5. Rotula a mala térmica com o Nome e quando necessário o Endereço do Cliente;

Por último, o Técnico procede ao envio das malas térmicas aos Clientes, se necessário por intermédio do transportador, e envia o original da “Senha de Transporte”, quando aplicável, à Contabilidade e uma cópia ao Responsável pelo Planeamento.

No caso das recolhas a efectuar pelos Técnicos do CESAB, o vasilhame é preparado antes da data da recolha seguindo as instruções referidas anteriormente (com a excepção do ponto 4). Os acumuladores térmicos e o gelo, caso não seja utilizada uma carrinha com câmara refrigerada, são colocados no dia da recolha antes da saída para campo. Também os frascos com a identificação na etiqueta “Temperatura de Transporte” são adicionados em função da utilização de uma viatura com ou sem sistema de refrigeração. Adicionalmente o técnico do CESAB assegura-se que;

- reuniu e acondicionou correctamente para o transporte todos os dispositivos e equipamentos necessários às colheitas e de que estes se encontram em adequado estado de limpeza e operacionalidade;
- reuniu todos os dispositivos de protecção pessoal necessários para as colheitas previstas;

- reuniu e acondicionou correctamente para o transporte todos os equipamentos necessários à realização das análises em campo e de que estes se encontram em adequado estado de limpeza, operacionalidade e calibração. Sempre que o método de análise o refira, é necessário preparar e levar para campo água desmineralizada, padrões de controlo e outras amostras relativas ao controlo de qualidade do método analítico e/ou do método de amostragem [ver item 11 deste documento].

O Técnico faz-se também acompanhar de todas as instruções e impressos necessários – relatório de campo, impressos para registos, ..., ou em alternativa assegura-se que transfere os relatórios de colheita, na aplicação Android Sampling, para o modo *off-line*.

### 9.3 Realização das Colheitas de Amostras

O Técnico munido de toda a informação – contactos dos clientes, localização do locais e pontos de amostragem, tipo de amostras a colher, procedimentos a utilizar, medidas de minimização dos riscos, relatório de campo e instruções de trabalho, impressos, ... - e de todo o material, reagentes e equipamentos necessários desloca-se, sempre que possível na companhia de um representante do Cliente, para os locais de amostragem.

Em cada viatura existe uma pasta com toda a informação técnica necessária, nomeadamente os procedimentos técnicos de colheita a adoptar em cada tipo de situação/matriz:

- Recolha de Águas de Redes de Abastecimento, PT-REC-02, versão 12 datada de 11/04/2023;
- Recolha de Amostras de Águas em Poços e Furos, PT-REC-03, versão 04 datada de 25/08/2022;
- Recolha de Águas de Piscinas, PT-REC-04, versão 06 datada de 24/08/2022;
- Recolha de Águas em Praias Fluviais e Praias Costeiras PT-REC-05, versão 05 datada de 14/10/2021;
- Recolha de Amostras de Águas Residuais e Lixiviantes, PT-REC-06, versão 07 datada de 14/10/2021;
- Recolha de Lamas e Solos, PT-REC-07, versão 05 datada de 09/Janeiro/2017
- Recolha de Amostra para a Pesquisa e Quantificação de Legionella, PT-REC-09, versão 02 datada de 14/10/2021.

Estes procedimentos indicam as metodologias a seguir nas situações mais frequentes. Nas situações não previstas ou quando o técnico das recolhas entender necessário fazer alguma adaptação, o GAT deve ser consultado antes da realização da colheita. Só depois de validada, pelo GAT, a metodologia a seguir, é que a colheita pode ser efectuada. Todas as situações não previstas, bem com os desvios ao procedimentado têm de ser registados no relatório de colheita ou na guia de transporte (nas situações mais simples).

Cada um dos recipientes necessários para acondicionar a amostra deve ser usado de acordo com as indicações constantes no procedimento técnico, PT-VAS-02. Situações particulares, como por exemplo a filtração em campo, são descritas nas instruções de trabalho/relatório de campo.

|                           |   |  |                     |
|---------------------------|---|--|---------------------|
| <b>Data:</b> 08/Maio/2023 | <b>Elaborado:</b><br>João Pedro Pereira | <b>Aprovado:</b> João Pedro Pereira<br>Elsa Barracho | <b>Página:</b> 9/15 |
|---------------------------|---|--|---------------------|

Os procedimentos de controlo de qualidade relativos à amostragem, e os respectivos registos, devem ser efectuados de acordo com o previsto na instrução de trabalho e no item 11 do presente documento.

As análises a efectuar em campo, e os respectivos registos, deverão ser feitas de acordo com o definido nos respectivos métodos de análise. Estes procedimentos encontram-se disponíveis em todas as carrinhas.

A temperatura da primeira e da última amostra recolhida, em cada dia de trabalho, deve ser medida no momento da colheita. Estas temperaturas serão usadas como referência para o controlo da temperatura durante o transporte das amostras. No caso de se utilizar uma carrinha não refrigerada, é também necessário o registo da temperatura, no momento da colheita, da primeira amostra colocada em cada mala térmica.

A temperatura de transporte deve ser sempre controlada/efectuada em frasco independente das amostras.

Usar, sempre que possível, frascos com a identificação na etiqueta “Temperatura de Transporte”.

No item seguinte é detalhada a metodologia a seguir.

#### **9.4 Acondicionamento e Transporte**

No final da colheita, os recipientes são acondicionados em malas térmicas nas carrinhas não refrigeradas e em cestos ou malas térmicas sem tampa no caso das carrinhas refrigeradas.

As malas térmicas estão identificadas com siglas: AL “Águas Limpas” e AR “Águas Residuais”.

Nas malas térmicas com a sigla AL apenas devem ser acondicionadas e transportadas as seguintes matrizes: Águas de Consumo, Águas Naturais Doces e Salinas [incluindo balneares (fluviais e marinhas)], Águas de Piscinas e Águas de Processo e outras afins. NUNCA acondicionar e transportar amostras de diferentes matrizes na mesma mala térmica.

Nas malas térmicas com a sigla AR apenas devem ser acondicionadas e transportadas as seguintes matrizes: Águas Residuais, Lixiviados, Lamas, Solos, Sedimentos e outras afins.

#### **Se a carrinha NÃO for refrigerada:**

- durante a colheita, no relatório de colheita (RC) ou no “Sampling”, deve ser identificado o número da mala térmica onde cada amostra é acondicionada;

|                           |   |  |                      |
|---------------------------|---|--|----------------------|
| <b>Data:</b> 08/Maio/2023 | <b>Elaborado:</b><br>João Pedro Pereira | <b>Aprovado:</b> João Pedro Pereira<br>Elsa Barracho | <b>Página:</b> 10/15 |
|---------------------------|---|--|----------------------|

- nas malas térmicas devem ser colocados, em número suficiente, acumuladores refrigerados, tendo o cuidado de não os colocar em contacto directo com os frascos contendo as amostras para a realização dos parâmetros de microbiologia.

A temperatura da primeira e da última amostra colhida no dia de trabalho, bem como, a temperatura da primeira amostra que é acondicionada em cada mala térmica deve ser medida, no momento da colheita, e registada no RC, ou no “Sampling”, no campo “Temp. da Colheita (°C)”.

Cada Técnico de Recolhas deve ainda ter o cuidado de levar termoacumuladores de frio suficientes para os Clientes que são responsáveis pela colheita e o CESAB apenas responsável pelo transporte em carrinha não refrigerada.

No momento em que recolhe as malas, nas instalações do Cliente, o Técnico do CESAB deve:

- medir e registar a temperatura da amostra de controlo em cada mala térmica;
- sempre que necessário colocar termoacumuladores adicionais nas malas térmicas.

À chegada ao laboratório as temperaturas de transporte devem ser novamente determinadas e registadas no RC, ou no “Sampling”, no campo “Temp. da Entrada (°C)”. A temperatura das amostras não deve aumentar, desde a colheita (ou desde o levantamento no Cliente) até à entrega no laboratório.

Se se registar um aumento na temperatura, deve ser comunicado à Directora Técnica do Laboratório para que tome as acções adequadas.

#### **No caso de a carrinha ser refrigerada:**

- as amostras devem ser acondicionadas e transportadas em cestos ou em malas térmicas sem a tampa, para facilitar as trocas térmicas;

- A temperatura da primeira e da última amostra colhida, no dia de trabalho, deve ser medida, no momento da colheita, e registada no RC, ou no “Sampling”, no campo “Temp. da Colheita (°C)”. À chegada ao laboratório as temperaturas da primeira e da última amostra colhida devem ser novamente determinadas e registadas no RC no campo “Temp. da Entrada (°C)”. A temperatura das amostras não deve aumentar, desde a colheita até à entrega no laboratório.

Se se registar um aumento na temperatura, deve ser comunicado à Directora Técnica do Laboratório para que tome as acções adequadas.

Sempre que exista a possibilidade de o período de tempo entre a colheita e a chegada ao laboratório ultrapassar as 8 horas, a temperatura deverá ser registada em contínuo, com um *datalogger*. Neste caso as amostras deverão ser mantidas a uma temperatura de  $5 \pm 3^\circ\text{C}$ .

A informação do datalogger deve ser avaliada, no momento da chegada ao laboratório e em caso de desvio aos critérios de aceitação, a Directora Técnica do Laboratório deve ser avisada para que tome as acções adequadas.

A temperatura de transporte é controlada para todos os tipos de produto

## 10. Resultados

Não aplicável.

[A regulamentação da forma de apresentação dos resultados de determinações feitas em campo é feita nos respectivos métodos de ensaio.]

## 11. Controlo de qualidade

O controlo de qualidade da colheita de amostras implementado tem como objectivo detectar falhas que surjam, nomeadamente, devido a:

- alteração da amostra por contacto com os materiais dos equipamentos e recipientes usados nas colheitas, por contaminação entre amostras ou pelo processo de conservação da amostra;
- instabilidade da amostra não minimizada (incorrecta manipulação da amostra e introdução no recipiente adequado, incorrecta conservação e o não controlo da temperatura), desde a recolha até à chegada ao laboratório e durante o período de armazenamento no laboratório até à realização da análise.

Os reagentes químicos usados na preservação das amostras são todos de grau de pureza adequada. As soluções são preparadas, quando necessário, por um técnico analista. As quantidades de agente conservante adicionadas são determinadas com base nos respectivos métodos de ensaios, em normas de referência relativas à conservação de amostras e por ensaios de verificação, no caso do controlo do pH ou da inactivação do cloro residual. Com uma periodicidade mínima semestral é feito um controlo do pH das amostras previamente conservadas e avaliado se está de acordo com o pretendido. Nas amostras em que inactivado o cloro é confirmada a ausência de cloro nas alíquotas a usar. São mantidos registos destas actividades.

Sempre que detectado um desvio ao estipulado é aberto um registo de situação anómala, IP-PCQ-12, e/ou uma não conformidade, MA-QUA-03.

O controlo da temperatura desde a recolha das amostras até à chegada ao laboratório é um factor importante na estabilização das mesmas.

Nota: A norma ISO 19458:2006 “*Water quality – Sampling for microbiological analysis*” refere apenas que para amostras transportadas por períodos superiores a 8h, é necessário monitorizar e registar a temperatura e o procedimento a usar deve estar definido e documentado.

|                           |   |  |                      |
|---------------------------|---|--|----------------------|
| <b>Data:</b> 08/Maio/2023 | <b>Elaborado:</b><br>João Pedro Pereira | <b>Aprovado:</b> João Pedro Pereira<br>Elsa Barracho | <b>Página:</b> 12/15 |
|---------------------------|---|--|----------------------|

Como foi referido, o transporte das amostras faz-se, quando se utilizam carrinhas com caixas térmicas refrigeradas, em malas térmicas sem as tampas colocadas ou em cestos perfurados. Quando se utilizam carrinhas não refrigeradas, as amostras são transportadas em malas térmicas, fechadas, com acumuladores de frio e/ou com gelo. Como controlo mínimo diário da temperatura é registada a temperatura, no momento da recolha e à chegada ao laboratório, da primeira e última amostras recolhidas no caso das carrinhas refrigeradas. Nas carrinhas não refrigeradas para além do controlo da temperatura da primeira e última amostras, em todas as malas térmicas deve seguir um frasco para controlo da “Temperatura de transporte”, o frasco deve ser colhido em paralelo com a primeira amostra a ser acondicionada na mala térmica. Com uma periodicidade mínima mensal é colocado um *logger* numa mala térmica, de forma aleatória, e feito o registo em contínuo da temperatura durante o dia de trabalho. É mantido um registo dos controlos descritos.

O controlo de qualidade da amostragem, no CESAB, é baseado em actividades de controlo externo e interno.

#### A - Controlo Externo da Qualidade da Amostragem

O CESAB participa, uma vez por ano, num ensaio interlaboratorial em águas em que a colheita, conservação e transporte da amostra é da sua responsabilidade. Este exercício permite validar, para águas, as metodologias utilizadas e qualificar os técnicos envolvidos, desde a colheita até à apresentação dos resultados analíticos.

#### B - Controlo Interno da Qualidade da Amostragem

O CESAB desenvolve, entre outros, os seguintes controlos internos:

- B.1\_ Colheita de amostras em **duplicado**, para avaliação da precisão da amostragem;
- B.2\_ **Branco de campo**, para monitorizar fontes de contaminação da amostra;
- B.2.1\_ **Branco de Equipamento**, para monitorizar fontes de contaminação no material utilizado nas colheitas, como, por exemplo, os amostradores automáticos ou as garrafas de Van Dorn;
- B.3\_ **Amostras/Branco reforçados**, para a avaliação da estabilidade da amostra durante o transporte e armazenamento.
- B.4\_ Verificação da **esterilidade** dos frascos microbiológicos;
- B.5\_ Verificação da quantidade de **tiossulfato de sódio** nos frascos microbiológicos;
- B.6\_ Controlo do lote dos frascos microbiológicos.

Os procedimentos a seguir serão baseados no estatuído nas normas ISO 5667-14 “*Water quality – Sampling – Part 14: Guidance on quality assurance of environmental water sampling and handling*” e ISO 19458 “*Water quality – Sampling for microbiological analysis*” e adaptados ao tipo de matriz, propósito do estudo, tipo do ponto de amostragem, ...

Os tipos de controlo descritos – duplicados (metodologia *single* ou *double split*), branco de campo e amostras reforçadas – serão feitos com uma periodicidade mínima semestral. O branco dos equipamentos é

|                           |   |  |                      |
|---------------------------|---|--|----------------------|
| <b>Data:</b> 08/Maio/2023 | <b>Elaborado:</b><br>João Pedro Pereira | <b>Aprovado:</b> João Pedro Pereira<br>Elsa Barracho | <b>Página:</b> 13/15 |
|---------------------------|---|--|----------------------|

efectuado anualmente, para os equipamentos que sejam identificados. O controlo anual deverá cobrir a maior parte dos ensaios. A programação anual das actividades de controlo de qualidade da colheita de amostras é definida em reunião da Comissão Técnica, com a presença da Responsável Setorial pela Microbiologia e pelos Técnicos Superiores do GAT, e registado em acta. Na instrução de trabalho, IT-REC-05/V07, datada de 07/04/2019, “Instruções no Âmbito do Controlo de Qualidade Interno na Amostragem” é detalhado o modo de preparação e utilização das amostras de controlo, bem como de outros pormenores associados a este controlo.

Os resultados, serão avaliados, caso a caso, pelo Director Técnico do Laboratório, DTL, e vão sendo reunidos em histórico. Quando se tiver reunido um número significativo de dados, estes serão avaliados e, sempre que possível, será feito o seu tratamento estatístico. O tratamento estatístico será decidido pelo DTL e pelo DQ. Sempre que se detecte uma falha é aberto um registo de situação anómala no ficheiro “Registo de Constatações”, FI-QUA-01.

Os frascos microbiológicos utilizados são de origem externa, sempre que chegam ao laboratório frascos microbiológicos, é registado no impresso IP-PCQ-52 (o fornecedor, marca, entrada, quantidade, n.º de lote, validade, recebido por, verificação da esterilidade/analista/data, Verificação da quantidade de tiosulfato de sódio/analista/data). Posteriormente, nos lotes aprovados, é registada a data de entrada em utilização e a data de fim de utilização de cada lote. A exceção são os frascos de vidro usados em dispositivos de colheita em profundidade. Neste caso o lote de frascos tratados e esterilizados no CESAB são controlados como se fossem um novo lote de frascos.

#### B.4\_ Verificação da **esterilidade** dos frascos microbiológicos:

É efectuada, por lote, a verificação da esterilidade dos frascos (1% de frascos por lote).

O processo consiste em colocar nos frascos microbiológicos entre 20 a 50ml de nutriente agar, rodar o frasco na horizontal de modo a que todas as superfícies do frasco entrem em contacto com o meio, deixar solidificar ou transferir para placa e Petri e incubar a  $(22 \pm 2)$  °C durante 5 dias. O controlo de esterilidade está em conformidade quando, após a incubação a  $(22 \pm 2)$  °C durante 5 dias, não houve crescimento de microrganismos. Registrar apto ou não apto no IP-PCQ-52.

Em alternativa, pode ser solicitado um certificado, por lote, ao fabricante.

#### B.5\_ Verificação da presença de **tiosulfato de sódio** nos frascos microbiológicos:

É efectuada, por lote, a verificação da presença de tiosulfato de sódio nos frascos microbiológicos (1% de frascos por lote). O processo consiste em simular uma amostra clorada (com excesso de cloro de forma a garantir que numa amostra aberrante a quantidade de tiosulfato de sódio presente no frasco microbiológico seja suficiente para anular o cloro). Numa balão de 1L colocar água da torneira e adicionar  $\pm 13$  gotas de lixívia, aferir e determinar o cloro presente na amostra conforme o procedimento PT-MET-08\_Cloro\_Método DPD - Volumétrico. De seguida colocar a amostra no (s) frascos microbiológicos, agitar para dissolver o tiosulfato de sódio na amostra e determinar o cloro. Se o cloro residual da amostra, após o período de contacto com o tiosulfato de sódio presente no frasco microbiológico, for  $<0,05$  mg  $CL_2/L$ , considera-se que os frascos estão em conformidade e aptos para serem utilizados. Registrar apto ou não apto no IP-PCQ-52.

|                           |   |  |                      |
|---------------------------|---|--|----------------------|
| <b>Data:</b> 08/Maio/2023 | <b>Elaborado:</b><br>João Pedro Pereira | <b>Aprovado:</b> João Pedro Pereira<br>Elsa Barracho | <b>Página:</b> 14/15 |
|---------------------------|---|--|----------------------|

Poderá também ser seguido o processo, descrito na instrução de trabalho IT-PCQ-04 – Verificação da quantidade de tiosulfato de sódio nos frascos microbiológicos, de titulação de 10 ml de água destilada colocados no frasco com uma solução de iodo (0,05M).

Em alternativa, pode ser solicitado um certificado, por lote, ao fabricante.

#### B.6\_ Controlo do lote dos frascos microbiológicos.

Sempre que se prepara vasilhame para um ou mais clientes, deve-se ter em atenção os seguintes requisitos:

- ✓ Verificar se os lotes dos frascos microbiológicos estão controlados e conformes (consultar o IP-PCQ-52);
- ✓ Utilizar sempre frascos microbiológicos com data de entrada no laboratório mais antiga, de modo a que o escoamento do stock seja coerente. (consultar o IP-PCQ-52);
- ✓ Sempre que se recebem frascos microbiológicos, o responsável da microbiologia deve ser avisado, para dar entrada dos frascos e coloca-los em quarentena até à conclusão dos ensaios de controlo de qualidade. Só depois é que, consoante os resultados, podem ou não ser utilizados (consultar o IP-PCQ-52);
- ✓ Cabe ao responsável pela preparação do vasilhame, a organização das caixas dos frascos microbiológicos;
- ✓ Cabe ao Responsável Setorial da Microbiologia comunicar a autorização de utilização de um novo lote de frascos microbiológicos;
- ✓ Cabe ao Responsável pela preparação de vasilhame a comunicação dos lotes em uso ao Técnico Superior do GAT para que este atualize as etiquetas de identificação geradas no LIMS em conformidade.

## 12. Gestão dos registos técnicos associados

| <b>Registos técnicos associados</b>  | <b>Local de arquivo</b>  | <b>Tempo de arquivo</b>      |
|--|--|------------------------------|
| Registos Samplig atributos de colheita   | Labway – LIMS (Base dados SQL)                                 | 1 ano + 4 anos arquivo morto |
| Registo de situações anómalas IP-PCQ-12  | Pasta Registo de situações anómalas.<br>Gabinete Apoio Técnico | 1 ano + 4 anos arquivo morto |
| Verificação da quantidade de tiosulfato de sódio nos frascos microbiológicos – IT-PCQ-04 | Pasta Instruções Trabalho – Lab I                              | 1 ano + 4 anos arquivo morto |
| Controlo dos frascos microbiológicos – IP-PCQ-52   | Pasta Controlo dos frascos microbiológicos. Sala vasilhame     | 1 ano + 4 anos arquivo morto |
| Verificação da quantidade de tiosulfato dos frascos microbiológicos – IP-PCQ-115         | Pasta Controlo dos frascos microbiológicos. Sala vasilhame     | 1 ano + 4 anos arquivo morto |

Os mecanismos e formas de eliminação de registos após período de arquivo encontram-se regulamentados no procedimento técnico PT-PCQ-11.

|                           |   |  |                      |
|---------------------------|---|--|----------------------|
| <b>Data:</b> 08/Maio/2023 | <b>Elaborado:</b><br>João Pedro Pereira | <b>Aprovado:</b> João Pedro Pereira<br>Elsa Barracho | <b>Página:</b> 15/15 |
|---------------------------|---|--|----------------------|